

## RAPPORT MA 12/09

Ingebrigt Bjørkevoll, Trygg Barnung, Kristine Kvangarsnes, Torbjørn Tobiassen, Bjørn Gundersen, Pål Anders Wang og Leif Akse

## Småskala uttesting av fosfat ved full- og lettsalting av torskfilet



<b>Tittel</b>	Småskala uttesting av fosfat ved full- og lettsalting av torskefilet
<b>Forfatter(e)</b>	Ingebrigt Bjørkevoll <sup>1</sup> , Trygg Barnung <sup>1</sup> , Kristine Kvangarsnes <sup>1</sup> , Torbjørn Tobiassen <sup>2</sup> , Bjørn Gundersen <sup>2</sup> , Pål Wang <sup>2</sup> og Leif Akse <sup>2</sup>
<b>Rapport nr.</b>	MA 12/09
<b>Antall sider</b>	70
<b>Prosjektnummer</b>	54646.
<b>Prosjektets tittel</b>	Kvalitetsstabilisering av lettsaltet og fullsaltet torsk
<b>Oppdragsgiver</b>	Fiskeri- og havbruksnæringens forskningsfond (FHF) Postboks 429 Sentrum, 0103 OSLO
<b>Referanse oppdragsgiver</b>	Lorena Gallart Jornet/Frank Jakobsen
<b>ISSN</b>	0804-54380
<b>Distribusjon</b>	Åpen
<b>Nøkkelord</b>	Lettsaltet, fullsaltet, fosfat, kvalitet
<b>Godkjent av</b>	Grete Hansen Aas
<b>Godkjent dato</b>	13.4.2012.

<sup>1</sup> Møreforskning Marin, Ålesund

<sup>2</sup> Nofima Marin, Tromsø

Basert på en teoretisk tilnærming er det et vesentlig potensiale for at fosfater kan ha flere positive effekter på lett- og fullsaltet fisk og at fosfater kan være med på å øke kvaliteten på produktene. For å kartlegge effekten av fosfat på lett- og fullsaltet fisk, ble det gjennomført kontrollerte forsøk i småskala med fosfatet Carnal 2110. For fire ulike saltemetoder ble fosfatkonsentrasjonene 0,4, 0,8 og 1,6 % undersøkt og sammenlignet med kontrollprøver uten fosfattilsetning.

For lettsaltet filet viser resultatene at filetfargen blir hvitere og lysere ved tilsetning av fosfat. For fullsaltet filet var resultatene på filetfarge varierende, men det ble registrert en økt hvitfarge for ferskt råstoff med økt fosfatstyrke etter 5 ukers lagring. Lang tids lagring gav motsatt effekt for saltfisk fra både ferskt og fryst råstoff. Hvorfor fosfat ser ut til å gi gulere saltfisk ved lengre tids lagring er uvisst og må undersøkes nærmere.

Som forventet ble utbyttet forbedret ved tilsetning av fosfat. For lettsaltede produkter økte utbytte med om lag 2,5 % ved et totalt P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-nivå på i underkant av 0,5 g/100g, noe som er grenseverdien for fosfattilsetning i fryst torskefilet. For fullsaltet filet ble vektøkning noe større (7-11 %), men siden forsøkene var i småskala vil en ikke kunne forvente like høye utbyttetall i vanlig industriell produksjon. Pickelsalting med tilsetning av fosfat i laken gav ikke opptak av fosfat og en bør derfor bruke injisering med eller uten lakebad som metode for tilsetning av fosfat.

For restverdier av fosfat lå disse rett under grenseverdien på 0,5g /100 g for den høyeste fosfatkonsentrasjonen, både for lett- og fullsaltet filet. Det er rimelig å anta at injisering av lake med rundt 1,6 % fosfat vil være nær det som er tilrådelig i fullskala lettsalting. Dette fordi småskala prosessen er relativ lik storskala produksjon. For fullsalting kan en forvente at utbytte og dermed fosfatopptak blir lavere i industriell produksjon enn i våre forsøk, og at en må teste ut fosfatkonsentrasjoner på over 2 % i storskala forsøk.

© Forfatter/Møreforskning Marin

Forskriftene i åndsverkloven gjelder for materialet i denne publikasjonen. Materialet er publisert for at du skal kunne lese det på skjermen eller fremstille eksemplarer til privat bruk. Uten spesielle avtaler med forfatter/Møreforskning Marin er all annen eksemplarframstilling og tilgjengelighetsgjøring bare tillatt så lenge det har hjemmel i lov eller avtale med Kopinor, interesseorgan for rettshavere til åndsverk.



# FORORD

Vi vil gjerne takke Fiskeri- og havbruksnæringens forskningsfond for finansieringen av dette prosjektet og teknisk personale ved Møreforsking Marin og Nofima i Tromsø for god hjelp under gjennomføringen av prosjektet.

Ålesund 13.03.2012

Ingebrigt Bjørkevoll

Prosjektleder (sign.)



# INNHOOLD

---

Oppsummering.....	9
Summary .....	11
1 Innledning .....	13
1.1 Bakgrunn for prosjektet .....	13
1.2 Teori: Bruk av fosfater ved produksjon av saltfisk .....	14
1.3 Formål .....	15
2 Materiale og Metode .....	17
2.1 Materiale .....	17
2.2 Uttak av råstoffprøver til kjemisk analyse .....	17
2.2.1 Småskalaforsøk med fullsalting av torskefilet .....	18
2.2.2 Småskalaforsøk med lettsalting av torskefilet.....	20
3 Resultat .....	22
3.1 Forsøk med ferskt råstoff.....	22
3.1.1 Råstoff .....	22
3.1.2 Småskalaforsøk med fullsalting av torskefilet .....	22
3.1.3 Resultater fra uttak etter 5 ukers salting.....	23
3.1.4 Resultater fra uttak etter 7 måneders lagring som saltfisk .....	33
3.1.5 Småskalaforsøk med lettsalting av torskefilet .....	38
3.2 Forsøk med fryst råstoff.....	43
3.2.1 Råstoff .....	43
3.2.2 Småskalaforsøk med fullsalting av torskefilet .....	43
3.2.3 Resultater fra uttak etter 5 ukers salting.....	43

3.2.4	Resultater fra uttak etter 5 måneders lagring som saltfisk .....	53
3.2.5	Småskalaforsøk med lettsalting av torskefilet .....	57
4	Diskusjon .....	63
5	Konklusjon.....	65
6	Referanser .....	67
7	Vedlegg.....	71

---



## OPPSUMMERING

Basert på en teoretisk tilnærming er det et vesentlig potensiale for at fosfater kan ha flere positive effekter på saltfisk, og at fosfater kan være med på å øke kvaliteten på produktet. For å avklare om disse forholdene er gjeldende for lett og fullsaltet fisk, må en gjennomføre kontrollerte forsøk både i småskala og i industriell skala.

Dette arbeidet omfatter småskalauttesting av fosfatet Carnal 2110, en blanding av natrium og kalium di- og trifosfat. Fosfatet ble tilsatt ved injisering og/eller i lake ved lett- og fullsalting av torskefilet. Blodmengde, sensorisk kvalitet, utbytte, fosfatmengde og andre kjemiske bestemmelser av råstoff og sluttprodukter ble gjennomført.

Innholdet av blod (jerninnhold brukt som mål på blodinnhold) i fiskemuskel i dette forsøket varierte mer innad i hver gruppe enn mellom hver gruppe og derfor fikk vi ikke et godt nok grunnlag til å vurdere om fosfat påvirker blodinnholdet i lett- og fullsaltet fisk. Den varierende blodmengden kom sannsynligvis av at råstoffet var fanget med garn og at kvalitetsvariasjonen fisk imellom var stor. For å få sikrere data på effekten av fosfattilsetning på blodmengde må det tas ut flere prøver av fisk og lake, samt at en må tilstrebe å ha et mest mulig homogent råstoff som utgangspunkt.

For lettsaltet filet viser resultatene tydelig at filetfargen blir hvitere og lysere ved tilsetning av fosfat. For fullsaltet filet var resultatene på filetfarge varierende, men det ble registrert en økt hvitfarge for ferskt råstoff med økt fosfatstyrke. At dette ikke ble registrert på saltfilet fra fryst råstoff kan komme av at råstoffet var sterkt oksidert før forsøket startet. Dette indikerer at torskråstoff oksiderer betydelig selv om det lagres ved  $-30^{\circ}\text{C}$ . Resultatene viser at oksidasjonsstatus og kvalitetsstatus på råstoffet før salting kan være meget viktig for om fosfat har ønsket effekt eller ikke.

Som forventet ble utbyttet forbedret ved tilsetning av fosfat. For lettsaltede produkter økte utbytte med om lag 2,5 % ved et totalt  $\text{P}_2\text{O}_5$ -nivå i underkant av 0,5 g/100g. Siden dette nivået er grenseverdien for fryst torskefilet, så er det naturlig å sammenligne med dette nivået. For fullsaltet filet ble vektøkning noe større, men siden forsøkene var i småskala vil en ikke kunne vente like høye utbyttetall i vanlig industriell produksjon. Pickelsalting med tilsetning av lake tilsatt fosfat gav ikke opptak av fosfat og kan dermed ikke brukes som metode for tilsetning av fosfat.

For restverdier av fosfat har vi truffet bra ved å ligge like ved grenseverdien på 0,5g /100 g for den høyeste fosfatkonsentrasjonen, både for lett- og fullsaltet filet. Det er rimelig å anta at injisering av lake med rundt 1,6 % fosfat vil være nær det som er tilrådelig i fullskala lettsalting. Dette fordi småskala prosessen er relativ lik storskala produksjon. For fullsalting kan en forvente at utbytte og dermed fosfatopptak blir lavere i industriell produksjon enn i våre forsøk, og at en må teste ut fosfatkonsentrasjoner på over 2 %.

I det videre arbeidet bør en dokumentere mer omfattende hvilken effekt fosfat har på blodmengde og oksidasjon spesielt med fokus på råstoff av ulik kvalitet. En må videre undersøke hvordan fosfat bør tilsettes i storskala og effekten fosfat har i slik produksjon. Videre bør en undersøke utbytte og kvalitet på fosfattsatt, utvannet saltfisk og gjennomføre sensoriske undersøkelser på utvannet saltfisk tilsatt fosfat for å dokumentere hvordan fosfat påvirker de sensoriske egenskapene til spiseferdige produkter. Det vil også være viktig å kartlegge saltfisk-kunders oppfatning av bruken av fosfat i hovedmarkedene og å kommunisere tydelig hvorfor det eventuelt er ønskelig å tilsette fosfat i saltfisk.

## SUMMARY

Based on a theoretical approach, there is a significant potential for phosphates to have several positive effects on the fish quality and stability. To clarify whether these conditions are applicable for light and heavy salted fish, controlled experiments in both small-scale and industrial scale are needed.

This work includes small scale testing of the phosphate Carnal 2110, a mixture of sodium and potassium oligo- and tri phosphates. The phosphates were added by injecting and/or by brining for both lightly salting and salt-cured cod fillets. Blood content, sensory quality, yield, phosphate quantity and other chemical determinations of raw material and end products was investigated.

The amount of blood in fish muscle in this experiment varied more than within each group than between each group and hence we have not a good basis to evaluate whether phosphates affect blood levels in light and heavy salted fish. The varying amount of blood that was probably due to that it was caught with net and that the variety in between fish was high. For more secure data on the effect of phosphates on blood levels, more samples of fish and brine must be analysed, as well as that one must strive to have the most homogenous raw materials as possible as a starting point.

For light salted fillets the results clearly show that color becomes whiter by the addition of phosphates. For the heavy salted fillets, the results show variable fillet color, but it was found that for heavy salted groups from fresh raw material that white color increased with higher phosphate levels. That this was not recorded on salted cod from frozen raw material can be due to that the raw material was highly oxidized before the experiment started. This also shows that cod raw material oxidizes significantly even if it is stored at  $-30^{\circ}\text{C}$ . The results indicate that the oxidation state and the quality status of the raw material before salting can be very important to decide whether phosphates has the desired effect or not.

As expected, the yields were enhanced by the addition of phosphates. For light salted products the yields increased with about 2.5% at a total  $\text{P}_2\text{O}_5$ -level of just below 0.5 g/100 g. Since this level is the limit for frozen cod fillets, it is natural to compare to this level. For heavy salted fillets the weight gain was somewhat higher, but since the trials were in a small scale, we will not expect the same yield levels in industrial production. Pickle salting with the addition of brine containing phosphates gave no uptake of phosphates, and therefore this method is not recommendable as method of addition of phosphates.

For the residual values of phosphates we achieved about boundary limit of 0,5 g/100 g for the phosphate level, for both light and heavy salted fillets. It is reasonable to assume that the injection of the brine with approximately 1.6% phosphate will be close to the advisable in full scale light salting. This is because our small scale process is relatively equal to large scale production. For the heavy salted products we expect lower yields and therefore lower phosphate uptake in the industrial production than in our trial, and therefore phosphate concentrations in excess of 2% probably must be tested.

Further work should focus to more extensively document the effect phosphates have on blood levels and oxidation, in particular with focus on raw material of varying quality. One must further investigate how phosphate should be added in large scale and the effect phosphates have on the products light and heavy salted cod. Furthermore, research on yields and quality of desalted fish previously added with phosphates must be conducted. It is important to document the effect phosphate has on sensory properties. It will also be important to monitor customers' perception of salted fish containing phosphates in main markets and communicating clearly what, if desirable, the purpose of adding phosphates in light and heavy salted fish is.

# 1 INNLEDNING

## 1.1 Bakgrunn for prosjektet

Møreforskning ble kontaktet av Fiskeri- og havbruksnæringens landsforening (FHL) for å bidra med informasjon om prosessutvikling og prosesshjelpemiddel i saltfiskindustrien i et møte FHL skulle ha med Mattilsynet den 30.11.10. Hensikten med møtet var å opplyse Mattilsynet om teknologi- og prosessutviklingen i saltfisknæringen generelt og å informere om muligheter og begrensninger bruk av fosfat kan ha i dagens saltfiskproduksjon. Mange medieoppslag om bruk av fosfater i fiskerinæringa har skapt en stor interesse for dette temaet både fra forbrukerne, myndigheter og næringsaktører. Medieinnslagene viser at forbrukerne er skeptiske til bruk av fosfater og at det er uklarheter om hva som er tillatt og hvordan bedriftene skal tolke regelverket. Møtet med Mattilsynet, FHL, næringsaktører og Møreforskning var en viktig arena for å diskutere lovverk og håndheving av regelverk, definisjoner og effekter av tilsetningsstoff og prosesshjelpemidler, samt å kartlegge videre forskningsbehov innenfor dette temaet.

Resultatet fra møtet mellom FHL og Mattilsynet ble at Mattilsynet kommuniserte klart at det ikke var rom for bruk av fosfat som prosesshjelpemiddel etter dagens fortolkning av lovverket. FHL på sin side uttrykte at slik de tolket lovverket så var der åpning for dette, men tok til etterretning at Mattilsynet hadde en annen oppfatning saken. Det arbeides videre med avklaringer av hva som er legalt i forhold til gjeldende bestemmelser.

Et sentralt satsingsfelt i Fiskeri- og havbruksnæringens forskningsfond (FHF) sin handlingsplan for konvensjonell sektor i 2011 er dokumentasjon av effekter av tilsetningsstoffer i salt- og klippfiskproduksjon. I prosjektet "Hvitere saltfisk", som startet opp sommeren 2010, er hovedmålet å oppnå en naturlig hvit overflate på saltfisk i hovedsak uten bruk av fosfater. Nofima og Møreforskning Marin har ansvaret for FoU-aktivitetene i dette prosjektet. I prosjektet skal en undersøke ulike metoder for å forbedre utbyttet og redusere gulning i fiskekjøttet. Minimum 10 metoder skal testes ut i mindre småskalaforsøk, en av metodene er bruk av fosfat. Forsøket med fosfat er innledende og for lite til å kunne finne svar på mange spørsmål rundt effekter ved bruk av fosfater. Et større FoU-prosjekt med uttesting og dokumentasjon av fosfater i saltfisk er derfor nødvendig, spesielt med tanke på søknaden FHL planlegger angående fosfat som tilsetningsstoff i saltfisk.

Definisjonen på et prosesshjelpemiddel (ifølge Mattilsynet) er at stoffet ikke kan påvirke produktets kvalitet eller skjule eventuelle mangler ved produktet. Ut fra dette vil det være vanskelig å tilfredsstille disse kravene siden fosfat potensielt kan benyttes til å stabilisere og forbedre fiskeprodukter ved å fjerne blod, hindre harsking og

drypptap i produktene. Effektene fosfattilsetningen har og restverdiene av fosfater i sluttproduktene vil i stor grad avgjøre om behandlingen kan betraktes som et prosesshjelpemiddel eller tilsetningsstoff.

## 1.2. Teori: Bruk av fosfater ved produksjon av saltfisk

En av hovedforklaringene på at Island har overtatt det spanske markedet på saltfisk fra Norge har vært knyttet til introduksjonen av nye saltemetoder på Island (Lindkvist, 2010). Injisering av lake tilsatt fosfater og/eller andre antioksidanter ble vanlig som saltemetode på Island på 1990-tallet. Gjennom Møreforskning sitt arbeid med bruk av fosfat i saltfisk høsten 2010, har en gjennomgang av litteratur på området vist at svært få vitenskapelige forsøk er blitt utført. Bruk av fosfat sies å gi en hvitere og fyldigere fisk samt å gi økt vannbindingsevne (Thorarinsdottir *et al.* 2010). Videre sies det at fosfat-behandlet fisk er saftigere og har bedre tekstur enn annen saltfisk. Kunnskapen om bruk av fosfat ved produksjon av saltfisk er i stor grad basert på forsøk og erfaringer ute hos produsentene og i liten grad dokumentert og rapportert i kontrollerte, vitenskapelige forsøk (Schröder, 2010; Bjørkevoll, 2009; Thorarinsdottir *et al.* 2001; Bjørkevoll, *et al.*, 2011, Joensen, *et al.*, 2011).

Noen av hovedutfordringene ved produksjon av saltfisk er blod i råstoffet, at fisken gulner (blir misfarget) under produksjon og lagring, og at fisken slipper varierende mengder væske ut i kartongene under lagring, transport og salg.

Ulike typer fosfater har forskjellige egenskaper som potensielt kan bidra til å løse eller redusere hovedproblemerkene listet opp ovenfor. Noen fosfater kan binde metallioner (Dziezak, 1990). Dermed kan fosfat virke som en antioksidant som kan redusere fiskens gulning under lagring, samt at blod kanskje kan trekkes ut av råstoffet under salting. Begge disse effektene vil kunne gi hvitere saltfisk. Videre er det veldig vanlig at fosfater brukes til å øke vannbindingsevnen i m.a. kjøttprodukter (Øines *et al.* 1994; Ellinger, 1972). Denne egenskapen kan benyttes (men også utnyttes) til å øke utbytte, men utbytte/vanninnhold vil i stor grad bestemmes av hva som er akseptabelt i de forskjellige markedene. Ved å øke vannbindingsevnen kan det også tenkes at fisken slipper mindre væske under lagring. Dette vil være gunstig både for å bevare vekt, men også for å unngå at lake renner ut under lagring, transport og salg. Fosfater kan også ha innvirkning på sensoriske egenskaper som tekstur og saftighet siden vannbindingsegenskapene påvirkes (koketapet reduseres), men dette er i liten grad dokumentert for saltfisk. En oppsummering av fosfaters klassifisering, regulering og funksjon i sjømat er gitt i Esaiassen og Joensen (2002) og Gonçalves og Ribeiro (2008).

Når det gjelder nedbrytningen av fosfater under lagring av fisk ser det ut til at fosfater brytes ned til monofosfater, muligens på grunn av enzymatisk aktivitet i fisken (Kaufmann, *et al.* 2005; Bjørkevoll; 2009). Etter utvanning inneholder fisk både med og

uten fosfertilsetning mindre fosfat enn råstoffet (Schröder, 2010; Thorarinsdottir *et al.* 2001).

Basert på publisert litteratur på området er det et vesentlig potensiale for at fosfater kan ha flere positive effekter på lett- og fullsaltet fisk og at fosfater kan være med på å stabilisere eller øke kvaliteten på produktet. For å avklare om disse forholdene også er gjeldende for saltfisk, må en gjennomføre kontrollerte forsøk både i småskala og i industriell skala.

### 1.3 Formål

Hovedmålet i dette prosjektet er å dokumentere hvordan fosfatet Carnal 2110 påvirker sluttproduktet fullsaltet torsk. Dette blir undersøkt ut fra tre ulike tilnærminger:

- **Delmål 1: Dokumentere effekten av fosfat på muskelfarge og blodmengde i sluttproduktene**
- **Delmål 2: Dokumentere hvordan lagringsstabiliteten til sluttproduktene påvirkes av fosfertilsetning spesielt med hensyn til farge (oksidasjon) og utbytte (væskeslipp)**
- **Delmål 3: Kartlegge hvilke typer og mengder restfosfat som finnes i sluttproduktene**





## 2 MATERIALE OG METODE

### 2.1 Materiale

I forsøkene både med fullsalting og lettsalting ble fisk fra samme garnfangst av torsk benyttet. Fisken ble tatt i slutten av mars 2011 på Svabba/Kvaløykjakan (fangstfelt 80535). Ståtida på garna var ca. 15 timer. Sjøtemperaturen var rundt 3,5 °C. Fisken inneholdt små mengder åte. Det hadde akkurat kommet inn lodde i området. Halvparten av fisken ble etter sløying og hodekapping lagret på is i kar ved 1-2 °C i 3 døgn før håndfiletering. Fileter ble laget med skinn og buk, og sorthinnen ble vasket av. Etter filetering ble fisken lagret ved 3,5 ± 0,5 °C sammenlagt fiskekjøtt mot fiskekjøtt og iset i kasser (plast under og over fisken) til neste dag. Dette råstoffet ble brukt i forsøkene med ferskt råstoff.

Den andre halvdel av råstoffet ble fryst inn (singlefryst) over to døgn ved -30 °C. Deretter ble hver fisk pakket i gjenteipede plastposer og videre ble 10 og 10 fisk pakket i sorte plastposer for fryselagring ved -30 °C i 10 uker. Dette prøvematerialet ble brukt i forsøkene med fryst og tint råstoff som ble gjennomført på samme måte som forsøkene med ferskt råstoff.

### 2.2 Uttak av råstoffprøver til kjemisk analyse

Skinnfrie fileter med buk ble brukt som materiale for uttak av ferske råstoffprøver til kjemisk analyse ved ANFACO-CECOPESCA i Vigo, Spania, som er et akkreditert analyselaboratorium. Etter at fremste del av nakken ble skjært bort ble det tatt ut en bit av loin med buk på 200-250 gram (Vekt type: Mettler PC24, Mettler Toledo, Zürich, Sveits) til bestemmelse av di- og trifosfat (HPTLC, ISO 5553:1980) og til bestemmelse av totalt fosfat (P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) og metaller (Ca, Na, K, P, Mg, Cu og Fe) med ICP-OES (Inductively Coupled Plasma – Optical Emission Spectrometry) (AOAC 985.01). En bit på tilsvarende størrelse ble tatt ut til bestemmelse av TBARS (Wyncke, 1970; Ke *et al.*, 1984) og peroksidverdi (Pearson, 1976; Cox and Pearson, 1962). Den neste biten på ca. 100 gram ble tatt ut til bestemmelse av vanninnhold ved tørking ved 105 °C i 16-18 timer (AOAC 950.46 B), aske etter 4-5 timer ved 550 °C (AOAC 938.08) og vannbindingsevne ved sentrifugering (Ofstad *et al.* 1996), gjennomført ved Møreforskning i Ålesund. Alle prøvebiter ble individuelt vakuumpakket (Webomatic, CD 110, Bochum, Tyskland) i 99,5 % vakuum i plastposer (20/70 MY) før innfrysing ved -30 °C. Under fryselagring lå prøvene mørkt i pappesker med lokk.

For det fryste råstoffet ble singelfryst fisk tint med plastposene på i 36 timer. Totalt 150 fisk ble fordelt på to 1000 liters kar før tining. Temperaturen på ferskvannet ved start av tiningen var 3,1 °C. Etter ca. 18 timers stillestående tining på kjølerom (1 °C) var temperaturen i fisken -1,2 til -0,5 °C mens temperaturen i vannet var 0,1 °C. Det ble satt på sirkulasjon av ferskvann med en temperatur på 3,1 °C i karene i ca. 1,5 time. Temperaturen i tinevannet ble etter dette målt til 1,2-1,4 °C. Det ble så lagt is på toppen av tinekarene. Ved uttak var temperaturen i tinevannet 0,1 °C og tilnærmet all fisken var tint med en kjernetemperatur på 0,2-1,2 °C. Etter filetering ble prøver tatt ut til kjemisk analyse som for ferskt råstoff (beskrevet ovenfor).

### 2.2.1 Småskalaforsøk med fullsalting av torskefilet

Fire ulike saltemetoder ble undersøkt og for hver saltemetode ble fire ulike fosfatkonsentrasjoner benyttet (Tabell 2.1). Fosfatet som ble brukt var Carnal 2110 (Budenheim, Tyskland), en blanding av natriumdi- og tri-fosfat og kaliumdi- og tri-fosfat. Fosfatet ble blandet inn i nedkjølt lake på 18 °Be saltstyrke. Konsentrasjonen av fosfat ble bestemt på vektbasis (w/w) som prosentvis vekt av vekten på ferdigblandet saltlake. pH i lake ble målt ved å blande lake og destillert vann i forhold 1:1.

Før innsalting ble hver filet individmerket med merkepistol (Mark III, Avery Dennison, Fitchburg, MA, USA). Alle fileter ble deretter veid, pH ble målt med stikkelektrode (WTW, pH 3310, Weilheim, Tyskland) og instrumentell farge ble målt (Minolta Croma meter, CR-200, Japan) mens filetene lå inne i en lyskasse (Salmon colour box, Skretting). For hver av de 16 gruppene i dette forsøket ble 15 hele torskefileter saltet. Fileter som skulle injiseres ble stikkinjisert (Fomaco 16/64 F, Sandvadsvej, Danmark) med en saltlake på 18 °Be tilsatt fosfat som vist i Tabell 1. Til injisering ble det brukt anslagsvis 250 liter lake per gruppe. Trykket var 0,95 bar og hastigheten på båndet var 30 slag/min. Nåletykkelsen var på 1,4 mm. Injiserte fileter ble veid etter ett minutt avrenning. Videre ble filetene lagt i tette plastbaljer for pickelsalting i 2 uker ved 3,5 ± 0,5 °C. Ca. 25 kg sjøsalt (Type: Havsalt, GC Rieber, Danmark) ble brukt til salting av hver gruppe. Tilslutt ble 6 liter saltlake tømmt forsiktig over fisken (til laken ble synlig i baljen). For hver gruppe inneholdt denne laken samme salt- og fosfatinnhold som laken som ble injisert. Alle baljer ble dekket med sort plast. Fileter som etter injisering ble lagt i lakebad ble oppbevart i 24 timer ved 2 °C. Salt- og fosfatkonsentrasjon var den samme som ble injisert. Under lakebadene ble det brukt 53 liter lake til ca. 15 kg filet. Etter 0,5-1 minutters avrenning etter endt lakebad ble filetene veid. Videre ble fisken lagt i fiskekasser med hull i bunnen til tørrsalting i 5 uker ved 3,5 ± 0,5 °C. Samme salttype og mengde ble brukt som for injisert og pickelsaltet gruppe. Sort plast ble lagt over alle fiskekasser. Fileter som kun ble pickelsaltet ble behandlet på samme måte som gruppen som ble injisert og pickelsaltet, bortsett fra at injiseringstrinnet ble utelatt. For en av de pickelsaltede gruppene ble det kun brukt 3 liter lake og ikke 6 liter lake som i de andre gruppene. For alle grupper, utenom gruppen som ble injisert og lagt i

lakebad som ble tørrsaltet i 5 uker, ble filetene lagt om fra pickelsalting til tørrsalting etter 2 uker og saltet videre med det samme saltet i ytterligere 3 uker ved  $3,5 \pm 0,5$  °C.

**Tabell 2.1 Forsøksoppsett for fullsalting av torskefileter. All lake som ble brukt inneholdt fosfat-konsentrasjoner som angitt i tabellen. N=15 fisk per gruppe.**

Saltemetoder	Fosfatkonsentrasjon (Carnal 2110)			
	0 %	0,4 %	0,8 %	1,6 %
Injisering – Pickelsalting (1:5 forhold lake:fisk) - Tørrsalting	0 %	0,4 %	0,8 %	1,6 %
Injisering - Lakebad 24 t - Tørrsalting	0 %	0,4 %	0,8 %	1,6 %
Pickelsalting (1:5 forhold lake:fisk) - Tørrsalting	0 %	0,4 %	0,8 %	1,6 %
Pickelsalting (1:10 forhold lake:fisk) -Tørrsalting	0 %	0,4 %	0,8 %	1,6 %

Etter fem ukers lagring ved  $3,5 \pm 0,5$  °C ble alle fileter fra samtlige grupper tatt ut av tørrsalting og to og to fileter ble slått mot en annen tre ganger for å fjerne overflatesalt. Vekt, pH og instrumentell farge (lyshet og gulfarge) ble bestemt. Før analyser ble to og to fileter slått mot en annen tre ganger for å fjerne overflatesaltet. Fem fullsaltede fileter fra hver gruppe ble evaluert sensorisk av et ekspertpanel på fire personer der to og to dommere ved konsensus ble enig om karaktergivingen for hver sensorisk egenskap. Egenskapene hvithet, gulfarge, blodflekker, blod i buk, spalting og lukt ble undersøkt. For egenskapene hvithet, gulfarge og spalting ble karakterene 0, 1, 2 eller 3 gitt, der høyest verdi indikerte lavest kvalitet. For blodflekker og blod i buk ble karakterene 0 (ingen feil) eller 1 (blod i buk eller blodflekker registrert) gitt. For lukt ble karakterene 0 (naturlig), 1 (noe avvikende) eller 2 (kraftig avvikende) brukt. Skjemaet som ble brukt er vist i Vedlegg I - Sensorikkskjema 1. I det siste uttaket ble en 9 punkts gradering av egenskapene grunnfarge (lyshet), gulfarge, rødfarge i buk, rødfarge i loins, spalting, moden lukt og avvikende lukt brukt (Vedlegg 2 – Sensorikkskjema 2)

Fra hver gruppe ble tre fileter tatt ut til kjemisk analyse. Følgende analyser ble gjennomført: Bestemmelse av fosfatinhold, NaCl, metallinnhold, oksidasjon, vanninnhold, askeinnhold og vannbindingsevne. Den fremste filetdelen (200 g) gikk til fosfat-, metall og NaCl-bestemmelse, den midterste gikk til bestemmelse av TBARS og peroxid-nivå og den bakerste til vanninnhold, askeinnhold og vannbindingsevne (WHC). Tre fileter ble også tatt ut til et eventuelt utvanningsforsøk. De resterende ni filetene for hver gruppe ble lagt i kartong med plast rundt og ca. 500 gram sjøsalt mellom lagene av fileter før videre lagring på 2 °C.

Vanninnhold, askeinnhold og vannbindingsevne ble analysert ved Møreforskning Marin, Ålesund. De resterende kjemiske analysene ble utført ved et akkreditert analyselaboratorium i Spania (Anfaco Cecopesca, Vigo). Ved pakking av disse prøvene ble det brukt vakuumposer og et vakuum på 99,5 %. Fullsaltede fileter ble pakket i kjølt tilstand i to flyfraktesker med 4 kjøleelementer i hver eske. Råstoffprøvene ble sendt frossen i en egen eske med 4,0 kg tørris. Temperaturen i pakningene med kjølte prøver var 4,6 °C og temperaturen i pakningen med de frysede prøvene var -1,6 °C ved mottak. Det ble ikke registrert tegn til tining av de frysede prøvene. Tørrisen var helt oppbrukt ved mottak.

Etter henholdsvis 5 og 7 måneders lagring ved  $3,5 \pm 0,5$  °C og RH (relativ luftfuktighet) på  $76 \pm 0,5$  % ble saltfisk fra fryst og ferskt råstoff vurdert på nytt. Vekt, pH og farge ble bestemt, og sensorisk analyse ble gjennomført, men denne gangen bedømte hver av de fire dommerne alle fileter enkeltvis for grunnfarge, gulfarge, rødfarge, spalting og lukt (Vedlegg 2).

### 2.2.2 Småskalaforsøk med lettsalting av torskefilet

For både ferskt og fryst råstoff ble fire grupper injisert med saltlake med fire ulike fosfatkonsentrasjoner som vist i Tabell 2.2. Alle fileter ble merket, veid, ble målt pH (WTW pH-elektrode) og ble målt farge (Minolta farge-målingsinstrument) før innsalting. For hver gruppe ble 10 hele fileter med buk og skinn injisert som ved fullsalting. Etter avrenning i ett minutt ble vektøkning etter injisering målt. Videre ble filetene lagt på blåplast på brett i en vogn som ble kjørt inn på -40 °C til innfrysing (Fig. 2.1). Etter 24 timer ble fisken tatt ut og dyppet i ferskvann (3 ganger, 2-3 sekunder for hver dypp) for glasering (Fig. 2.2). Denne glaseringen utgjorde en vektøkning på ca. 8-10 %. Etter glasering ble hver gruppe pakket i en pappeske der filetene ble innsvøpt i plast. Alle gruppene ble lagret ved -30 °C. Prøver ble tatt ut etter ca. 100 døgns lagring. Muskelprøver til bestemmelse av fosfat, metaller, TBARS og peroksidverdi ble tatt ut fra frosne prøver (skjært ut med båndsg). Videre ble væskeslipp målt etter endt tining ved 2-4 °C. Instrumentell farge, pH, vekt og sensorisk evaluering ble gjennomført på tinte prøver.

**Tabell 2.2** Gruppeinndeling for lettsalting av torskefilet. Alle fileter ble injisert med saltlake på 18 °Be og fosfat som angitt for hver gruppe

Saltemetode /fosfatkonsentrasjon				
Injisering-Innfrysing-Glasering-Fryselagring-Tining	0 % Kontroll	0,4 % Carnal 2110	0,8 % Carnal 2110	1,6 % Carnal 2110



Figur 2.1. Anretning av lettsaltede fileter for innfrysing over natt ved  $-40^{\circ}\text{C}$ .



Figur 2.2. Glasering og pakking av lettsaltede fileter før innfrysing ved  $-30^{\circ}\text{C}$ .

## 3 RESULTAT

### 3.1 Forsøk med ferskt råstoff

#### 3.1.1 Råstoff

Det ferske råstoffet hadde en gjennomsnittsvekt og -lengde på henholdsvis 2,8 kg (sløyd, hodekappet) og 64 cm. Råstoffkvaliteten ble vurdert som litt over gjennomsnittlig god for garntorsk med tanke på blod, mens fisken var noe mer bløt enn normalt. Vekten på filetene var i gjennomsnitt 910 gram og filetutbytte var på 65,7 %. pH for råstoffet lå i området 6,8-7,2 noe som ble vurdert som høyt for post-rigor torsk. Vanninnholdet lå rundt 81 % mens askeinnholdet lå på 1 %.

Saltinnholdet i ferskt råstoff var  $0,23 \pm 0,03$  g/100 g. Råstoffet inneholdt ca.  $93 \pm 9$  mg kalsium/kg filet, mens innholdet av magnesium var  $238 \pm 11$  mg/kg muskel. Det ble observert store variasjoner i jerninnhold, fra 5,8 – 24,6 mg/kg muskel, og i kobberinnhold, fra  $<0,1 - 0,14$  mg/kg muskel. Fosfatinnholdet i råstoffet ble målt til  $0,38 \pm 0,04$  g  $P_2O_5/100g$ . Råstoffet hadde lavt oksidasjonsnivå, med peroksidnivåer  $<2$  meq.  $O_2/kg$  fett og TBARs-verdier under 1,0 mg/kg muskel.

#### 3.1.2 Småskalaforsøk med fullsalting av torskefilet

Ved start av forsøkene ble temperaturen i fisken før salting målt til  $1,2 \pm 0,3$  °C (Ebro TFX 410, Tyskland), og temperaturen på laken som ble injisert var  $3,5 \pm 0,5$  °C. Midt i forsøket ble temperaturen i fisken før salting målt til  $1,3 \pm 0,5$  °C. Temperaturen på laken som ble injisert på dette tidspunktet var  $4,0 \pm 0,2$  °C. pH i saltlakene var 7,1 for kontroll, 6,6 for 0,4 % fosfat og 6,9 for både 0,8 % og 1,6 % fosfat. Vektøkningen etter injisering var på  $23,7 \pm 0,9$  % (n = 40).

Temperaturen på kjølerom under oppbevaring i lakebad var 1-2 °C. Etter lakebadet ble det observert tydelig blakking i lakebad tilsatt fosfat, men ikke i kontrollgruppen uten fosfat (Fig. 3.1). Blakkingen avtok ved økt fosfatkonsentrasjon.



Figur 3.1. Laker etter endt lakebad i 24 timer ved 1-2 °C. G21 er kontroll, G22 tilsatt 0,4 %, G23 tilsatt 0,8 % og G24 tilsatt 1,6 % fosfat.

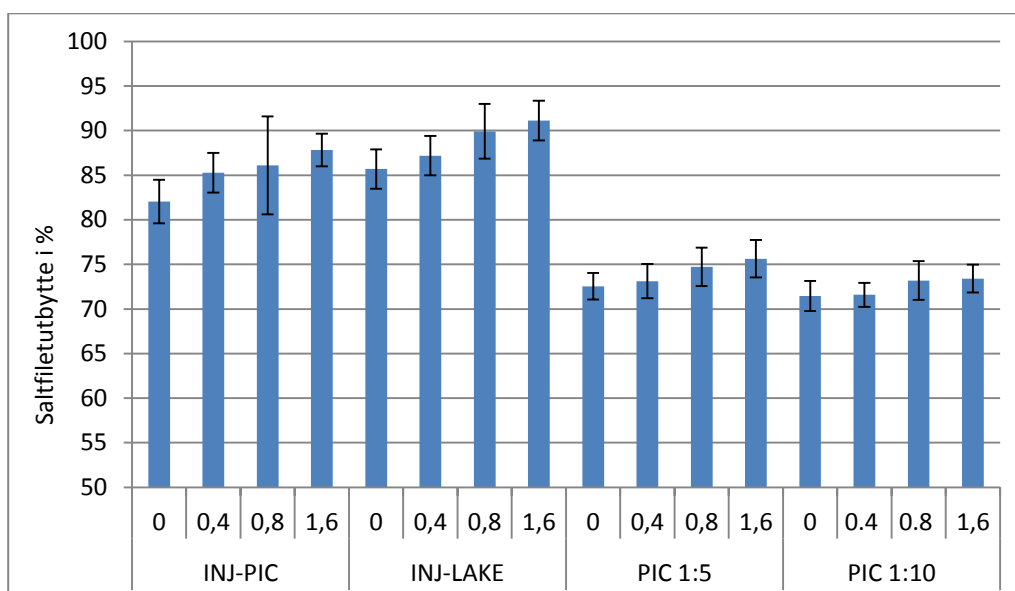
### 3.1.3 Resultater fra uttak etter 5 ukers salting

Etter 5 ukers salting ble filetene tatt ut av tørrsalting. Vekt, pH og instrumentell farge ble bestemt (Fig. 3.2). Sensorisk analyse ble også gjennomført. Både fisk og salt virket våtere jo høyere konsentrasjon av fosfat som hadde blitt brukt.



Figur 3.2. Analysering av saltfilet: Fra høyre fjerning av overflatesalt, fargemåling, pH-måling og veiing.

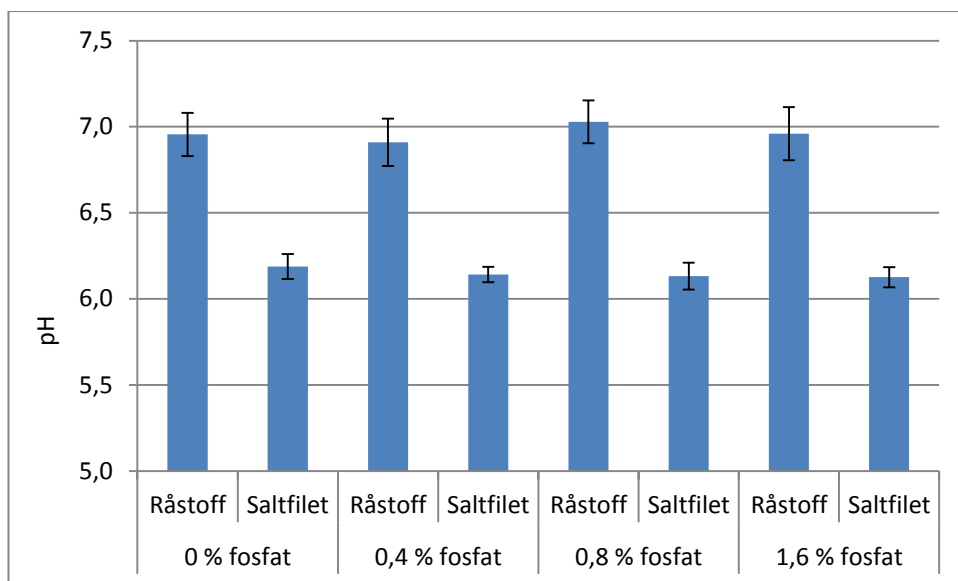
Resultatet fra utbyttmålingene viste store forskjeller mellom injiserte og rent pickelsaltede grupper. Men for alle saltemetoder ble det observert en lik tendens til at økt fosfatkonsentrasjon gav økt utbytte (Fig. 3.3). Trenden var at injisert og lakebehandlet gruppe hadde høyest utbytte, fra 86 til 91 % etter fulgt av injisert og pickelsaltet gruppe (utbytte fra 82-88 %). De to pickelsaltede variantene var relativt like, med et utbytte fra 73 til 76 %. Mengde lake så ut til å påvirke utbytte noe for pickelsaltede grupper, der mest lake gav høyest utbytte.



**Figur 3.3. Saltfiletutbytte i % av råstoffvekt etter 5 ukers kjølelagring. Fileter saltet med injisering + pickelsalting, injisering + lakebad, pickelsalting (1:5 forhold lake:fisk) og pickelsalting (1:10 forhold lake:fisk) behandlet med 0, 0,4, 0,8 eller 1,6 % fosfat. N=15**

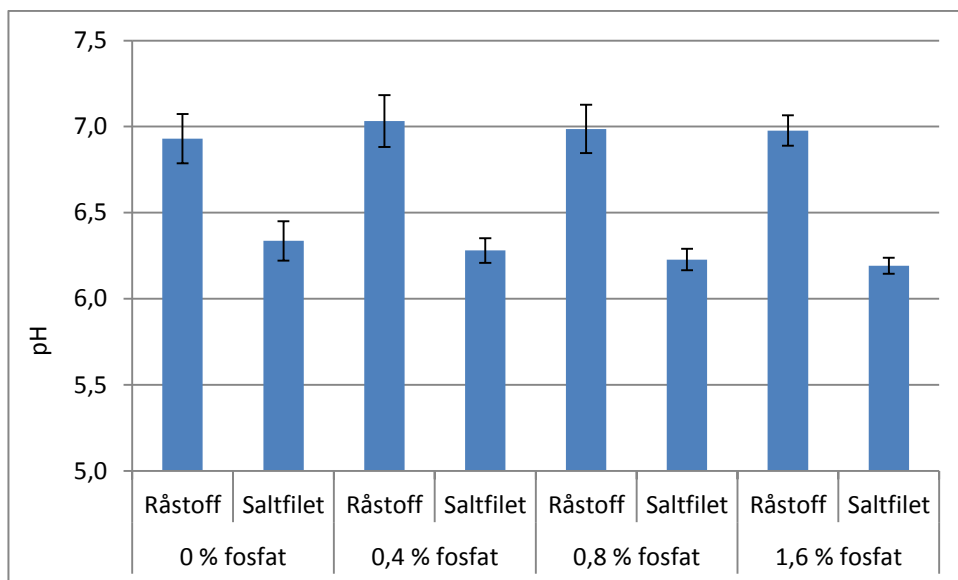
pH ble målt i nakken på hver filet i hver gruppe før salting og etter 5 uker saltmodning. Resultatene viser at pH på råstoffet lå mellom 6,9 og 7,1 for alle 240 fileter. Etter saltmodning lå pH mellom 6,1 og 6,3 for alle fileter. For injisert og pickelsaltet gruppe ble det registrert en svak nedadgående trend i pH fra 6,2 for kontrollgruppen til 6,1 for gruppen behandlet med høyest konsentrasjon av fosfat (Fig. 3.4).





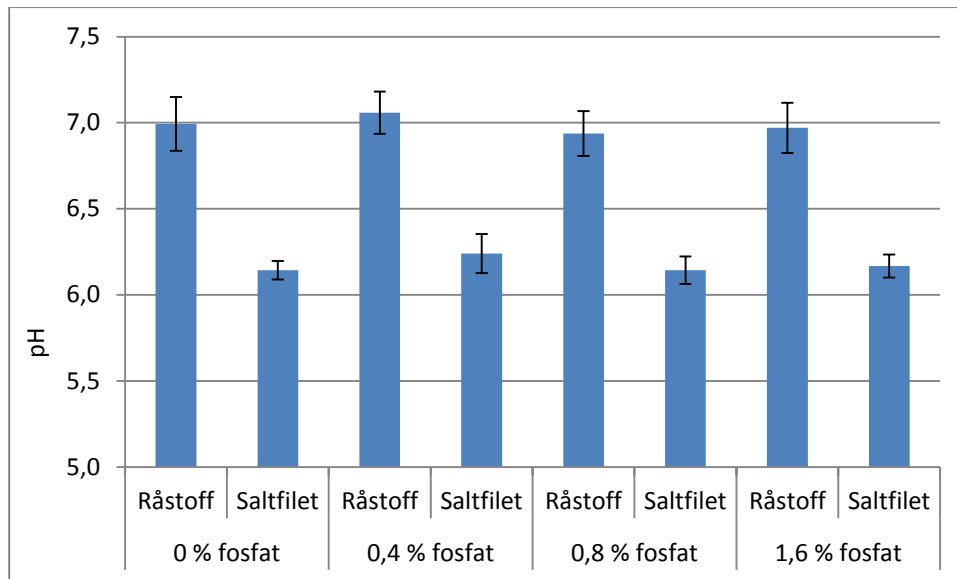
**Figur 3.4.** pH målt med stikkelektrode i råstoff før salting og saltfilet (40 døgns salting) for gruppe injisert og pickelsaltet. N= 15

For gruppen som ble injisert og lagret i lakebad var det en trend til at pH gikk ned i saltfilet fra 6,3 i kontrollgruppe til 6,2 i gruppe behandlet med høyest fosfatkonsentrasjon (Fig. 3.5).



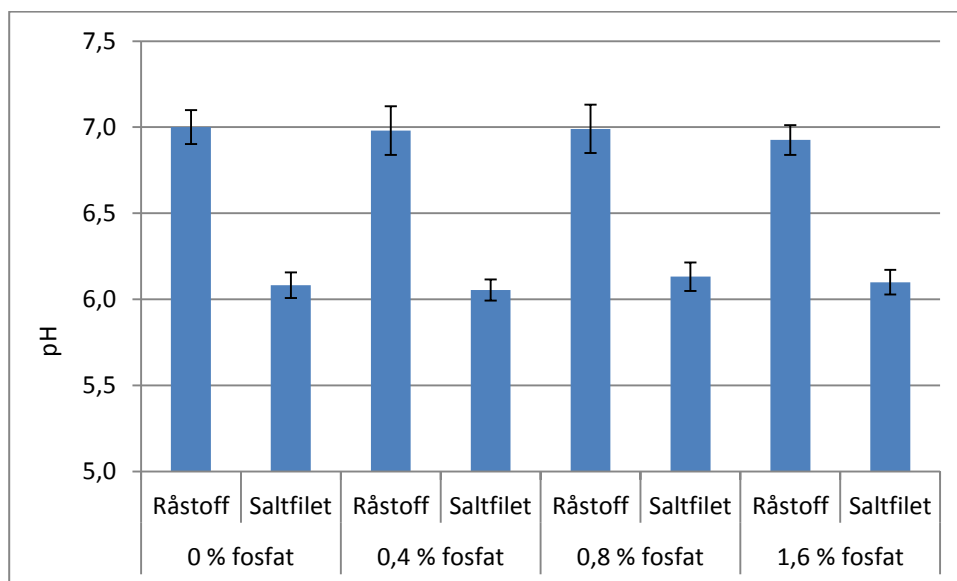
**Figur 3.5.** pH målt med stikkelektrode i råstoff og saltfilet (40 døgns salting) fra gruppe injisert og lakesaltet. N= 15

For gruppe pickelsaltet med et lake:fisk-forhold på 1:5, lå pH mellom 6,1 og 6,2 for alle grupper (Fig. 3.6).



**Figur 3.6. pH målt med stikkelektrode i råstoff og saltfilet (40 døgns salting) fra gruppen pickelsaltet med et fisk:lake-forhold på 1:10. N= 15**

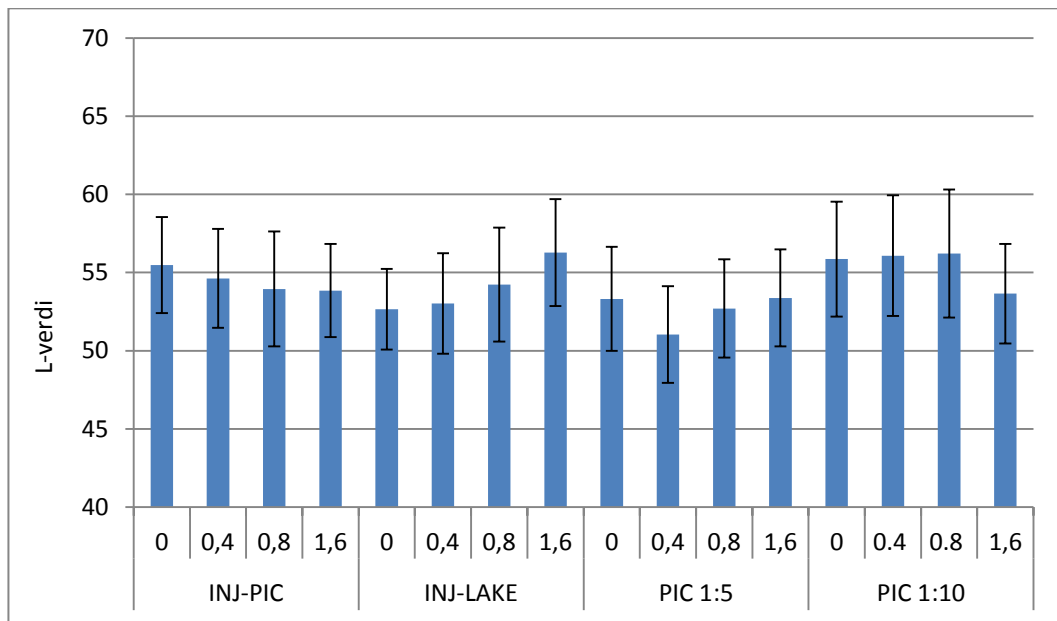
Gruppen pickelsaltet med forhold lake:fisk på 1:10 hadde noe lavere pH i saltfilet (6,1) enn de andre saltemetodene (Fig. 3.7).



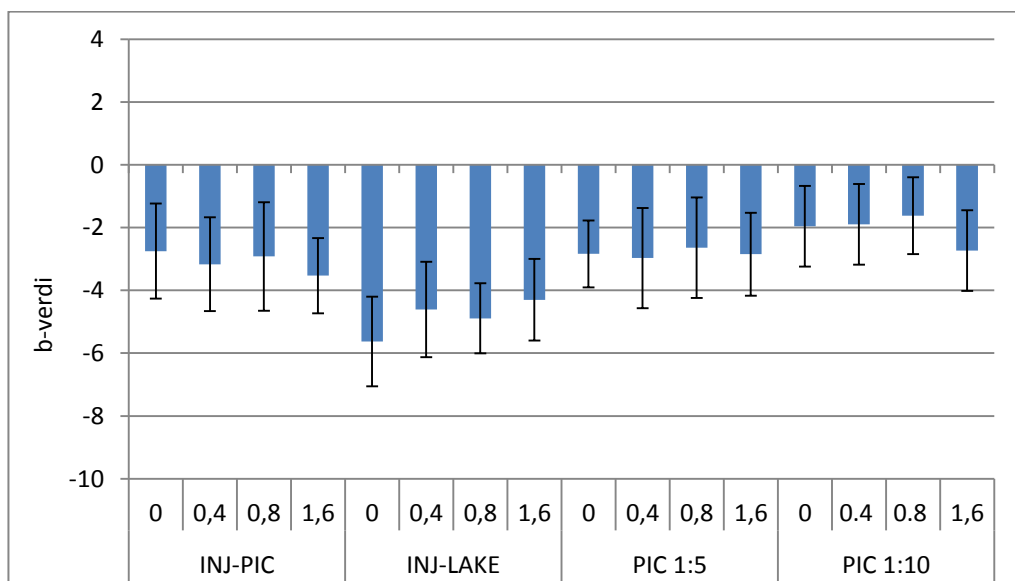
**Figur 3.7. pH målt med stikkelektrode i råstoff og saltfilet (40 døgns salting) pickelsaltet med fisk:lake-forhold på 1:5. N= 15**

Instrumentell farge ble målt på råstoff før salting for alle grupper og etter salting (40 dager saltetid). L-verdien (lyshet) lå mellom 54 og 57 (gjennomsnitt av 15 fileter) for råstoffet fra alle 16 grupper. Resultatene fra instrumentell fargemåling av fullsaltet filet gav en L-verdi fra 51 til 56 med ulike trender for de forskjellige gruppene (Fig. 3.8). Injisert og pickelsaltet gruppe hadde en trend til en svak nedgang fra 56 til 54 fra

kontroll til høyeste fosfatkonsentrasjon, men variasjonen innad hver gruppe var relativt stor ( $\pm 3$ ). For injisert og lakesaltet gruppe var trenden motsatt, med en økning fra 53 til  $56 \pm 3$  ved økt fosfatkonsentrasjon. For pickelsaltede grupper var det ingen entydige trender og verdiene lå i samme område som de andre gruppene. Det var små forskjeller i b-verdiene (gulhet) mellom gruppene og fosfatstyrke. Unntaket var gruppen som ble injisert og lakesaltet som hadde minst gulhet, men verdiene var uavhengig av fosfatkonsentrasjon (Fig. 3.9).



**Figur 3.8. Instrumentell fargemåling av lyshet (L-verdi).** For hver av de 15 filetene i hver gruppe ble tre punkter målt (N=45). Fileter saltet med injisering+pickelsalting, injisering+lakebad, pickelsalting (1:5 forhold lake:fisk) og pickelsalting (1:10 forhold lake:fisk) tilsatt 0, 0,4, 0,8 eller 1,6 % fosfat. Økende hvithet ved økt positiv verdi.

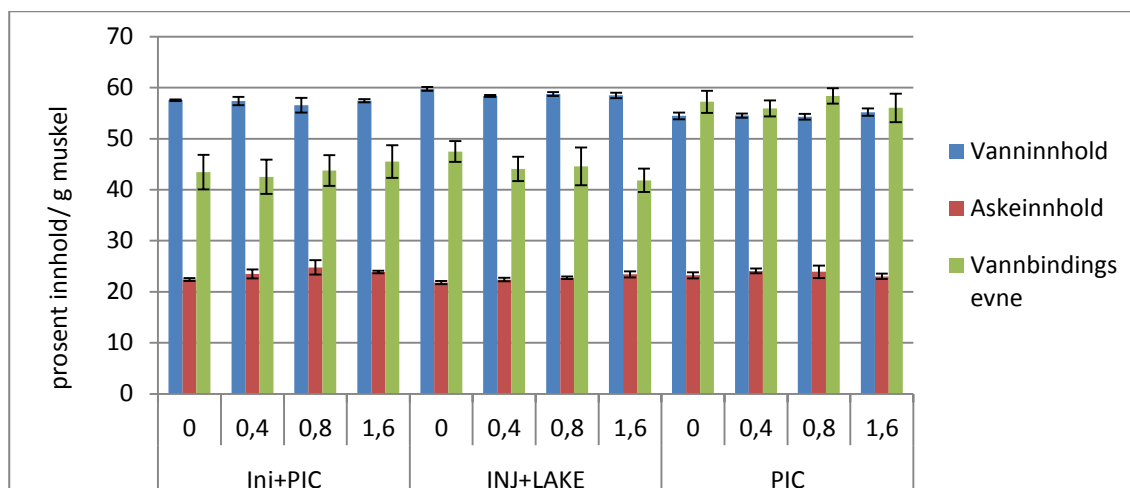


**Figur 3.9. Instrumentell fargemåling av gulfarge (b-verdi).** For hver av de 15 filetene i hver gruppe ble tre punkter målt (N=45). Fileter saltet med injisering+pickelsalting, injisering+lakebad, pickelsalting

(1:5 forhold lake:fisk) og pickelsalting (1:10 forhold lake:fisk) tilsatt 0, 0,4, 0,8 eller 1,6 % fosfat. Økende intensitet på gulffarge med økende positiv verdi.

Basert på resultatene fra utbytte og fargemålinger (svært liten effekt av fosfattilsetning) ble ikke pickelsaltet gruppe (forhold 1:10 forhold lake:fisk) fulgt videre i dette arbeidet.

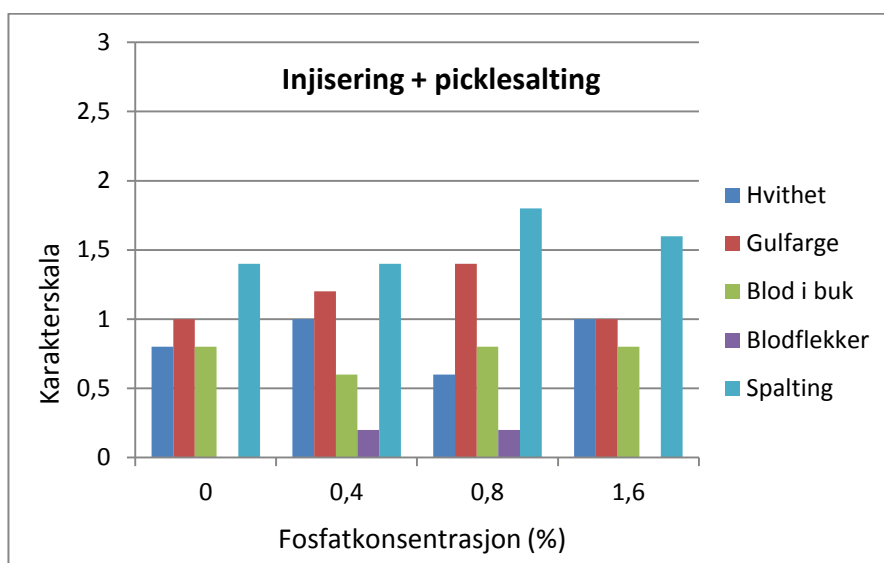
Resultatene fra bestemmelse av vanninnhold, askeinnhold og vannbindingsevne er oppsummert i Fig. 3.10. Figuren viser at vanninnholdet var høyest for gruppen som ble injisert og lakesaltet (58-60 %), deretter fulgte injisert og picklet gruppe (57-58) og lavest vanninnhold hadde gruppen som kun ble pickelsaltet (1:5 forhold lake:fisk) med 54-55 %. Det var ingen trend til at vanninnholdet økte med økt fosfatkonsentrasjon. Askeinnholdet lå på 22-25 % for gruppen som ble injisert og lakesaltet, 22-23 % for injisert og lakesaltet gruppe og 23-24 % for pickelsaltet gruppe. Vannbindingsevnen var høyest for pickelsaltet gruppe (1:5 forhold lake:fisk) (56-58 %), mens de to injiserte gruppene hadde relativt lik vannbindingsevne på henholdsvis 43-46 % og 42-48 %.



**Figur 3.10. Vanninnhold, askeinnhold og vannbindingsevne (prosentvis gjenværende vekt av vann etter sentrifugering per g muskel) for saltfilet lagret i 5 uker produsert av ferskt råstoff. Fileter saltet med injisering + pickelsalting, injisering + lakebad, pickelsalting (1:5 forhold lake:fisk) og pickelsalting tilsatt 0, 0,4, 0,8 eller 1,6 % fosfat. (N=3).**

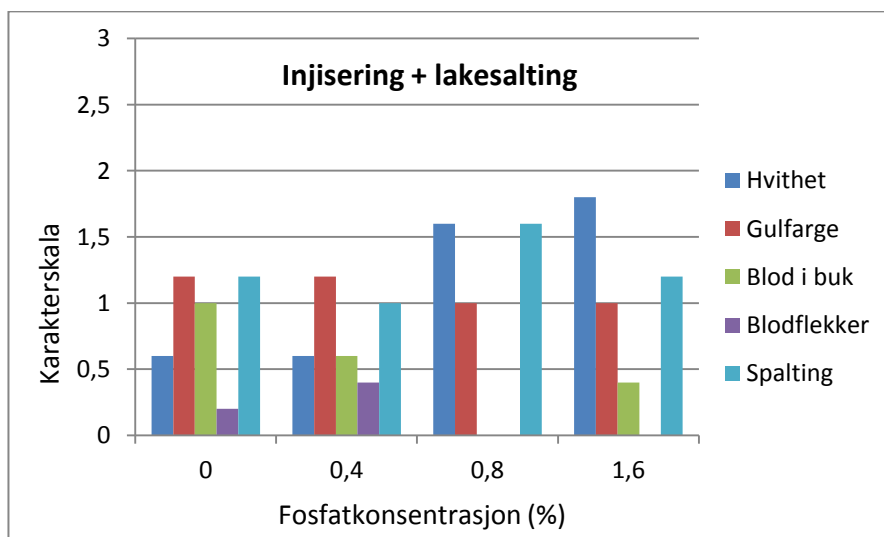
I de sensoriske vurderingene av fullsaltet filet ble egenskapene hvithet, gulffarge, blod, spalting og lukt vurdert i fellesskap av fire trente dommere. Alle grupper ble vurdert som saltmoden og hadde naturlig saltfisklukt. For noen av del-gruppene ble det imidlertid registrert en svak lukt av "gammelt saltfisklager", men ingen systematiske forskjeller ble registrert.

For injisert og pickelsaltet gruppe ble det ikke registrert entydige trender mellom undergruppene. Gruppen 0,4 % fosfat ble vurdert som best på grunn av lysest grunnfarge og gruppen 0,8 % som dårligst på grunn av mørkest farge og mest spaltet (Fig. 3.11).



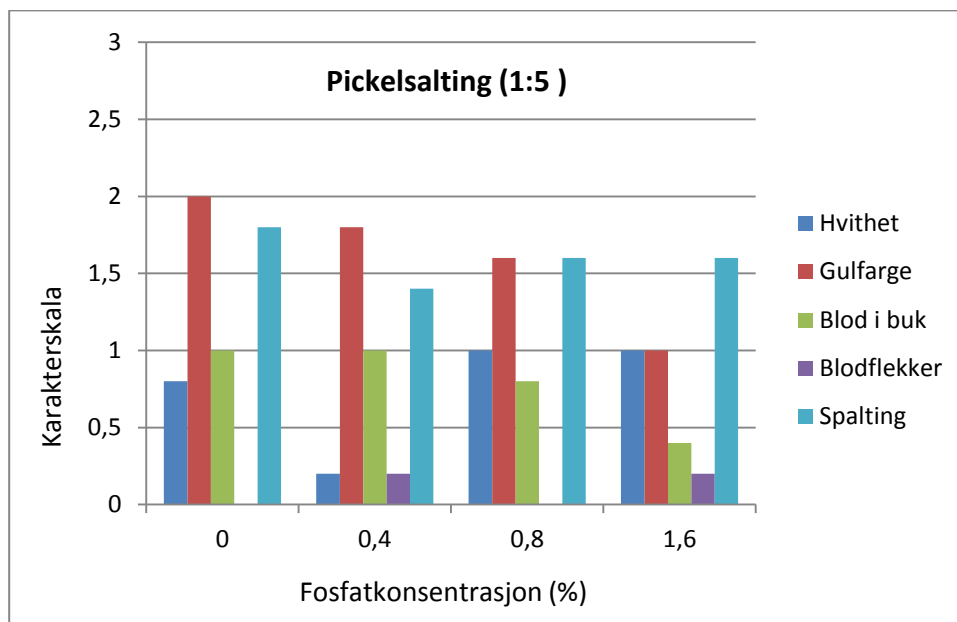
**Figur 3.11.** Sensorisk evaluering av hel saltfilet injisert før pickel- og tørrsalting i totalt 5 uker. Økning i verdi angir økt hvithet, gulfarge eller spalting (0-3). Blod i buk angis som 1 (blod i buk) eller 0 (ikke blod i buk). Blodflekker angis med 1 dersom det er blodflekk på fileten og 0 dersom det ikke er blodflekk(er) på fileten. Figuren viser gjennomsnittsverdier av fem fileter per gruppe.

Injisert og lakesaltet gruppe ble vurdert som den beste gruppen kvalitetsmessig, med hviteste farge og lite blod i buker. Denne trenden økte med økt fosfatkonsentrasjon (Fig. 3.12). En annen observasjon var at andelen og intensiteten på rødfarge/blod i buk så ut til å bli redusert med økt fosfatkonsentrasjon.



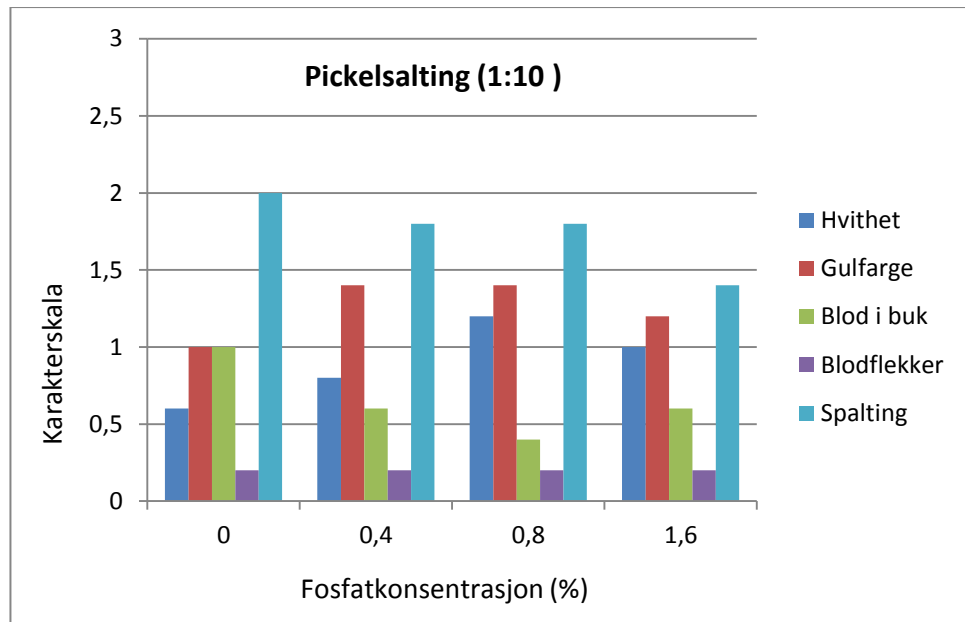
**Figur 3.12.** Sensorisk evaluering av hel saltfilet injisert, lakebehandlet i 24 timer før tørrsalting i 5 uker. Økning i verdi angir økt hvithet, gulfarge eller spalting (0-3). Blod i buk angis som 1 (blod i buk) eller 0 (ikke blod i buk). Blodflekker angis med 1 dersom det er blodflekk på fileten og 0 dersom det ikke er blodflekk(er) på fileten. Figuren viser gjennomsnittsverdier av fem fileter per gruppe.

Pickelsaltet gruppe (forhold 1:5 forhold lake:fisk) ble generelt vurdert som mindre hvit og mer gul enn de to injiserte gruppene. Visuelt ble gruppene 0,8 og 1,6 % fosfat vurdert som de beste og dette indikeres også i Fig. 3.13 der hvithet øker og gulfarge reduseres med økt fosfatkonsentrasjon. Figuren viser også at intensitet på gulfarge er høyere enn i injiserte grupper. Intensiteten på blod i buk reduseres også ved økt konsentrasjon av fosfat.



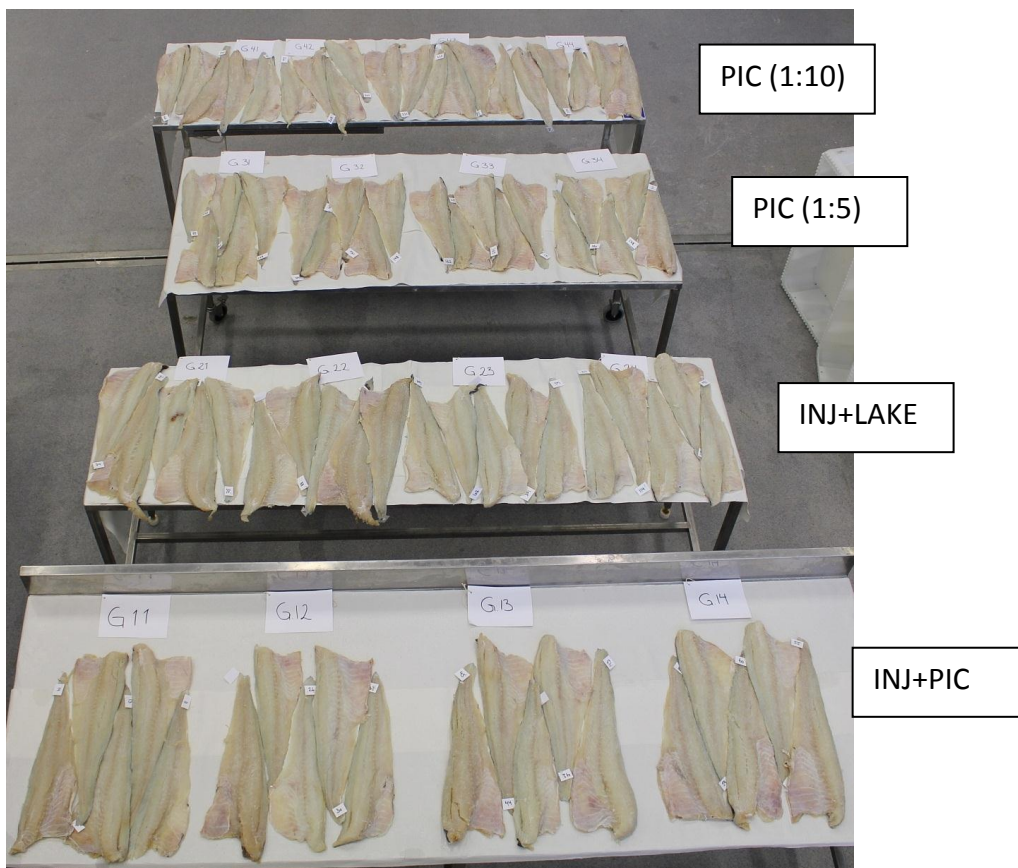
**Figur 3.13.** Sensorisk evaluering av hel saltfilet pickelsaltet med lake (6 liter) i 1:5 forhold med fisk i to uker før tørrsalting i 3 uker. Økning i verdi angir økt hvithet, gulfarge eller spalting (0-3). Blod i buk angis som 1 (blod i buk) eller 0 (ikke blod i buk). Blodflekker angis med 1 dersom det er blodflekk på fileten og 0 dersom det ikke er blodflekk(er) på fileten. Figuren viser gjennomsnittsverdier av fem fileter per gruppe.

Pickelsaltet gruppe med minst lake (forhold 1:5 forhold lake:fisk) ble vurdert som lik den andre pickelsaltede gruppen, men her ble det ikke registrert en forbedret kvalitet ved økt fosfatbruk når alle fileter ble vurdert visuelt. Likevel viser den sensoriske evalueringen av de ulike kvalitetsparameterne tendenser til at både hvitfarge øker og blod i buk reduseres ved økt fosfatkonsentrasjon, mens gulfarge har en økende trend (Fig. 3.14). Dette er også den eneste gruppen der en kan se en viss sammenheng mellom spalting og fosfatbehandling, der økt fosfatkonsentrasjon kan se ut til å gi en liten reduksjon i spalting.



**Figur 3.14. Sensorisk evaluering av hel saltfilet pickelsaltet med lake (3 liter) i 1:10 forhold til fisk i to uker før tørrsalting i 3 uker. Økning i verdi angir økt hvithet, gulffarge eller spalting (0-3). Blod i buk angis som 1 (blod i buk) eller 0 (ikke blod i buk). Blodflekker angis med 1 dersom det er blodflekk på fileten og 0 dersom det ikke er blodflekk(er) på fileten. Figuren viser gjennomsnittsverdier av fem fileter per gruppe.**

Fig. 3.15 viser en samlet oversikt over alle fullsaltede grupper. Det var en tendens (som vises noe dårlig på bildet) til at de injiserte gruppene skilte seg ut som hvitere og mindre gul enn de pickelsaltede gruppene. Det er også en tendens til at økt fosfatkonsentrasjon (mot høyre) gir lysere fileter for injiserte grupper.



**Figur 3.15. Saltfileter fra alle grupper etter 40 døgns salting (n=5). Økende fosfatstyrke fra venstre til høyre. Fem fileter per gruppe.**

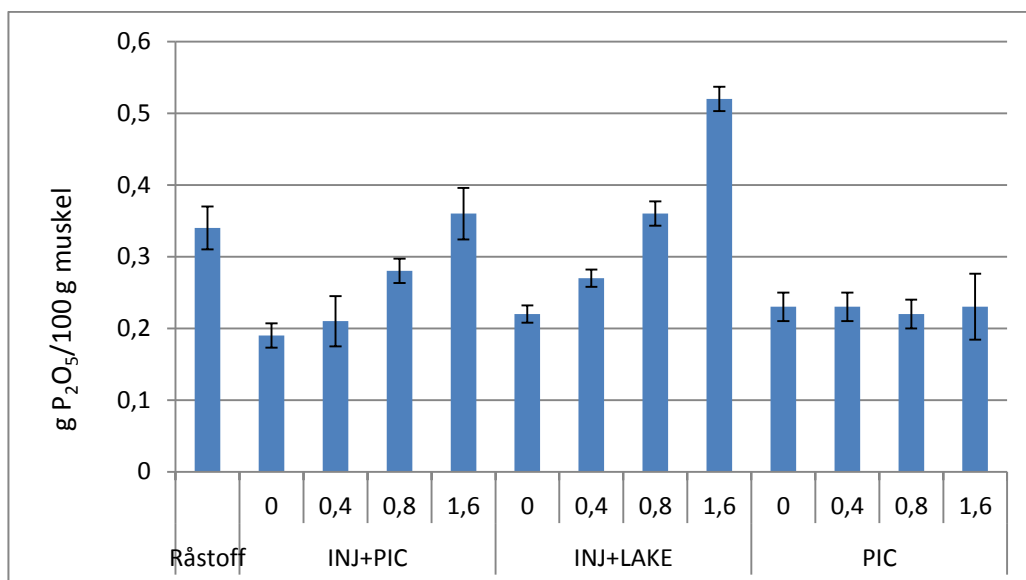
Saltinnholdet i fullsaltede grupper lå på 18,9-20,2 %, der de injiserte gruppene inneholdt rundt 1 % mer salt enn gruppen som kun var pickelsaltet. Det ble ikke observert noen effekt av fosfatkonsentrasjon på saltinnhold. Fullsaltet fisk inneholdt rundt 250 mg kalsium/kg muskel, og 500 mg magnesium/kg muskel. Jern og kobberinnhold for fullsaltede fileter varierte mye.

Bestemmelser av oksidering av råstoff ga peroxid-verdier på under 2 meq.  $O_2$ /kg fett. Fullsaltede grupper inneholdt i gjennomsnitt 14-33 meq.  $O_2$ /kg fett, men det var store forskjeller mellom prøvene, fra under 2 til over 120 meq.  $O_2$ /kg fett. TBA-verdiene lå for fullsaltede prøver på under 3 mg/kg muskel. Det ble ikke funnet noen entydige trender for oksidasjon med hensyn til fosfattilsetning.

Jerninnholdet lå på 10,4 mg/kg for råstoffet med variasjoner fra 5 til 25 mg/kg (Fe). For de saltede gruppene lå nivået på rundt 1-2 mg/kg, men med enkeltfisk opppe i 25 mg/kg. Det ble ikke funnet entydige forskjeller mellom behandlingen med og uten fosfat. Kobberinnholdet var på rundt 0,1 mg/kg for råstoffet og de fullsaltede produktene, men med enkeltfisk som hadde over 0,3 mg/kg. Det ble ikke funnet entydige trender med hensyn til fosfatbehandlingen. Alle resultater fra kjemiske analyser av ferskt råstoff og lett- og fullsaltet filet fra ferskt råstoff er vist i Vedlegg 3.



Fosfatinnholdet i råstoffet var 0,34 g P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/100g. Det ble registrert en økning i fosfatinnhold med økt fosfatstyrke for de to injiserte gruppene (Fig 3.16), mens for pickelsaltede grupper ble ingen økning registrert. Det ble i svært liten grad registrert restverdier av di- og trifosfat i prøvene som var fullsaltet, og det aller meste av fosfatet hadde blitt spaltet til monofosfat (Vedlegg 3).

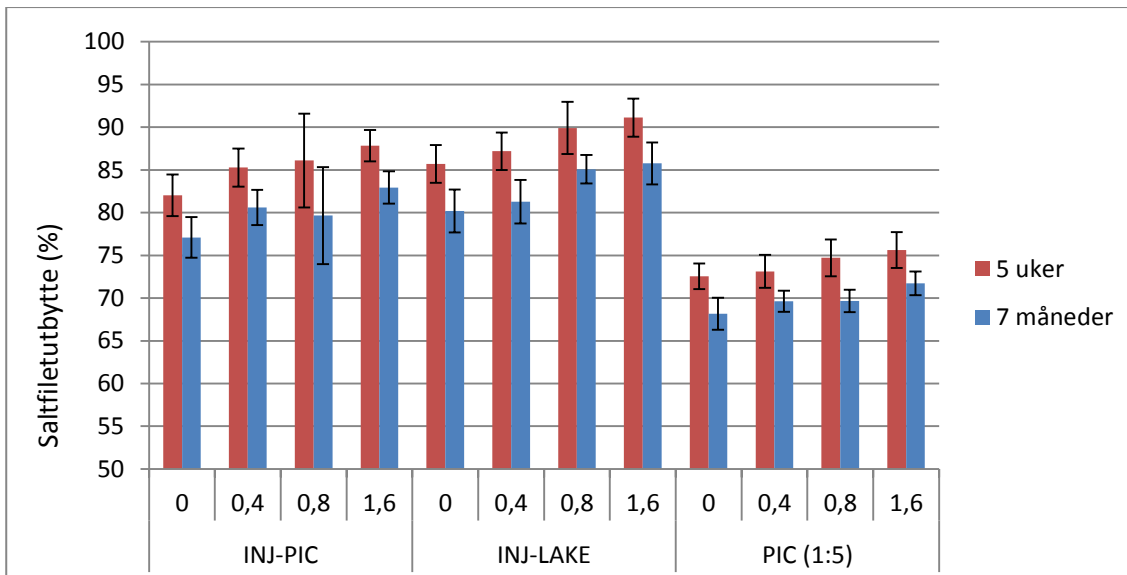


**Figur 3.16. Fosfatinnhold (P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) i g/100g fullsaltede fileter etter 40 døgns salting. Fileter saltet med injisering+pickelsalting, injisering+lakebad og pickelsalting (1:5 forhold lake:fisk) tilsatt 0, 0,4, 0,8 eller 1,6 % fosfat. Gjennomsnitt (±SD) for 3 fileter vist.**

### 3.1.4 Resultater fra uttak etter 7 måneders lagring som saltfisk

Etter lagring i 7 måneder i kartong ble de resterende 9 saltfileter per gruppe undersøkt på samme måte som etter 5 ukers lagring.

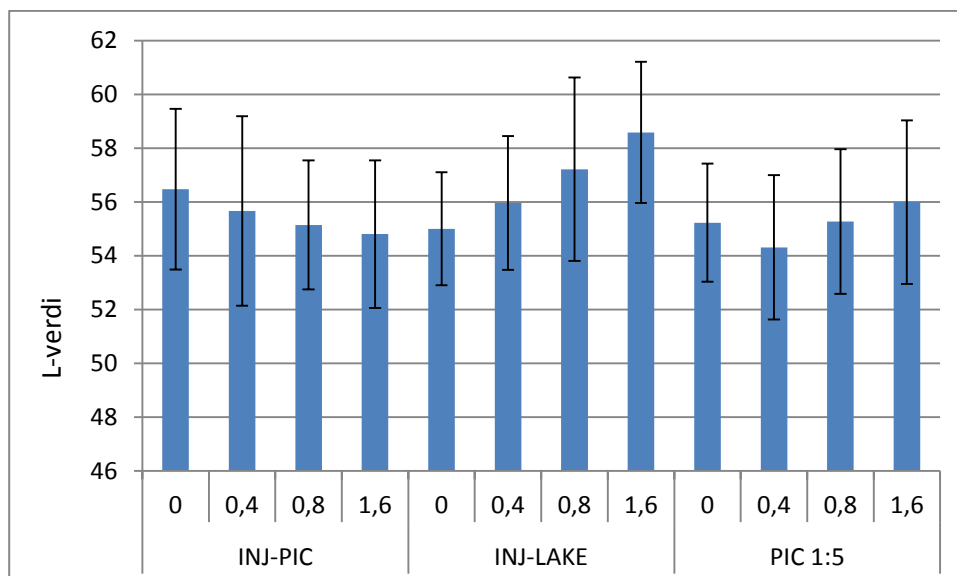
Utbyttmålingene viste samme trender som ved måling etter 5 uker, med et utbytte på 77 - 83 % for injisert og pickelsaltet gruppe, 80 - 86 % for injisert og lakesaltet gruppe 2 og 68 - 72 % for pickelsaltet (1:5) gruppe. I alle tre grupper var trenden at utbyttet økte med økt fosfatkonsentrasjon (Fig. 3.17).



**Figur 3.17.** Saltfiletutbytte i % av råstoffvekt etter 5 uker og 7 måneders lagring. Fileter saltet med injisering+pickelsalting, injisering+lakebad og pickelsalting (1:5 forhold lake:fisk) tilsatt 0, 0,4, 0,8 eller 1,6 % fosfat. Gjennomsnitt ( $\pm$ SD) for 9 fileter vist.

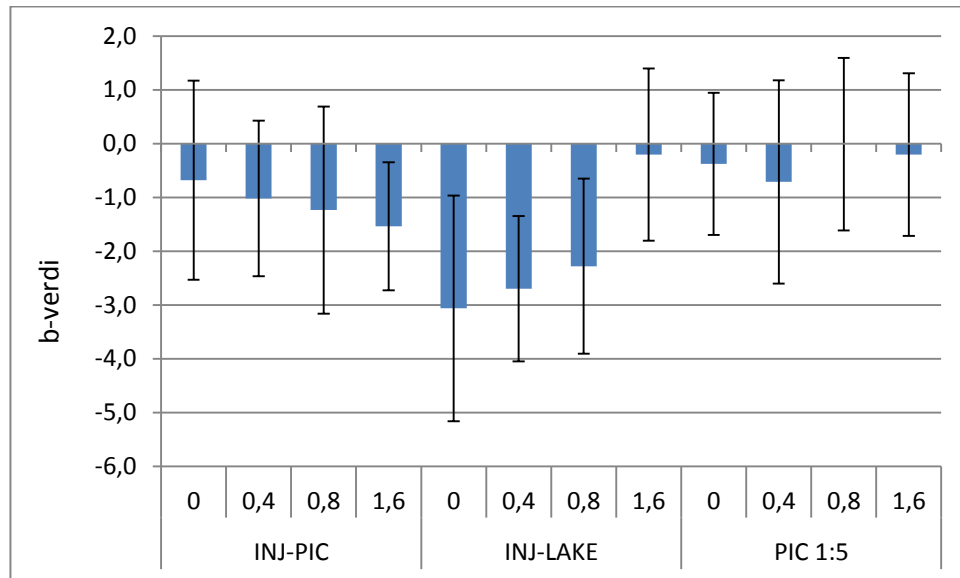
pH i tykkfisk ble målt til å ligge stabilt på  $7,0 \pm 0,1$  for alle grupper.

Resultatene fra instrumentell fargemåling viste at L-verdien lå på 54 til 58 (gjennomsnitt) for alle grupper (Fig. 3.18). Injisert og pickelsaltet gruppe viste en nedadgående trend i L-verdi med økt fosfatstyrke, fra 56,5 til 54,8. Det motsatte var tilfellet for injisert og lakesaltet gruppe der L-verdien økte fra 55,0 til 58,6. På grunn av store standardavvik er resultatene usikre.



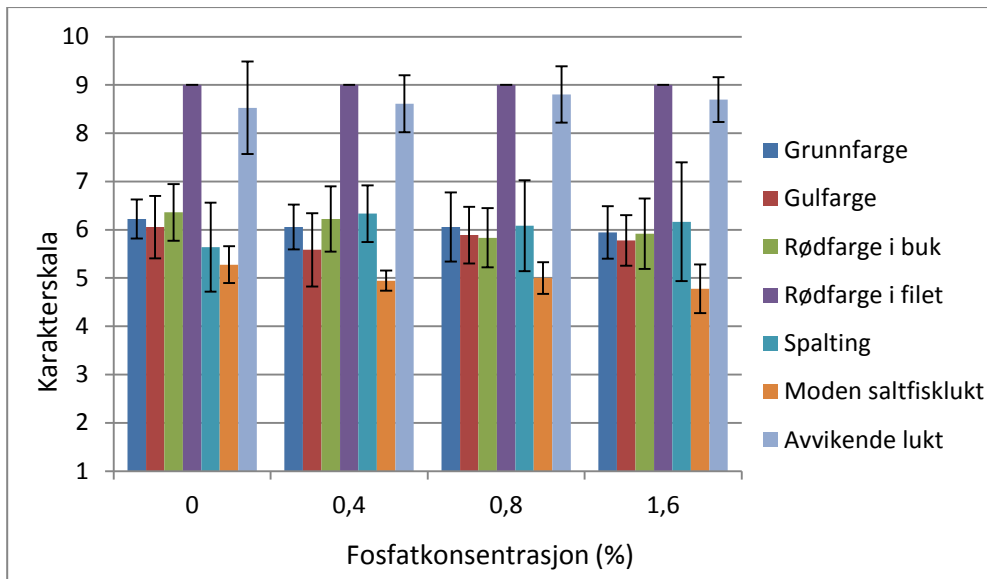
**Figur 3.18.** Instrumentell måling av lyshet (L-verdi) på lagret saltfilet. Fileter saltet med injisering+pickelsalting, injisering+lakebad og pickelsalting (1:5 forhold lake:fisk) tilsatt 0, 0,4, 0,8 eller 1,6 % fosfat. For hver av filetene i hver gruppe ble tre punkter på fileten målt. Økende hvithet med høyere verdi. Gjennomsnitt ( $\pm$ SD) for 9 fileter vist.

For fileter i injisert og pickelsaltet gruppe viste b-verdien en svak avtakende gulning med økt fosfat styrke fra -0,7 til -1,5. Det motsatt ble registrert for injisert og lakesaltet gruppe der gulningen økte fra -3,1 til -0,2. For pickelsaltet gruppe lå alle grupper i området -0,7 til 0,0 (Fig. 3.19). Store standardavvik gjør at resultatene av målingene er noe usikre.



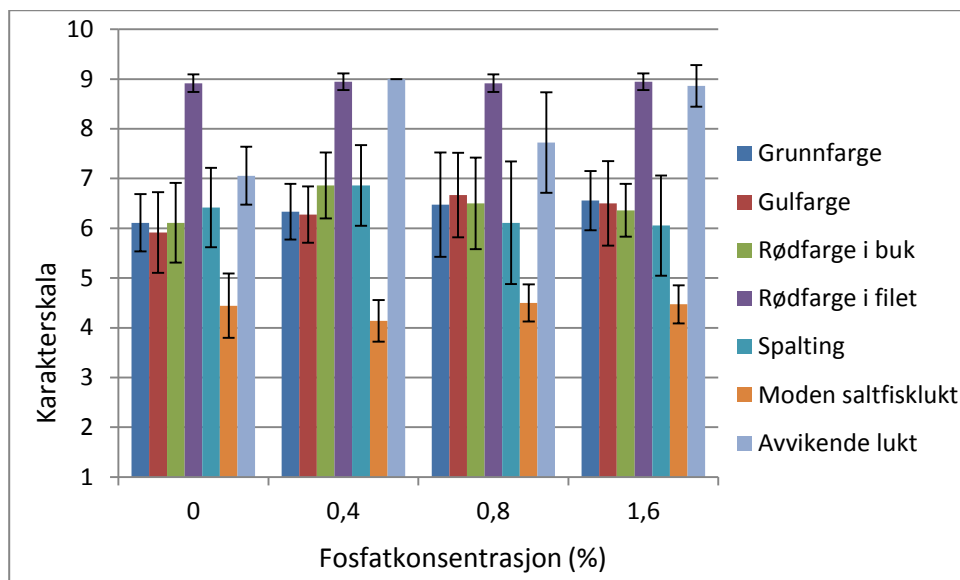
**Figur 3.19.** Instrumentell måling av gulfarge (b-verdi) på lagret saltfilet. Fileter saltet med injisering+pickelsalting, injisering+lakebad og pickelsalting (1:5 forhold lake:fisk) tilsatt 0, 0,4, 0,8 eller 1,6 % fosfat. For hver av filetene i hver gruppe ble tre punkter på fileten målt. Økende hvithet med høyere verdi. Gjennomsnitt (±SD) for 9 fileter vist.

De sensoriske vurderingene av fisk fra injisert og pickelsaltet gruppe viste små forskjeller mellom de ulike fosfatstyrkene (Fig. 3.20). Det ble registrert en svak trend til at grunnfarge (hvithet), gulfarge, rødfarge i buk og moden saltfisklukt fikk en lavere verdi med økt fosfatstyrke. Det ble også registrert noe avvikende lukt som ble beskrevet som rå kjøttlukt.



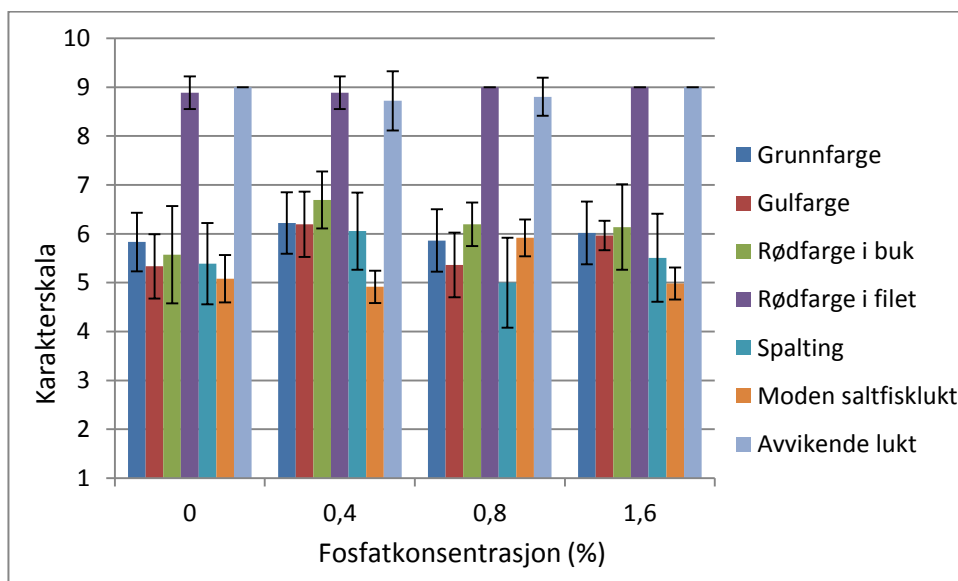
Figur 3.20. Sensorisk evaluering av hel saltfilet etter 7 måneders kjølelagring. Saltemetode er injisering etterfulgt av pickelsalting. Gjennomsnittsverdier for 4 dommere på en skala fra 1 (dårligst kvalitet) til 9 (best) (N=9±SD per gruppe).

For injisert og lakesaltet gruppe ble det registrert en økning i verdien på grunnfarge og gulfarge med økt fosfatstyrke. Gruppe 0,4 % fosfat skilte seg ut med høyeste verdier for rødfarge i buk, spalting og avvikende lukt. Det ble registrert innslag av avvikende lukt for kontrollgruppe og 0,8 % fosfat, mens moden saltfisklukt var relativ lik for alle grupper (Fig. 3.21).



Figur 3.21. Sensorisk evaluering av hel saltfilet etter 7 måneders kjølelagring. Saltemetode er injisering, lakebad i 24 timer etterfulgt av tørrsalting. Gjennomsnittsverdier for 4 dommere på en skala fra 1 (dårligst kvalitet) til 9 (best) (N=9±SD per gruppe).

For pickelsaltet gruppe var forskjellen mellom fosfatkonsentrasjonene små. Gruppe 0,4 % skilte seg noe ut ved å score bedre på flere parametere, mens det ikke ble registrert avvikende lukt av betydning for noe av gruppene (Fig. 3.22).



**Figur 3.1. Sensorisk evaluering av hel saltfilet etter 7 måneders kjølelagring. Saltemetode er pickelsalting. Gjennomsnittsverdier for 4 dommere på en skala fra 1 (dårligst kvalitet) til 9 (best) (N=9±SD per gruppe).**

Alle grupper ble rangert felles når de lå som vist på bildet under (Fig. 3.23). For gruppen som ble injisert og pickelsaltet ble fisken vurdert som dårligere med økt fosfatstyrke. I injisert og lakesaltet gruppe 2 var 0,4 % best, etterfulgt av 1,6, 0,8 og kontroll basert på gulffarge. For pickelsaltet gruppe var 0,4 % best etterfulgt av kontroll, 0,8 og 1,6 % på grunn av gulffarge i loins og nakke. Når hovedgruppene ble sammenlignet kom injisert og pickelsaltet noe bedre ut enn injisert og lakesaltet mens pickelsaltet skilte seg ut som klart dårligst. Injisert og pickelsaltet filet hadde lysere og mindre gule nakker enn injisert og lakesaltet filet.

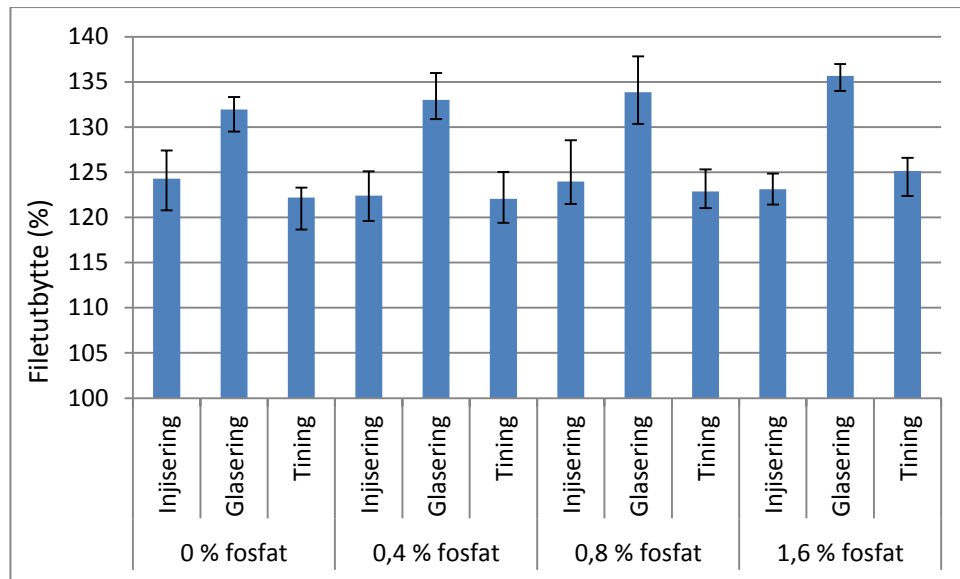


**Figur 3.2.** Saltfileter fra alle grupper etter 7 måneders lagring (N=9). Økende fosfatkonsentrasjon fra 0 % (kontroll) til 1,6 % fra venstre til høyre.

### 3.1.5 Småskalaforsøk med lettsalting av torskefilet

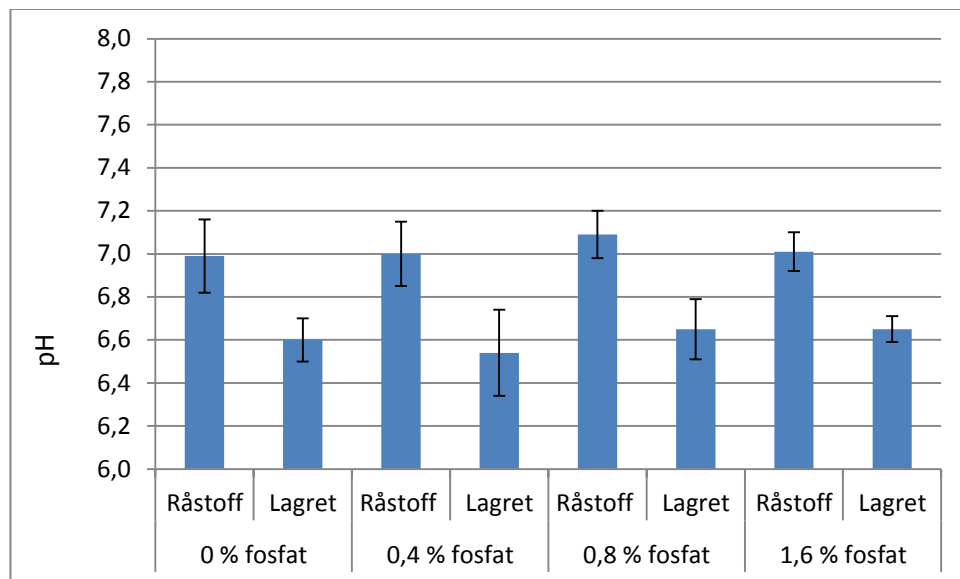
Temperaturen i fileter før injisering ble målt til  $4,7 \pm 0,7$  °C. Etter injisering ble temperaturen målt til  $5,0 \pm 0,7$  °C. Temperaturen på laken som ble injisert var 2,8 °C. Vektøkningen etter injisering var på  $23,7 \% \pm 0,9 \%$  (n = 40). Lettsaltede fileter ble etter 3 måneders fryselagring tint på rist ved 1-2 °C i ca. 24 timer. Resultatene fra vektutbytte, pH-måling og fargemåling vises i Fig. 3.24-3.26.

Vektutbytte etter injisering var likt for alle grupper (122-124 %) (Fig. 3.24). Etter avrenning, innfrysing, glasering og fryselagring var utbyttet lavest for kontrollgruppen (0 % fosfat) med 133 % og høyest for gruppen 1,6 % fosfat (136 %). Etter tining ble det registrert samme trend. Utbytte lå på 122 % for kontroll og økte svakt til 125 % for gruppe 1,6 % fosfat.



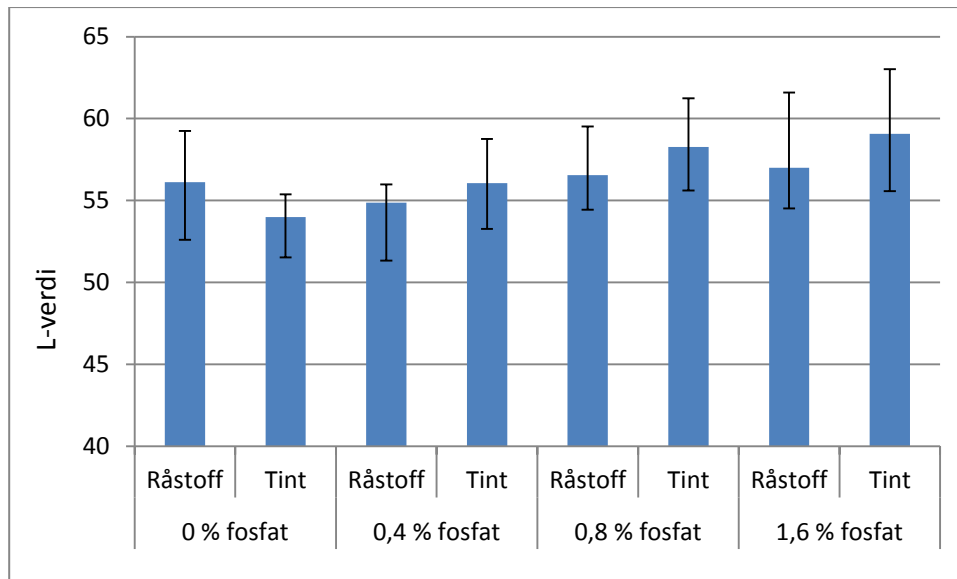
**Figur 3.24. Vektutbytte basert på råstoffvekt for fileter etter injisering (N=10), glasering (før tining) (N=4) og etter tining (N=4). Fileter injisert med 0, 0,4, 0,8 eller 1,6 % fosfat.**

pH på råstoff lå på 7,0 til 7,1 for alle grupper mens lettsaltede grupper lå mellom 6,5 og 6,7 (Fig. 3.25).



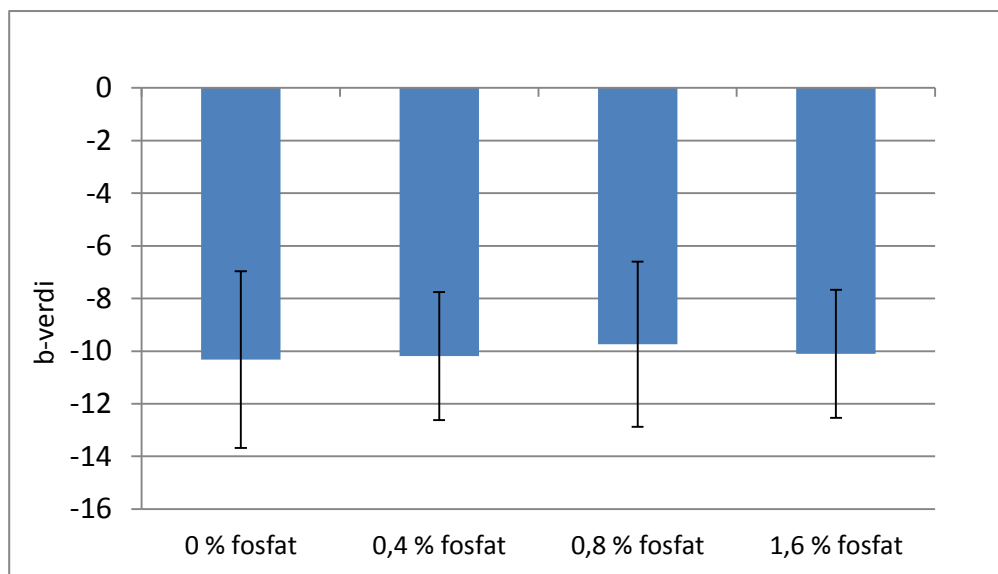
**Figur 3.3. pH i loins for råstoff (n=10) og lettsaltet filet etter tining (n=4). Grupper injisert med lake tilsatt 0, 0,4, 0,8 og 1,6 % fosfat.**

Fargemålingene av råstoffet ga en lyshet på 56-57 (Fig. 3.26). For tinte lettsaltede fileter var trenden av L-verdien økte med økt fosfatkonsentrasjon fra 54,0 til 59,1.



**Figur 3.26.** Instrumentell måling av lyshet (L-verdi) på råstoff (N=10) og etter tining (N=4). For hver av filetene i hver gruppe ble tre punkter målt. Økende lyshet med høyere L-verdi.

Intensiteten på gulffarge (b-verdi) lå på rundt -10 for alle grupper (Fig 3.27).



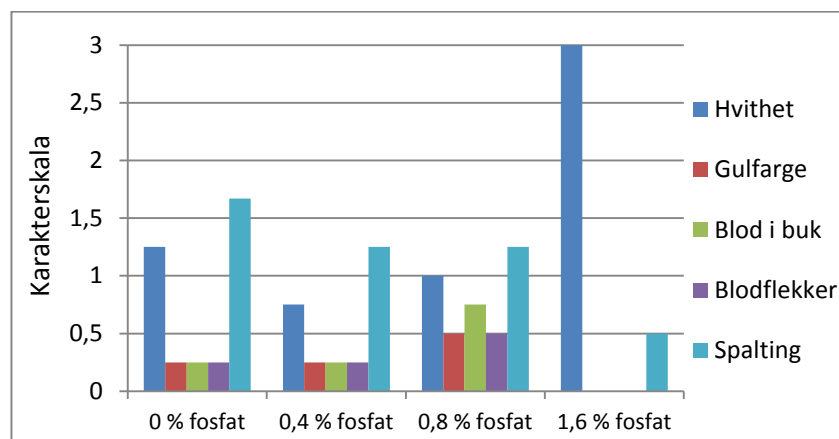
**Figur 3.27.** Instrumentell måling av gulffarge (b-verdi) på lettsaltet filet etter tining (N=10) For hver av filetene i hver gruppe ble tre punkter målt. Økende intensitet på gulffarge med økt positiv verdi.

Videre ble fire fileter per gruppe sensorisk vurdert etter samme skjema som saltfilet. En rangering av gruppene gjort av 6 dommere viste at gruppen tilsatt mest fosfat (1,6 % fosfat) ble vurdert som hvitest og med best utseende. Deretter fulgte de tre andre gruppene som var vanskelig å skille.

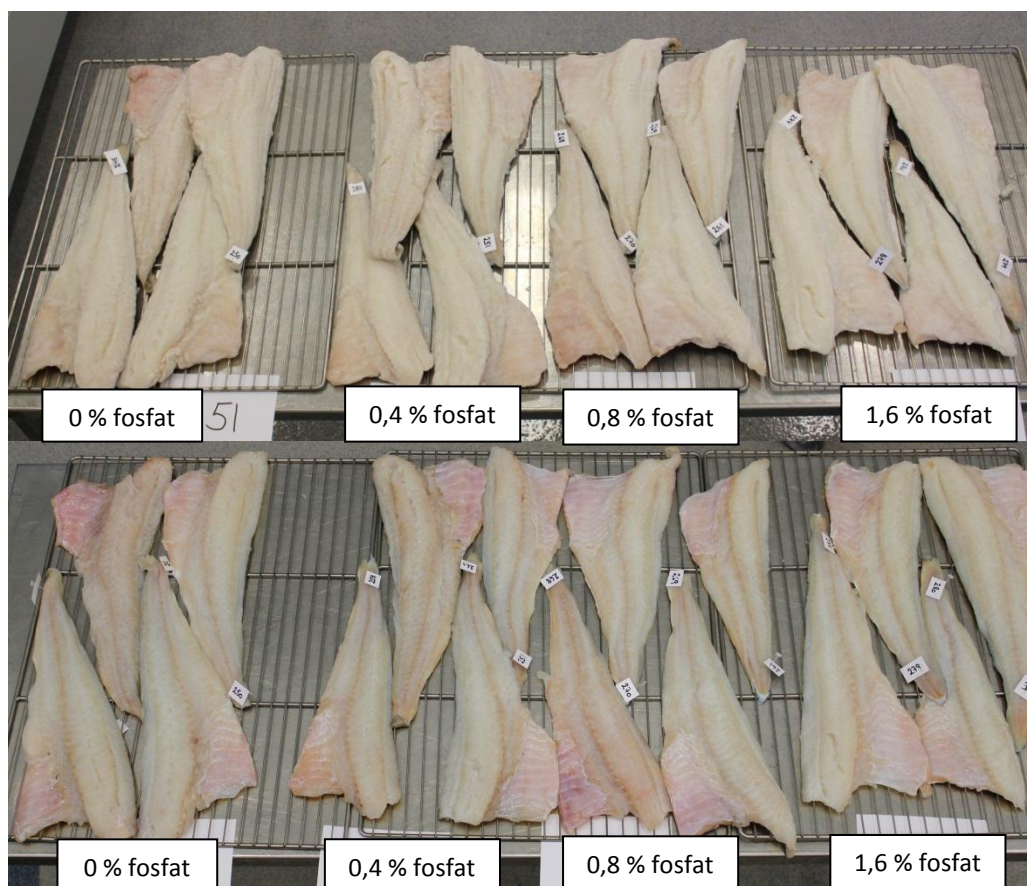
Resultatene fra den sensoriske vurderingen viste som rangeringen at kontrollgruppe og 0,4 og 0,8 % fosfat var relativt like. Gruppen tilsatt mest fosfat skilte seg derimot tydelig ut som hvitest, med minst blod, lavest intensitet av gul og minst spaltet. alle



Gruppen tilsatt mest fosfat skilte fra de andre gruppene ved å ikke ha blod eller gulfarge (Fig. 3.28 og 3.29).

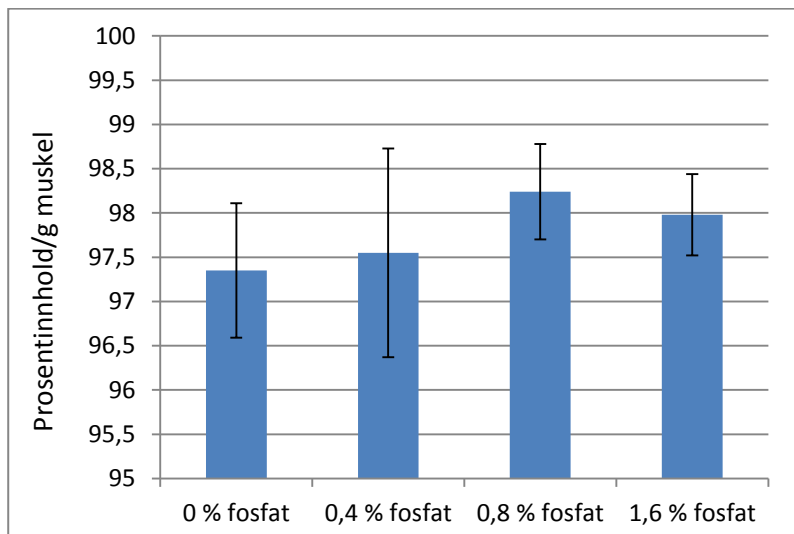


**Figur 3.4. Sensorisk evaluering av tint lettsaltet filet injisert med saltlake på 17 Be<sup>o</sup> før innfrysing. Kontroll uten fosfattilsetning og tre grupper med henholdsvis 0,4 %, 0,8 % og 1,6 %) fosfat tilsatt i injisert saltlake. Fryselagingsstid ved -30 °C var 3 måneder. Økning i verdi angir økt hvithet, gulfarge eller spalting (0-3). Blod i buk angis som 1 (blod i buk) eller 0 (ikke blod i buk). Blodflekker angis med 1 dersom det er blodflekk på fileten og 0 dersom det ikke er blodflekk(er) på fileten. Figuren viser gjennomsnittsverdier av fire fileter.**



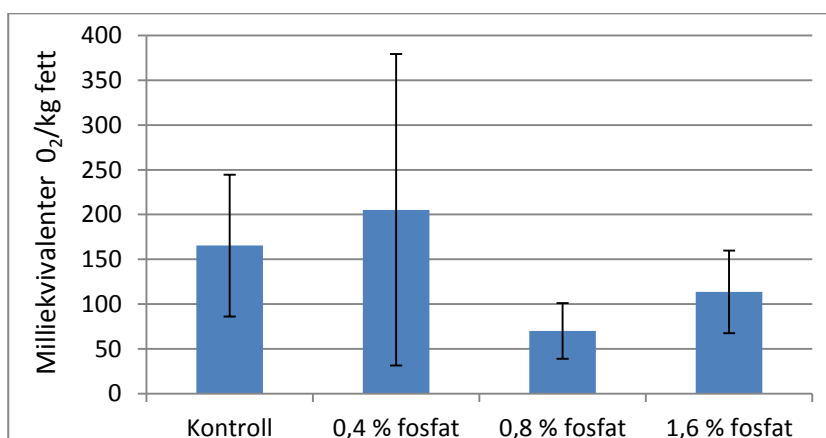
**Figur 3.5. Lettsaltede fileter før tining (øverst) og etter tining (nederst). Grupper injisert med lake tilsatt 0, 0,4, 0,8 og 1,6 % fosfat. Fire fileter per gruppe.**

Vanninnholdet lå på 83-84 % mens askeinnholdet lå på 4,6-4,9 %. Vannbindingsevnen på lå 97-98 % for alle grupper (Fig. 3.30).



**Figur 3.30. Vannbindingsevne (prosentvis rest av vann etter sentrifugering/g muskel) i lettsaltede fileter. Grupper injisert med lake tilsatt 0, 0,4, 0,8 og 1,6 %. Gjennomsnitt ± SD for tre fileter per gruppe vist.**

Lettsaltede fileter hadde et gjennomsnittlig saltinnhold på 4,5 %. Lettsaltede prøver inneholdt ca. 130 mg kalsium/kg og ca. 185 mg magnesium/kg muskel. Kobbernivået for de lettsaltede gruppene var <0,5 mg/kg, mens jerninnholdet varierte fra <1,0 – 3,2 mg/kg muskel uten sammenheng med fosfatkonsentrasjon. Det ble for kontrollgruppen funnet et fosfatinnhold på 0,26 P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/100g. Innholdet økte med økende fosfatkonsentrasjon til 0,44 P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/100g. Det ble i svært liten grad registrert restverdier av di- eller trifosfat i de lettsaltede prøvene, og det aller meste av fosfatet hadde blitt spaltet til monofosfat. I lettsaltede prøver ble det målt fra 40 – 400 meq. O<sub>2</sub>/kg, med et gjennomsnitt på 139 meq. O<sub>2</sub>/kg fett. Det var en tendens til at fosfattilsetning reduserte oksidasjonen i prøvene (Fig. 3.31). TBA-verdiene var lave, med verdier under 1,0 mg/kg muskel.



**Figur 3.31. Oksidasjon målt som peroksid-verdi (Milliekvivalenter O<sub>2</sub>/kg fett) i lettsaltede fileter (n=3). Grupper injisert med lake tilsatt 0, 0,4, 0,8 og 1,6 % fosfat.**

Jerninnholdet i lettsaltede grupper etter tining lå på 1-3 mg/kg uten noen tydelig effekt av fosfatbehandling. Det samme gjaldt for kobber der alle prøver lå under deteksjonsgrensen på 0,5 mg/kg.

## **3.2 Forsøk med fryst råstoff**

### **3.2.1 Råstoff**

Vekten på filetene var i gjennomsnitt 917 gram og filetutbytte var på 66,7 %. pH for råstoffet lå i området 6,7-7,0. Vanninnholdet var på 80-82 % mens askeinnholdet lå på 0,6-1,06 %.

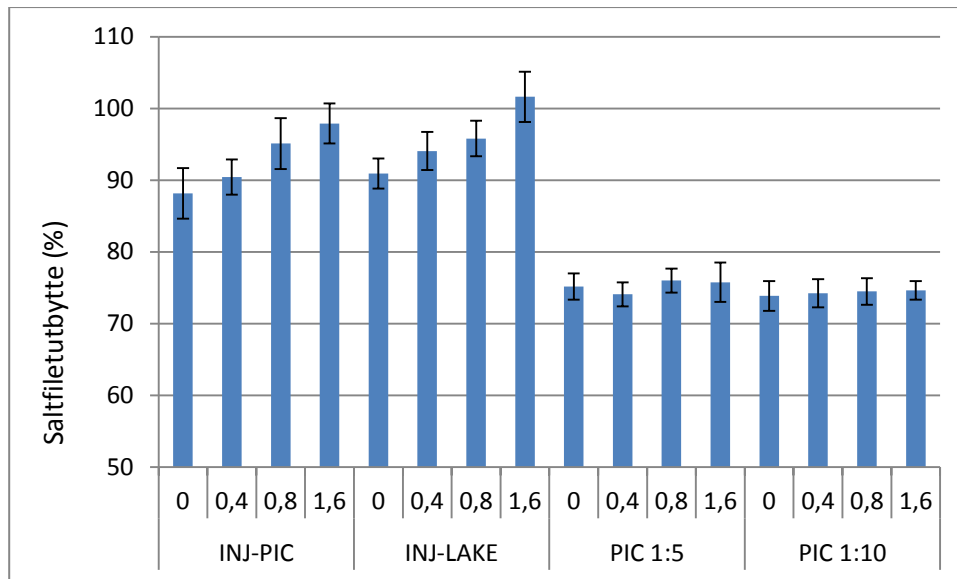
Råstoffet inneholdt 0,17 g/100 g salt. Gjennomsnittlig jerninnhold var 3,7 mg Fe/kg muskel, mens gjennomsnittlig fosfatinnhold ble målt til 0,31 g P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/100g. Råstoffet hadde høye peroksidnivåer, med et gjennomsnitt på over 300 meq.O<sub>2</sub>/kg fett. TBARS-verdiene for råstoffet lå på 2,0 mg/kg muskel.

### **3.2.2 Småskalaforsøk med fullsalting av torskefilet**

Ved start av forsøkene ble temperaturen i fisken før salting målt til  $3,3 \pm 0,5$  °C (Ebro TFX 410, Tyskland). Temperaturen på laken som ble injisert var  $6,1 \pm 0,3$  °C. Midt i forsøket ble temperaturen i filet etter injisering målt til  $6,7 \pm 1,0$  °C. pH i lakene var 7,6 for kontrollaken, 6,5 for 0,4 % fosfat, 6,7 for 0,8 % og 7,0 for 1,6 % fosfat. Temperaturen i lakebadet etter endt opphold (etter 24 timer) var  $3,5 \pm 0,2$  °C. Etter lakebadet ble det observert, som i forsøkene med ferskt råstoff, en tydelig blakking i lakebad tilsatt fosfat. Blakkingen ble ikke registrert i kontrollgruppen uten fosfat. Blakkingen avtok ved økt fosfatkonsentrasjon.

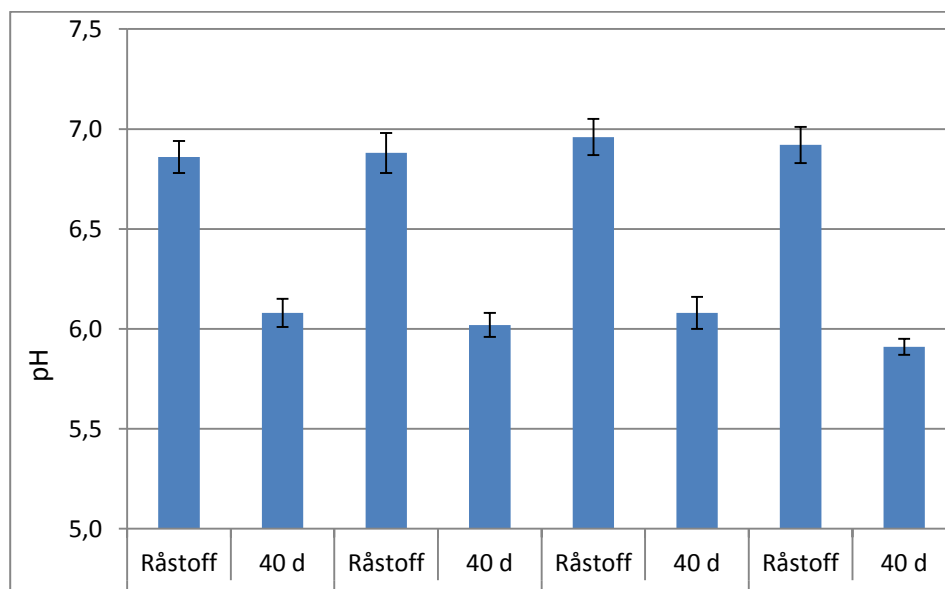
### **3.2.3 Resultater fra uttak etter 5 ukers salting**

Etter 5 ukers salting ble filetene tatt ut av tørrsalting og vurdert. Som i forsøket med ferskt råstoff virket både fisk og salt noe våtere dess høyere konsentrasjon av fosfat som hadde blitt brukt. Resultatet fra utbyttmålingene viste store forskjeller mellom hver gruppe. Begge injiserte grupper hadde en lik trend der økt fosfatkonsentrasjon gav økt utbytte. Dette ble ikke registrert for de pickelsaltede gruppene. De injiserte gruppene hadde høyest utbytte, i området 88 til 102 %. De to pickelsaltede gruppene var relativt like, med et utbytte fra 74 til 76 %. Størst forskjell mellom kontroll og behandlet gruppe ble registrert i injisert og lakebehandlet gruppe, med henholdsvis 91 og 102 % utbytte (Fig. 3.32).

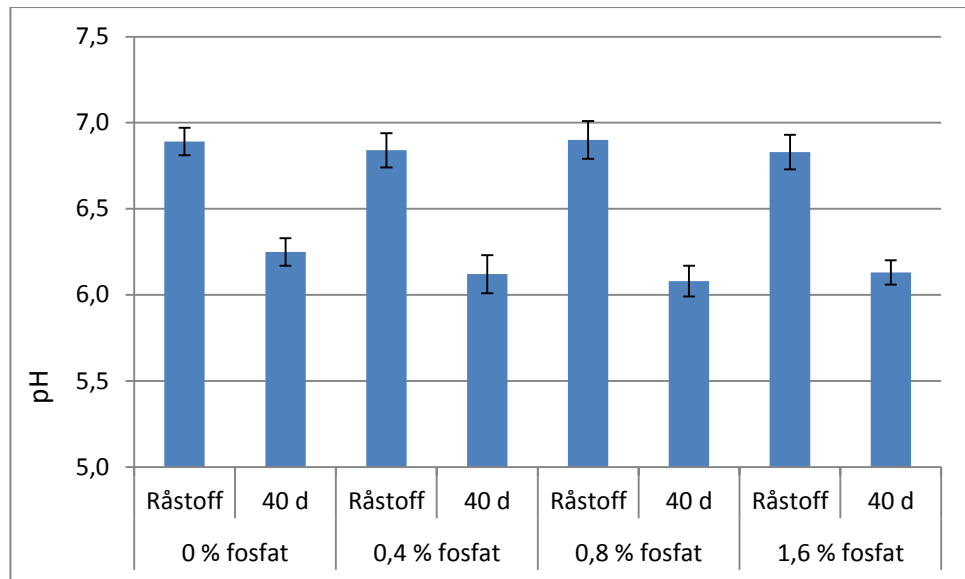


**Figur 3.32. Saltfiletutbytte i % av råstoffvekt etter 5 ukers lagring. Fileter saltet med injisering+pickelsalting, injisering+lakebad, pickelsalting (1:5 forhold lake:fisk) og pickelsalting (1:10 forhold lake:fisk) tilsatt 0, 0,4, 0,8 eller 1,6 % fosfat. Gjennomsnitt og standardavvik for 15 fisk per gruppe vist.**

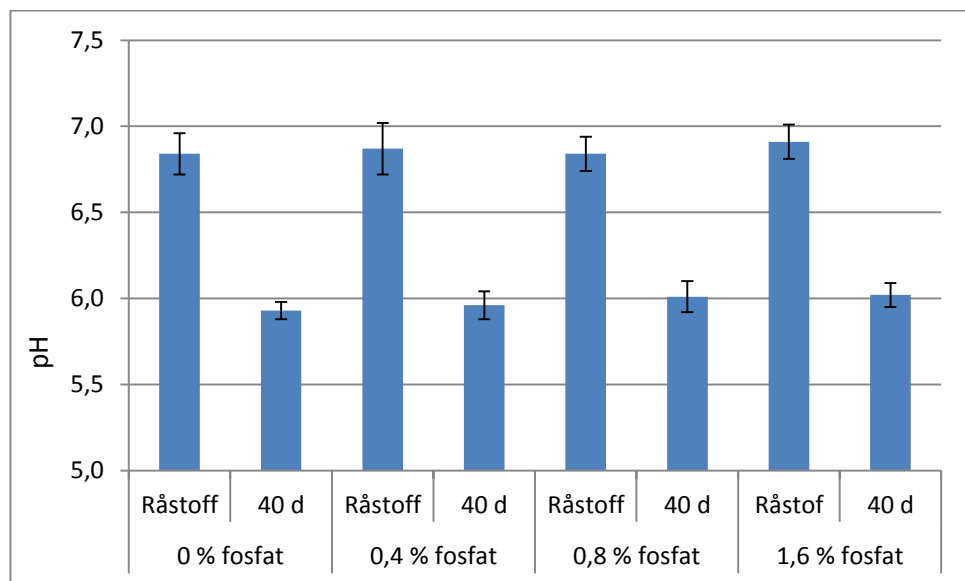
pH ble målt i nakken på hver filet i hver gruppe etter 5 ukers saltmodning. Etter saltmodning lå pH mellom 5,9 og 6,3 for alle grupper. For begge injiserte grupper ble det registrert en svak nedgang ved økt konsentrasjon av fosfat mens pH lå stabilt på 6,0 for grupper som ble pickelsaltet (Fig. 3.33-3.36).



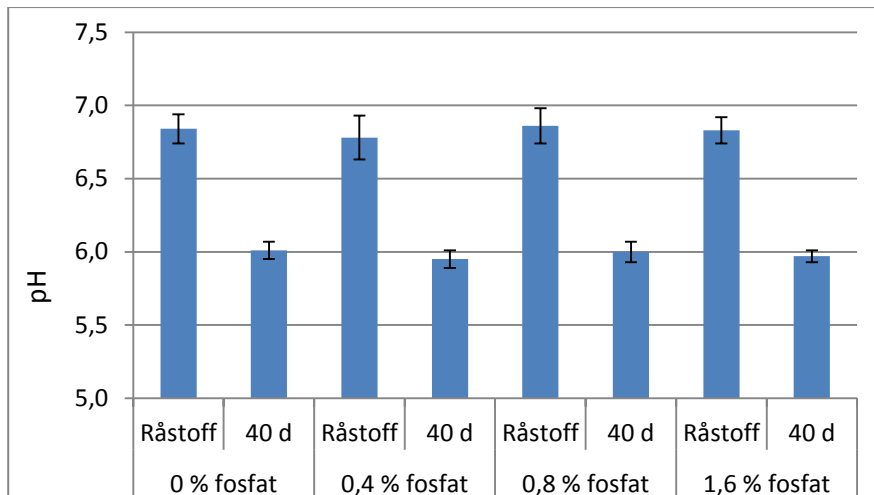
**Figur 3.33. pH i råstoff og for fullsaltet filet injisert etterfulgt av pickelsalting tilsatt 0, 0,4, 0,8 eller 1,6 % fosfat. Gjennomsnitt ± SD for 15 fisk per gruppe vist.**



**Figur 3.34. pH i råstoff og for fullsaltet filet injisert og lakesalte tilsatt 0, 0,4, 0,8 eller 1,6 % fosfat. Gjennomsnitt  $\pm$  SD for 15 fisk per gruppe vist.**

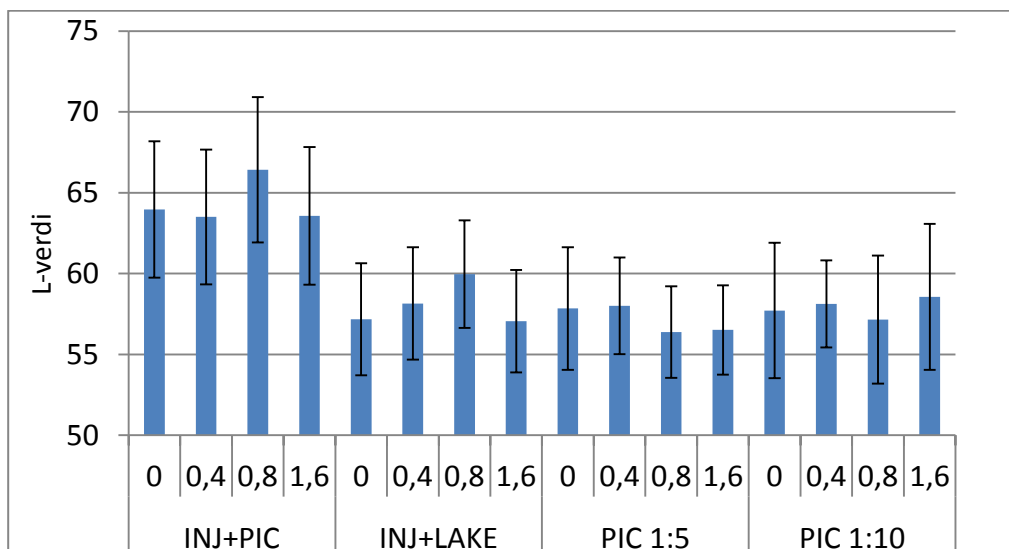


**Figur 3.35. pH i råstoff og for fullsaltet filet pickelsaltet med laketilsetning (6 liter) i forhold 1:5 med fisk. Fileter tilsatt 0, 0,4, 0,8 eller 1,6 % fosfat. Gjennomsnitt  $\pm$  SD for 15 fisk per gruppe vist.**



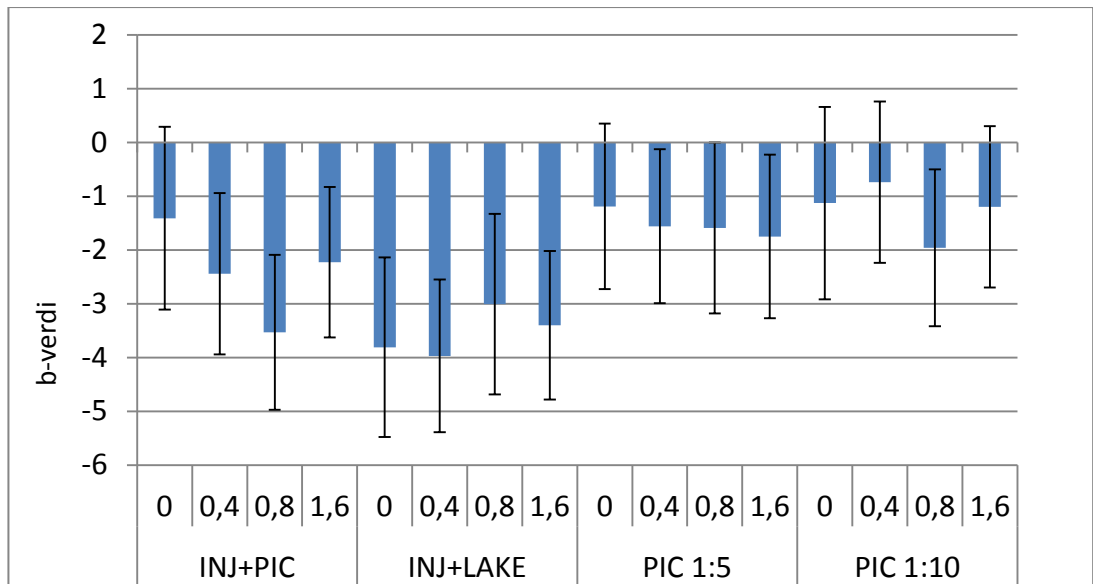
**Figur 3.36.** pH i råstoff og for fullsaltet filet pickelsaltet med laketilsetning (3 liter) i forhold 1:10 med fisk. Fileter tilsatt 0, 0,4, 0,8 eller 1,6 % fosfat. Gjennomsnitt  $\pm$  SD for 15 fisk per gruppe vist.

Resultatene fra instrumentell fargemåling av fullsaltet filet gav L-verdier fra 56,4 til 66,4, uten entydige sammenhenger mellom lyshet og fosfatkonsentrasjon. Injisert og pickelsaltet gruppe hadde de høyeste L-verdiene og lå i området 63,5 til 66,4. For injisert og lakesaltet gruppe lå L-verdiene mellom 57,1 og 60,0. De laveste L-verdiene ble registrert i pickelsaltet gruppe (1:5 forhold lake:fisk) (56,4-58,0). I den andre pickelsaltede gruppe (1:10 forhold lake:fisk) lå L-verdiene fra 57,2 til 58,6 (Fig. 3.37).



**Figur 3.37.** Instrumentell farge måling av hvithet (L-verdi) på saltfilet etter 5 ukers lagring. Fileter saltet med injisering+pickelsalting, injisering+lakebad, pickelsalting (1:5 forhold lake:fisk) og pickelsalting (1:10 forhold lake:fisk) tilsatt 0, 0,4, 0,8 eller 1,6 % fosfat. Gjennomsnitt  $\pm$  SD for 15 fisk per gruppe vist. For hver av de 15 filetene i hver gruppe ble tre punkter målt (N=45). Økende hvithet med høyere verdi.

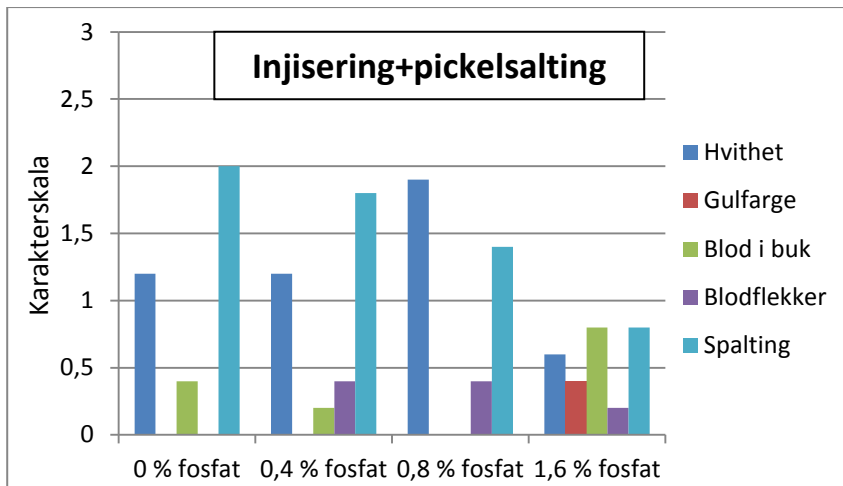
Det var en tendens til at de to pickelsaltede gruppene hadde noe høyere b-verdier (gulere) enn de to injiserte gruppene. Basert på standardavvik var det ingen forskjeller mellom gruppene (Fig. 3.38).



**Figur 3.38.** Instrumentell farge måling av gulfarge (b-verdi) på saltfilet etter 5 ukers lagring. Fileter saltet med injisering+pickelsalting, injisering+lakebad, pickelsalting (1:5 forhold lake:fisk) og pickelsalting (1:10 forhold lake:fisk) tilsatt 0, 0,4, 0,8 eller 1,6 % fosfat. Gjennomsnitt  $\pm$  SD for 15 fisk per gruppe vist. For hver av de 15 filetene i hver gruppe ble tre punkter målt (N=45). Økende gulfarge med høyere verdi.

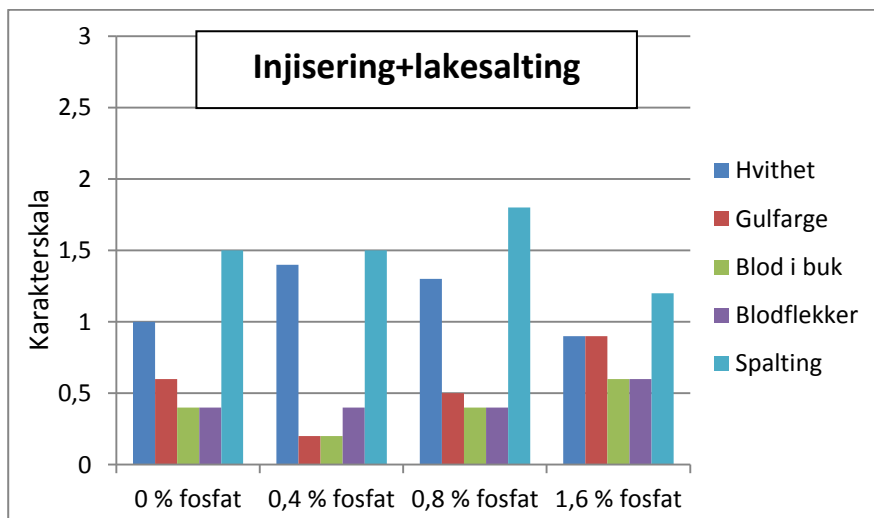
I de sensoriske vurderingene av fullsaltet filet ble egenskapene hvithet, gulfarge, blod, spalting og lukt vurdert i fellesskap av fire trente dommere. Alle grupper ble vurdert som saltmoden og hadde naturlig saltfisklukt. For noen av del-gruppene ble det imidlertid registrert en svakere intensitet av saltfisk.

For injisert og pickelsaltet gruppe ble det ikke registrert entydige trender mellom undergruppene foruten spalting som ble redusert med økt fosfatstyrke. Denne saltemetoden skilte seg ut som den hviteste og minst gule av alle saltemetoder. Gruppe 0,8 % fosfat ble vurdert som best på grunn av lysest grunnfarge og gruppe 1,6 % fosfat som dårligst på grunn av mørkest farge og mest gulning (Fig. 3.39).



Figur 3.39. Sensorisk evaluering av hel saltfilet injisert før pickle- og tørrsalting i totalt 5 uker. Økning i verdi angir økt hvithet, gulffarge eller spalting (0-3). Blod i buk angis som 1 (blod i buk) eller 0 (ikke blod i buk). Blodflekker angis med 1 dersom det er blodflekk på fileten og 0 dersom det ikke er blodflekk(er) på fileten. Figuren viser gjennomsnittsverdier av fem fileter.

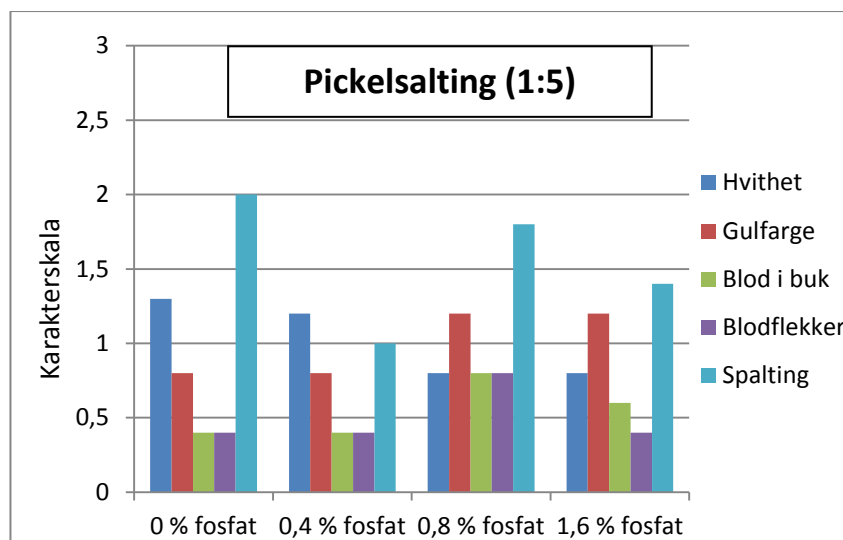
Injisert og lakesaltet gruppe ble vurdert som dårligere kvalitetsmessig enn den andre injiserte gruppen, med mørkere og gulere farge. Det var ingen trender med økt fosfatkonsentrasjon (Fig. 3.40).



Figur 3.40 Sensorisk evaluering av hel saltfilet injisert, lakebehandlet i 24 timer før tørrsalting i 5 uker. Økning i verdi angir økt hvithet, gulffarge eller spalting (0-3). Blod i buk angis som 1 (blod i buk) eller 0 (ikke blod i buk). Blodflekker angis med 1 dersom det er blodflekk på fileten og 0 dersom det ikke er blodflekk(er) på fileten. Figuren viser gjennomsnittsverdier av fem fileter.

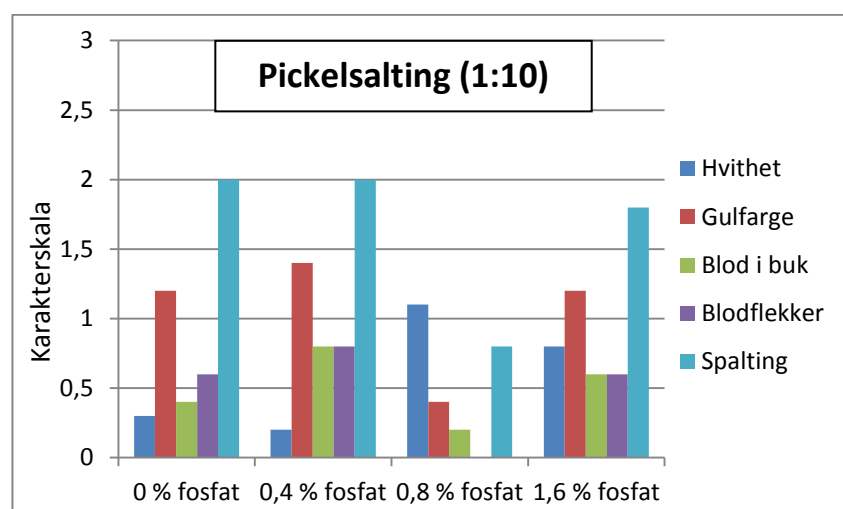
Pickelsaltet gruppe (1:5 lake:fisk) ble generelt vurdert som mindre hvit og mer gul enn de injiserte gruppene. Gråffarge (lav hvithet) og gulffarge økte med økt fosfatkonsentrasjon (Fig. 3.41).





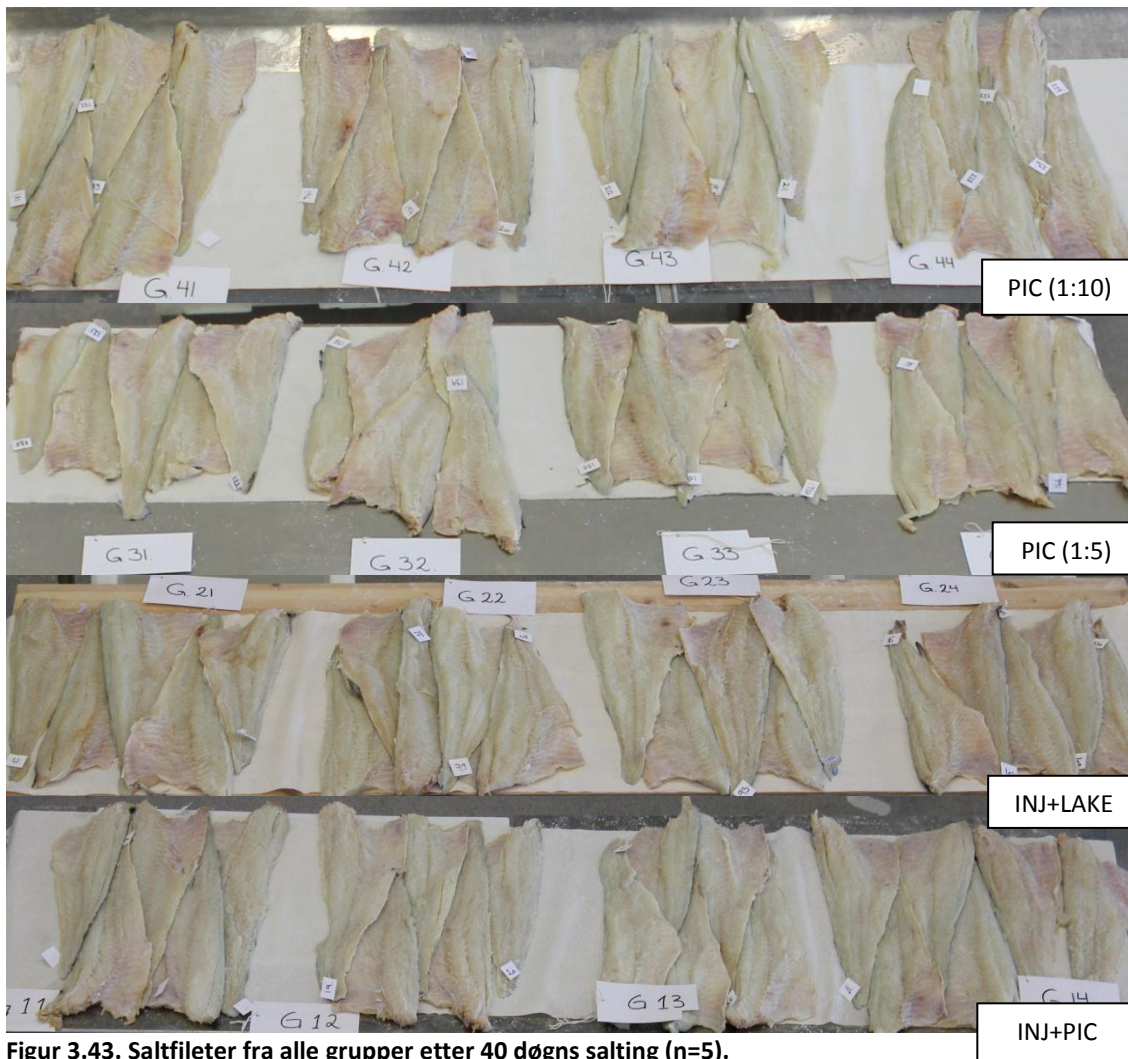
**Figur 3.41.** Sensorisk evaluering av hel saltfilet pickelsaltet med lake (6 liter) i to uker før tørrsalting i 3 uker. Økning i verdi angir økt hvithet, gulfarge eller spalting (0-3). Blod i buk angis som 1 (blod i buk) eller 0 (ikke blod i buk). Blodflekker angis med 1 dersom det er blodflekk på fileten og 0 dersom det ikke er blodflekk(er) på fileten. Figuren viser gjennomsnittsverdier av fem fileter.

Den andre pickelsaltede gruppen (1:10 lake:fisk) ble vurdert som den dårligste gruppen, med lav hvithet og høyeste verdier på gulfarge. Det ble ikke funnet entydige trender med hensyn til fosfatkonsentrasjon (Fig. 3.42).



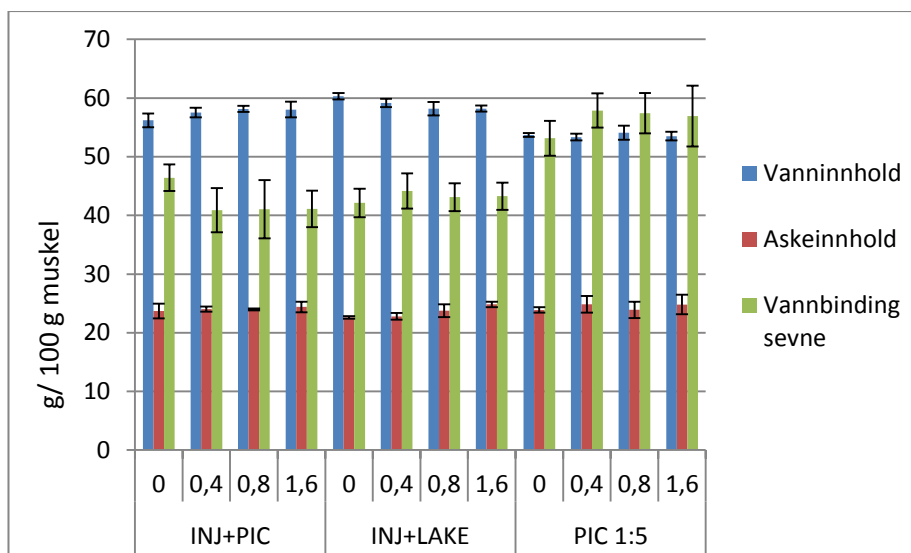
**Figur 3.42.** Sensorisk evaluering av hel saltfilet pickelsaltet med lake (3 liter) i to uker før tørrsalting i 3 uker. Økning i verdi angir økt hvithet, gulfarge eller spalting (0-3). Blod i buk angis som 1 (blod i buk) eller 0 (ikke blod i buk). Blodflekker angis med 1 dersom det er blodflekk på fileten og 0 dersom det ikke er blodflekk(er) på fileten. Figuren viser gjennomsnittsverdier av fem fileter.

Fig. 3.43 viser hvordan filetene ble gruppevis rangert og sammenlignet basert på saltemetode. Det var ingen tydelige tendenser til at økt fosfatkonsentrasjon (mot høyre) ga lysere fileter. En ser av bildene at det er stor variasjon i b mellom filetene innen samme gruppe.



Figur 3.43. Saltfileter fra alle grupper etter 40 døgns salting (n=5).

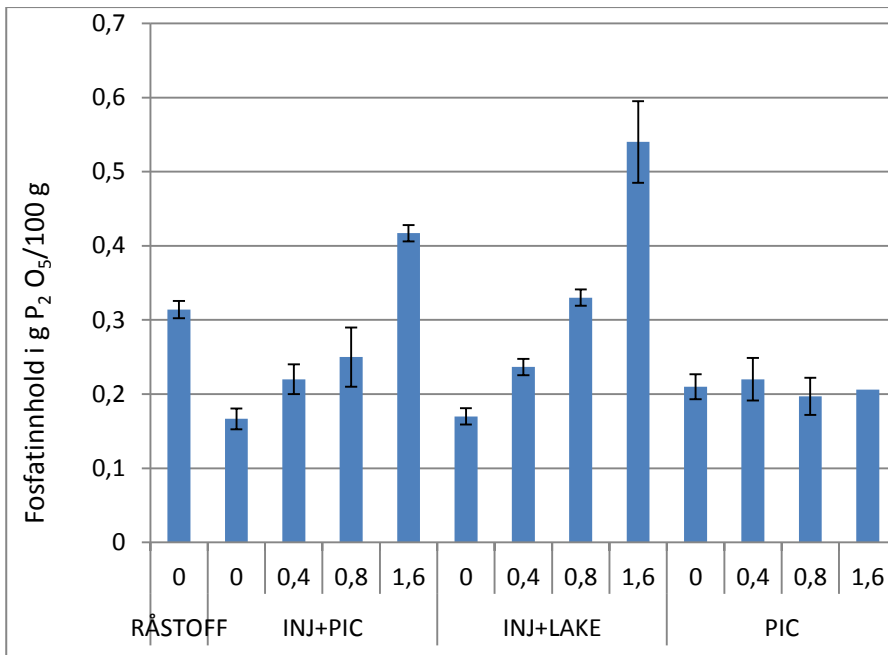
Fig. 3.44 viser gjennomsnittlig vanninnhold, askeinnhold og vannbindingsevne for fullsaltede fileter.



**Figur 3.44. Vanninnhold, askeinnhold og vannbindingsevne (prosentvis rest vann etter sentrifugering/ g muskel) for saltfilet (N=3).**

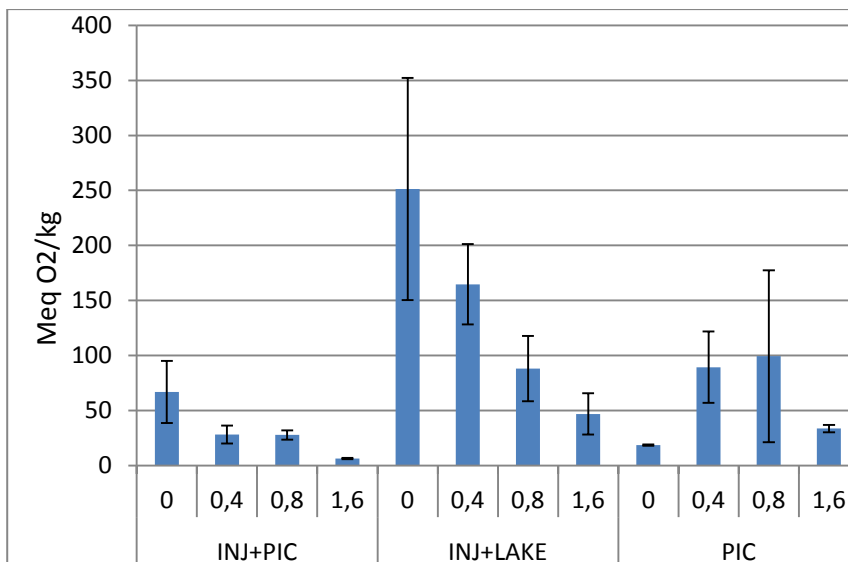
For de fullsaltede gruppene lå saltinnholdet (NaCl) på 17,0 – 21,1 g/100 g, der de injiserte gruppene inneholdt rundt 4 % mer salt enn gruppen som kun var pickelsaltet. Det ble ikke observert noen effekt av fosfat på saltinnhold for noen av produkttypene foruten pickelsaltet gruppe der kontrollen inneholdt 19 % NaCl mens de tre fosfattilsatte gruppene inneholdt 16-17 % NaCl. Kaliumnivået økte med økt fosfattilsetning, fra 0,24 mg/kg for kontrollen til nesten 0,45 g/kg for injiserte grupper. Når det gjelder kalsium inneholdt injisert og pickelsaltet gruppe og pickelsaltet gruppe 510-540 mg Ca/kg mens injisert og lakesaltet gruppe inneholdt 340 mg Ca/kg muskel. For magnesium inneholdt injisert og pickelsaltet filet og rent pickelsaltet filet 670 mg Mg/100g mens injisert og lakesaltet gruppe inneholdt 393 mg Mg/100g. Jerninnholdet (Fe) var 3,7 mg/kg for råstoffet. For de saltede gruppene var innholdet på ca. 2-4 mg/kg. Det ble ikke funnet entydige forskjeller mellom behandlingen med og uten fosfat, men det var en trend til at jernnivået gikk ned med økt fosfatstyrke for injisert og lakesaltet gruppe selv om nivåene var lave for alle grupper (<1 til 4.6 mg/kg). Kobberinnholdet var under 0,5 mg/kg for råstoffet og de fullsaltede gruppene. Alle resultater fra kjemiske analyser av fryst råstoff og lett- og fullsaltet filet fra fryst råstoff er vist i Vedlegg 4.

Fosfatinnholdet i råstoffet var 0,31 g P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/ 100g muskel. Det ble registrert en økning i fosfatinnhold i saltfisk med økt fosfatstyrke for de to injiserte gruppene (Fig 3.45) mens det for pickelsaltede grupper ikke ble observert noen økning. Det ble detektert ikke målbare restverdier av di- eller trifosfat i noen av prøvene av fullsaltet fisk. Det aller meste av fosfatet hadde blitt spaltet til monofosfat.



Figur 3.45. Fosfatinnhold (P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) i g/100g i råstoff og fullsaltede fileter etter 40 døgns salting (n=3)

I fullsaltede grupper ble det observert et peroksid-nivå på 5-100 meq.O<sub>2</sub>/kg fett for injisert og pickelsaltet gruppe, 35-340 meq.O<sub>2</sub>/kg fett for injisert og lakesaltet gruppe og 18-190 meq.O<sub>2</sub>/kg fett for pickelsaltet gruppe. Som Figur 3.46 viser, ble det funnet en tydelig reduksjon i peroksidverdi med økt fosfatstyrke for begge injiserte grupper. Dette ble ikke registrert for pickelsaltet gruppe. TBARs-verdiene var lave og lå mellom 0,3 og 1,7 mg/kg muskel for alle fullsaltede grupper, med en trend til lavere verdier med økt fosfatstyrke under saltingen.

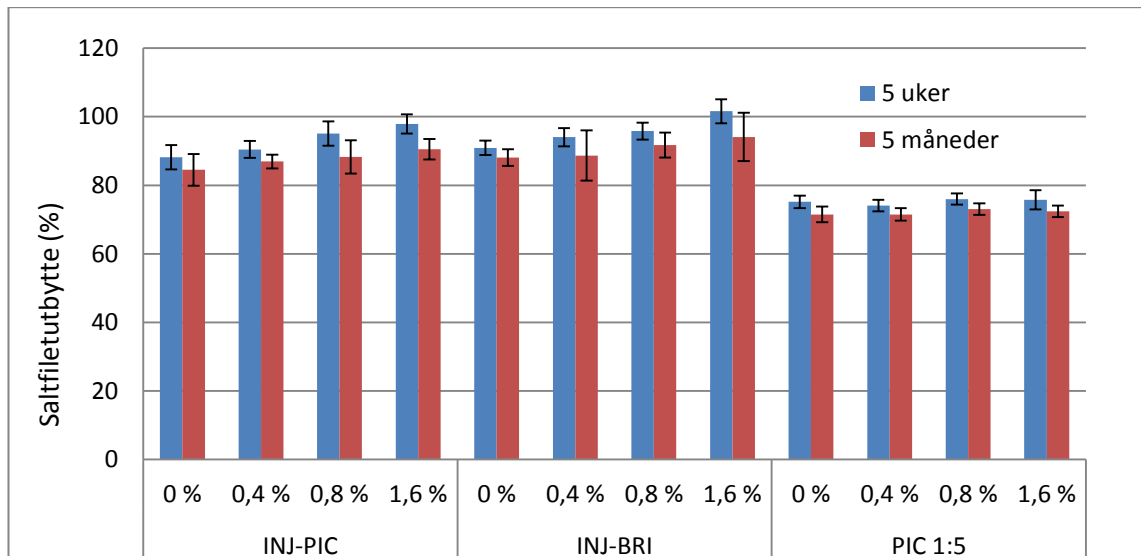


Figur 3.46. Peroxidverdi (meq O<sub>2</sub>/kg fett) i råstoff og fullsaltede fileter etter 40 døgns salting. Fileter saltet med injisering+pickelsalting, injisering+lakebad, pickelsalting (1:5 forhold lake:fisk) og pickelsalting (1:10 forhold lake:fisk) tilsatt 0, 0,4, 0,8 eller 1,6 % fosfat. Gjennomsnitt ± SD for 3 fisk per gruppe vist.

### Resultater fra uttak etter 5 måneders lagring som saltfisk

Etter lagring i 5 måneder i kartong ble 9 saltfileter per gruppe tatt ut av og undersøkt på samme måte som etter 5 ukers lagring.

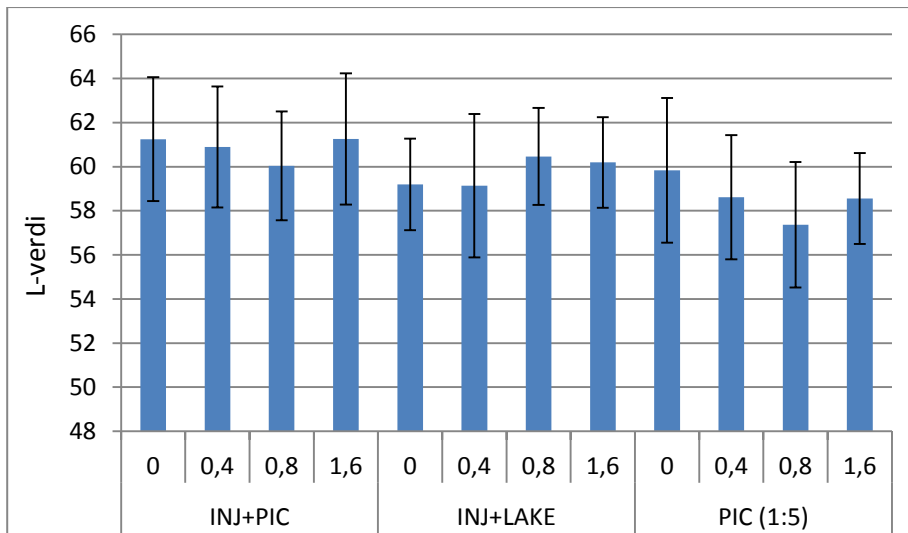
Utbyttmålingene viste samme trender som ved måling etter 5 uker, med et utbytte på 84 - 91 % for injisert og pickelsaltet gruppe, 88 – 94 % for injisert og lakesaltet gruppe og 72 – 73 % for pickelsaltet gruppe. I alle tre grupper økte utbyttet med økt fosfatkonsentrasjon (Fig. 3.47).



**Figur 3.47. Saltfiletutbytte i % av råstoffvekt etter 5 uker og 5 måneders lagring. Fileter saltet med injisering+pickelsalting, injisering+lakebad og pickelsalting (1:5 forhold lake:fisk) tilsatt 0, 0,4, 0,8 eller 1,6 % fosfat. Gjennomsnitt ( $\pm$ SD) for 9 fileter vist.**

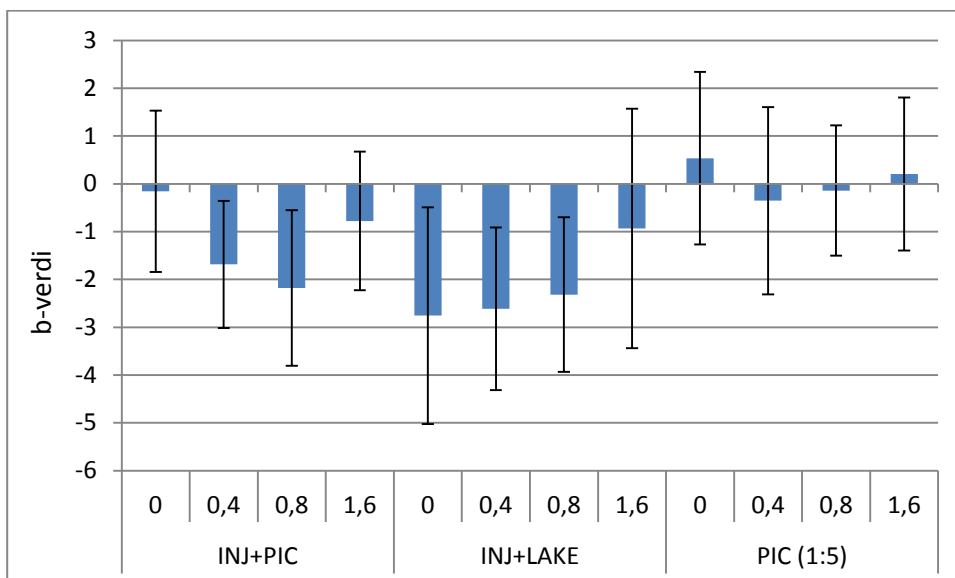
pH i tykkfisk ble målt til å ligge stabilt på  $6,9 \pm 0,1$  for alle grupper av saltfilet.

Resultatene fra instrumentell fargemåling viste at L-verdien lå på 57 til 61 for alle grupper (Fig. 3.48). Gruppen med injisert og pickelsaltet fileter viste en noenlunde stabil L-verdi med økende fosfatstyrke, fra 60,0 til 61,3. L-verdien til injisert og lakesaltet gruppe var litt lavere enn den andre injiserte gruppen (59,2 til 60,2). Pickelsaltet gruppe viste en svak trend til redusert lyshet med økt fosfatstyrke i området 57,4 til 59,8.



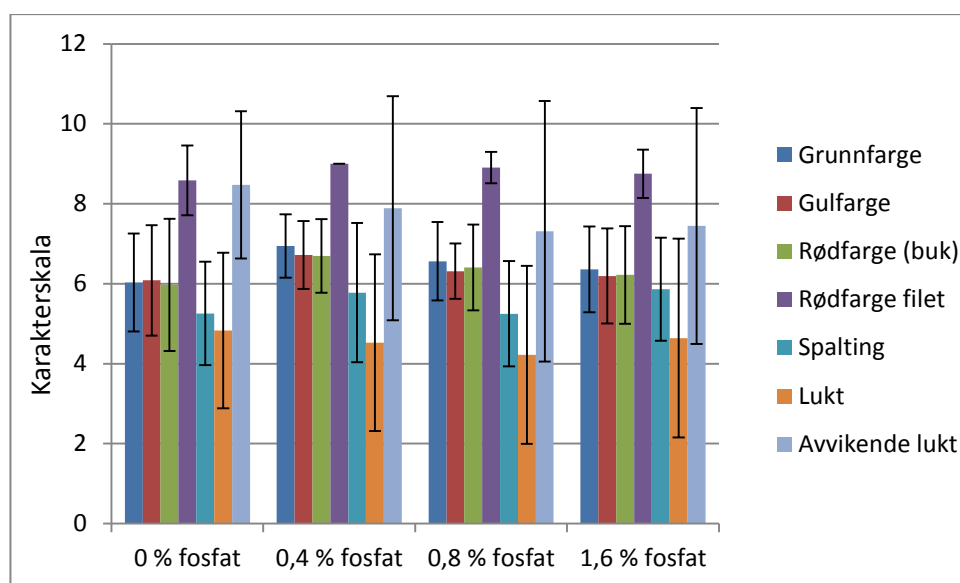
**Figur 3.48.** Instrumentell måling av hvithet (L-verdi) på saltfilet lagret i 5 måneder. Fileter saltet med injisering+pickelsalting, injisering+lakebad og pickelsalting (1:5 forhold lake:fisk) tilsatt 0, 0,4, 0,8 eller 1,6 % fosfat. Gjennomsnitt ( $\pm$ SD) for 9 fileter vist. For hver av filetene i hver gruppe ble tre punkter på fileten målt. Økende hvithet med høyere verdi.

b-verdien for injisert og pickelsaltet gruppe viste en trend til redusert gulning med økt fosfatstyrke fra -0,2 til -2,2 for de tre laveste fosfatkonsentrasjonene mens den høyeste fosfatstyrken hadde en b-verdi på -0,8. b-verdien for injisert og lakesaltet gruppe endret seg fra -2,8 til -0,9 med økt fosfatstyrke. For pickelsaltet gruppe lå alle grupper i området -0,1 til 0,5 uten noen tydelig trend (Fig. 3.49). Store standardavvik gjør resultatene usikre.



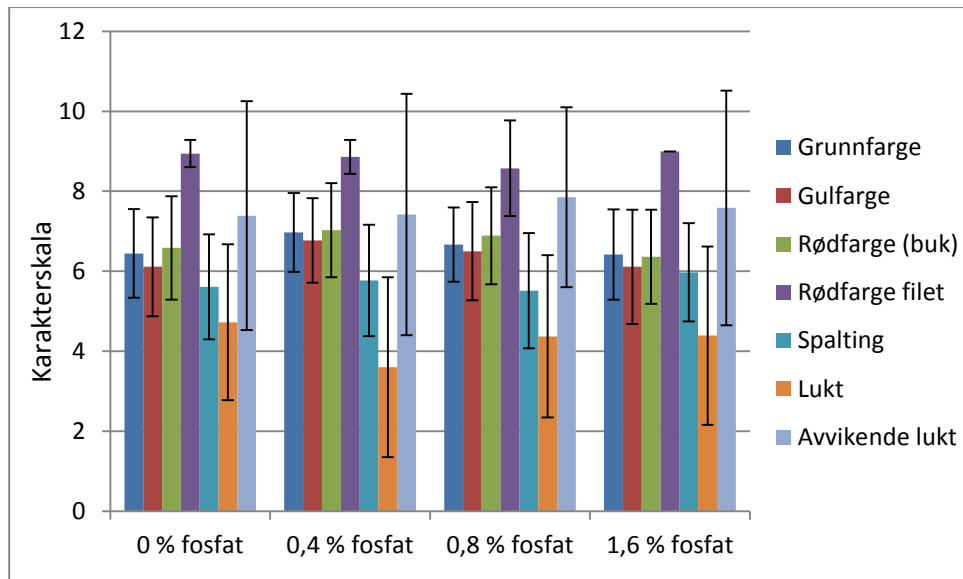
**Figur 3.49.** Instrumentell måling av gulffarge (b-verdi) på saltfilet lagret i 5 måneder. Fileter saltet med injisering+pickelsalting, injisering+lakebad og pickelsalting (1:5 forhold lake:fisk) tilsatt 0, 0,4, 0,8 eller 1,6 % fosfat. Gjennomsnitt ( $\pm$ SD) for 9 fileter vist. For hver av filetene i hver gruppe ble tre punkter på fileten målt. Økende intensitet på gulffarge med økt positiv verdi.

De sensoriske vurderingene av fisk fra injisert og pickelsaltet gruppe viste små forskjeller mellom de ulike fosfatstyrkene (Fig. 3.50). Det ble registrert en svak trend til at grunnfarge (hvithet), gulfarge, rødfarge i buk og spalting fikk en økt verdi fra kontrollgruppe til 0,4 % fosfat for så å bli redusert i gruppe 0,8 og 1,6 % fosfat. Det ble også registrert en økende avvikende lukt som ble beskrevet som rå kjøttlukt med økt fosfatstyrke.



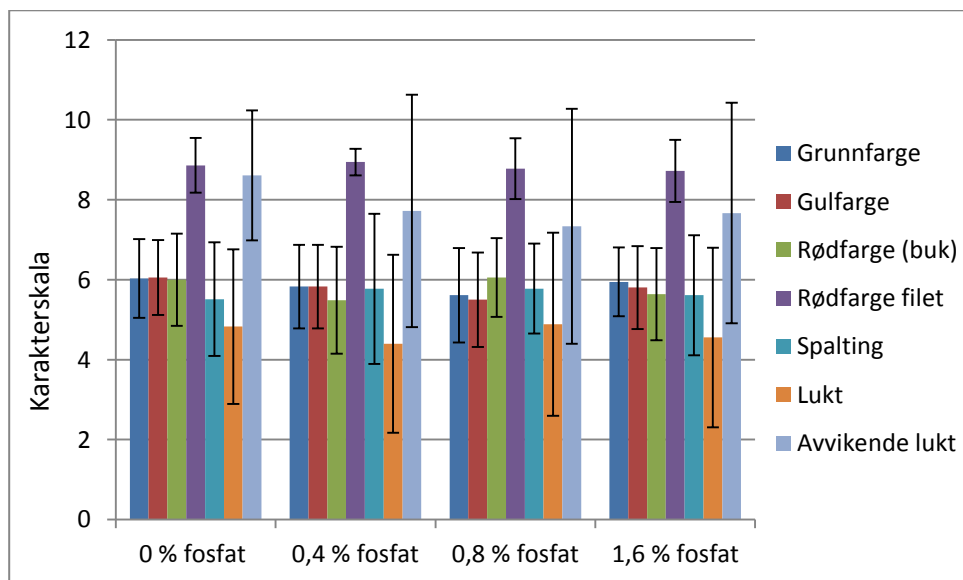
**Figur 3.50. Sensorisk evaluering av hel saltfilet etter 5 måneders kjølelagring. Saltemetode er injisering etterfulgt av pickelsalting. Gjennomsnittsverdier for 4 dommere på en skala fra 1 (dårligst kvalitet) til 9 (best) med standardavvik vist (N=9).**

For injisert og lakesaltet gruppe ble det registrert en økning i verdien på grunnfarge (hvithet), gulfarge og rødfarge i buk med økt fosfatstyrke fra kontrollgruppe til 0,4 % fosfat mens respektive verdier gikk ned for gruppe 0,8 og 1,6 % fosfat. Det ble ikke registrert entydige trender for lukt der standardavvikene var betydelig større enn for de andre kvalitetsegenskapene (Fig. 3.51).



Figur 3.51. Sensorisk evaluering av hel saltfilet etter 5 måneders kjølelagring. Saltemetode er injisering, lakebad i 24 timer etterfulgt av tørrsalting. Gjennomsnittsverdier for 4 dommere på en skala fra 1 (dårligst kvalitet) til 9 (best) med standardavvik vist (N=9).

For pickelsaltet gruppe så det ut til at verdien på grunnfarge, gulffarge, rødffarge og lukt ble lavere med økt fosfatstyrke. Det ble som for injiserte grupper, registrert store standardavvik for luktparameterne (Fig. 3.52). Overlappende standardavvik gjør resultatene usikre.



Figur 3.52. Sensorisk evaluering av hel saltfilet etter 5 måneders kjølelagring. Saltemetode er pickelsalting. Gjennomsnittsverdier for 4 dommere på en skala fra 1 (dårligst kvalitet) til 9 (best) med standardavvik vist (N=9)

Alle grupper ble kvalitetsvurdert samlet (rangering) av alle dommerne samlet når fisken lå som vist i bildet under (Fig. 3.53). Rangeringen innad i injisert og pickelsaltet gruppe viste at 0,4 og 0,8 % fosfat var best etterfulgt av 1,6 og 0 % fosfat ut fra



mørk/gul farge. For injisert og lakesaltet gruppe var 0,4 % fosfat best, etterfulgt av kontroll, 0,8 og 1,6 % fosfat ut fra gulfarge. Pickelsaltet kontroll gruppe var best etterfulgt av 0,4, 0,8 og 1,6 % fosfat som var gulere, rødere og mørkere og med gulest nakker. Rangering av hovedgrupper viste at injisering og pickelsalting var noe bedre enn injisering og lakesalting mens pickelsaltet gruppe var klart dårligst med hensyn til gul og rød farge.



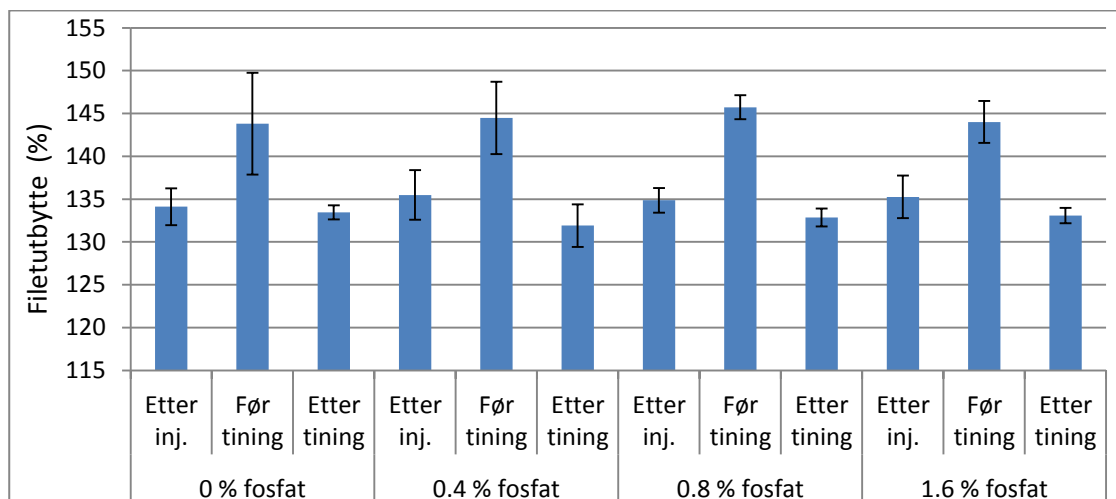
**Figur 3.53. Saltfileter etter 5 måneders lagring på kjølerom (N=9). Fileter saltet med injisering+pickelsalting, injisering+lakebad og pickelsalting (1:5 forhold lake:fisk) tilsatt 0, 0,4, 0,8 eller 1,6 % fosfat.**

#### 3.2.4 Småskalaforsøk med lettsalting av torskfilet

Temperaturen i fileter før injisering ble målt til  $4,7 \pm 0,7$  °C. Etter injisering ble temperaturen målt til  $5,0 \pm 0,7$  °C. Temperaturen på laken som ble injisert var 2,8 °C. Vektøkningen etter injisering var på  $34,5 \pm 1,0$  % (n = 40).

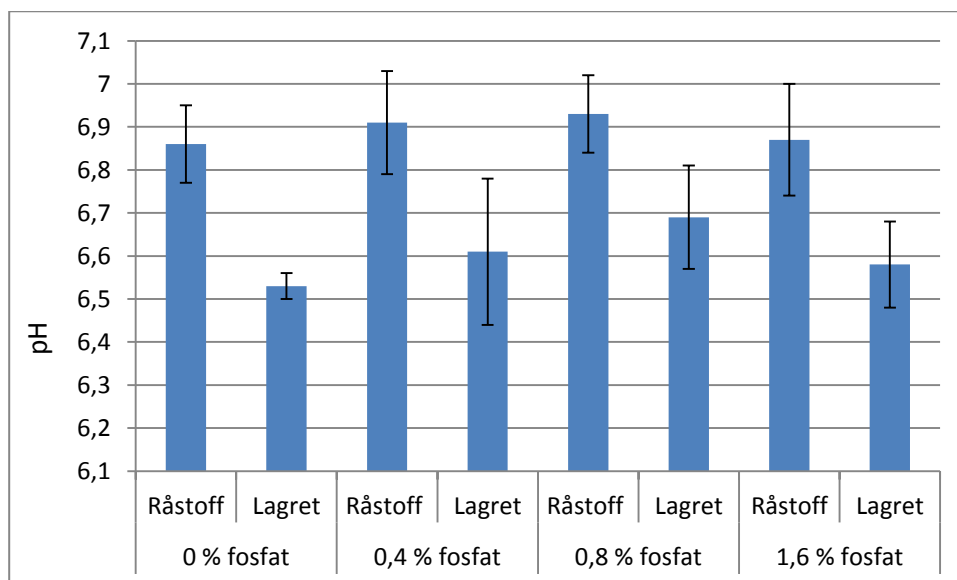
Lettsaltede fileter ble etter 3 måneders fryselagring tint på rist ved 1-2 °C i ca. 24 timer. Temperaturen i filetene under kvalitetsmålingene var  $3,5 \pm 1,0$  °C. Resultatene fra vektutbytte, pH-måling og fargemåling av tinte fileter vises i Fig. 3.54-57.

Vektutbyttet etter injisering var relativt likt for alle grupper (134-135 %) som vist i Fig. 3.54. Etter avrenning, innfrysing, glasering og fryselagring var utbyttet fortsatt likt for alle grupper (144-146 %). Etter tining ble det registrert samme trend der utbyttet lå mellom 132 og 133 %. Det ble ikke registrert en økning i utbytte ved økt fosfatkonsentrasjon.



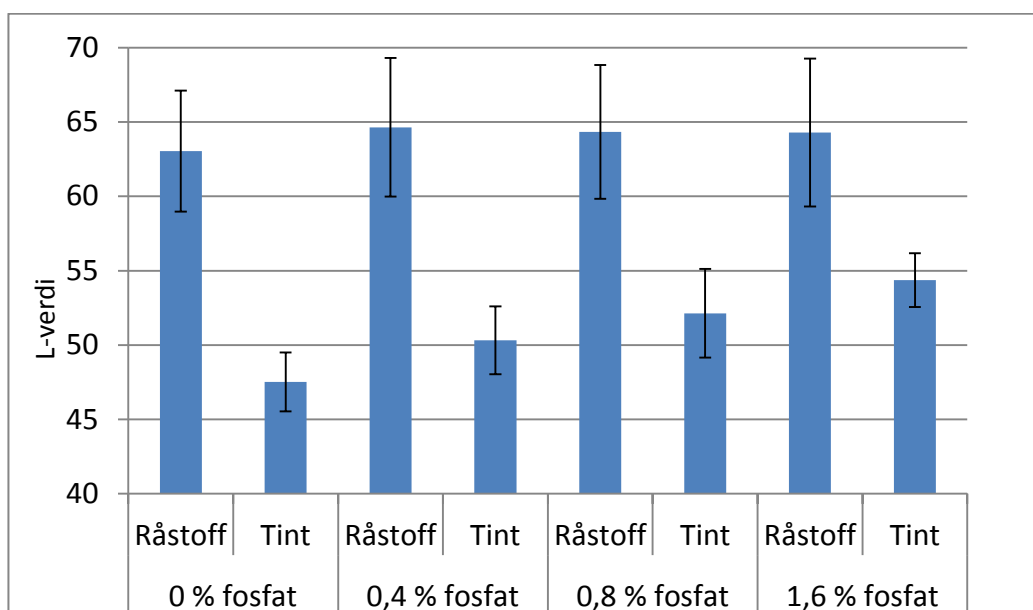
**Figur 3.54. Vektutbytte basert på råstoffvekt for lettsaltede fileter etter injisering (N=10), glasering (før tining) (N=4) og etter tining (N=4).**

pH lå i området 6,8-6,9 for alle grupper som råstoff. I tint filet økte pH med økt fosfatkonsentrasjon fra 6,5 til 6,9. Unntaket var gruppen behandlet med den høyeste fosfatkonsentrasjonen der pH ble målt til 6,6 (Fig. 3.55).



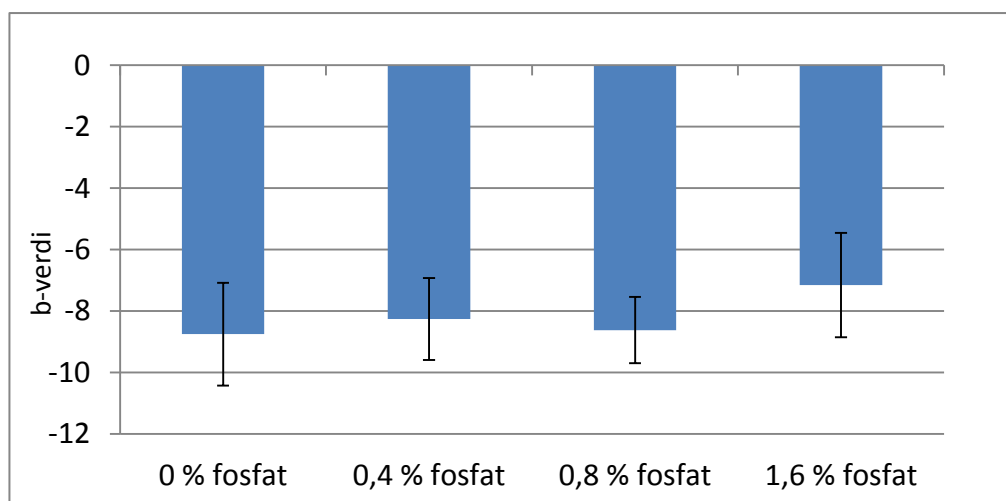
**Figur 3.55. pH i loins for råstoff (n=10) og lettsaltet filet etter tining (n=4). Grupper injisert med lake tilsatt 0, 0,4, 0,8 og 1,6 % fosfat.**

Fargemålingene viste at lyshet (L-verdien) lå på 63-65 for råstoffet (Fig. 3.56). For tinte lettsaltede fileter økte L-verdien med økt fosfatkonsentrasjon fra 47,5 til 54,4.



**Figur 3.56.** Instrumentell måling av hvithet (L-verdi) på råstoff (N=10) og etter tining (N=4). Grupper injisert med lake tilsatt 0, 0,4, 0,8 og 1,6 % fosfat. For hver av filetene i hver gruppe ble tre punkter målt. Økende hvithet med høyere verdi.

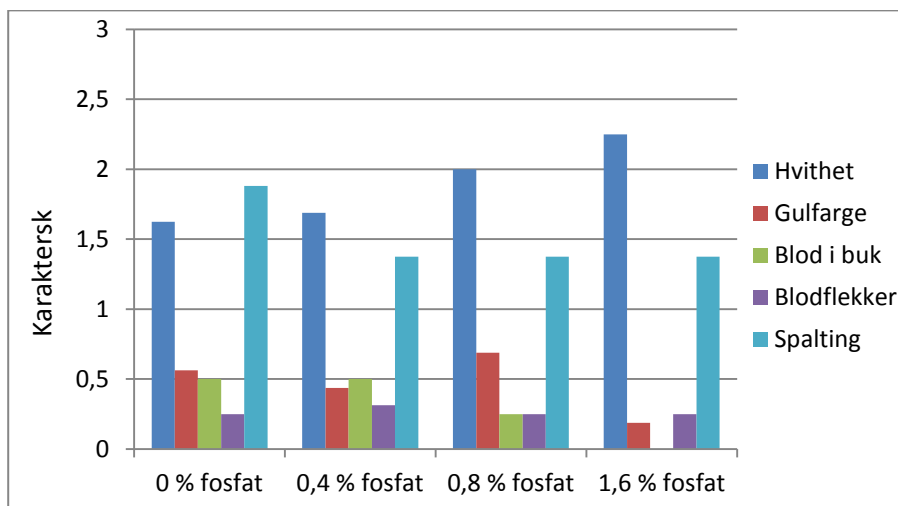
Intensiteten på gulffarge (b-verdi) lå -7 til -9 for alle grupper (Fig. 3.57). Det ble registrert en svak økning i gul intensitet ved økt fosfatkonsentrasjon.



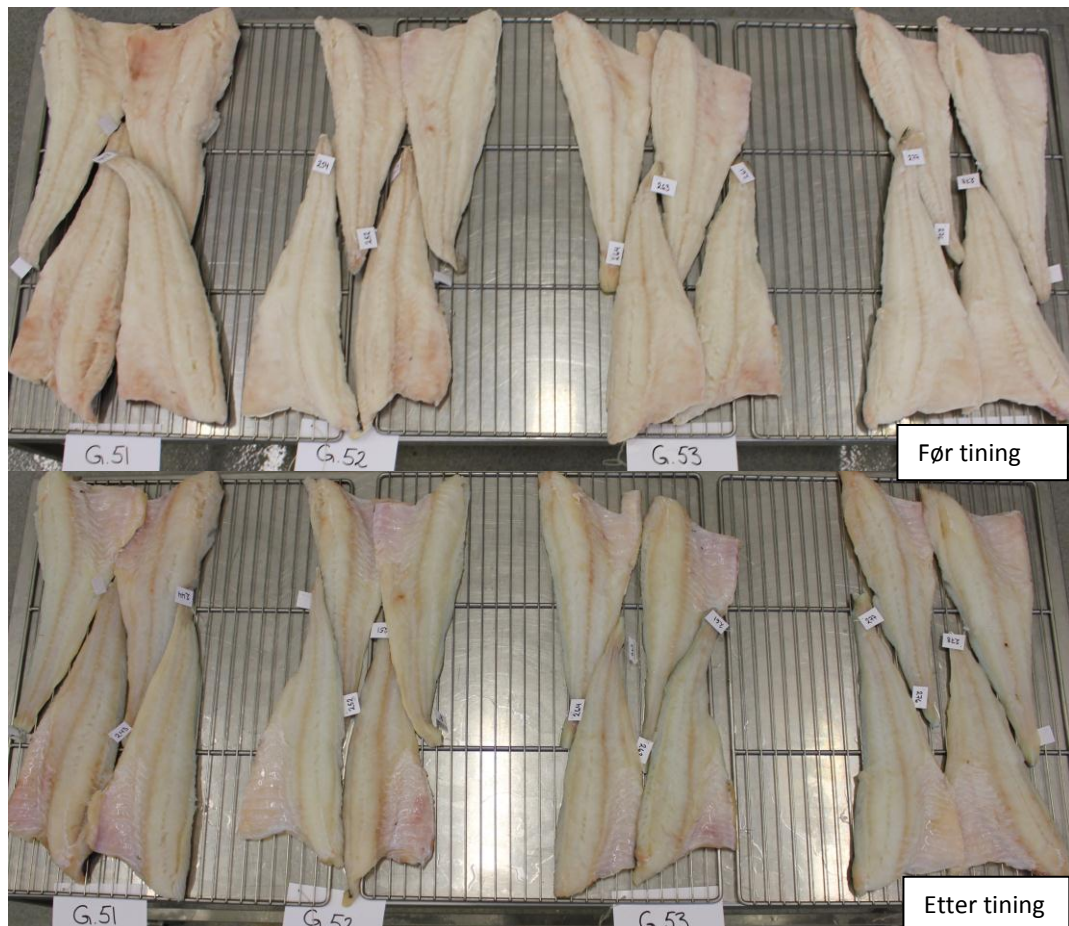
**Figur 3.57.** Instrumentell måling av gulffarge (b-verdi) på lettsaltet filet etter tining (N=4). Grupper injisert med lake tilsatt 0, 0,4, 0,8 og 1,6 % fosfat. For hver av filetene i hver gruppe ble tre punkter målt. Økende intensitet på gulffarge med økt positiv verdi.

Videre ble fire fileter per gruppe sensorisk vurdert etter samme skjema som saltfilet. En rangering av gruppene gjort av 6 dommere i fellesskap viste at gruppen tilsatt mest fosfat (1,6 % fosfat) ble vurdert som hvitest og med best utseende. Deretter fulgte 0,4 og 0,5 % fosfat som var vanskelig å skille. Kontrollgruppen skilte seg ut som dårligst.

Resultatene fra den sensoriske vurderingen av fileter enkeltvis viste som rangeringen at kontrollgruppen var dårligst etterfulgt av gruppe 0,4 og 0,8 % fosfat. Gruppen tilsatt 1,6 % fosfat skilte seg ut som hvitest, med minst blod, lavest intensitet av gulfarge. Råstoffkvaliteten påvirket kvaliteten i stor grad siden fisk med mye blod skilte seg negativt ut for alle grupper utenom gruppen tilsatt mest fosfat der ingen fisk hadde røde buker (Fig. 3.58 og 3.59).

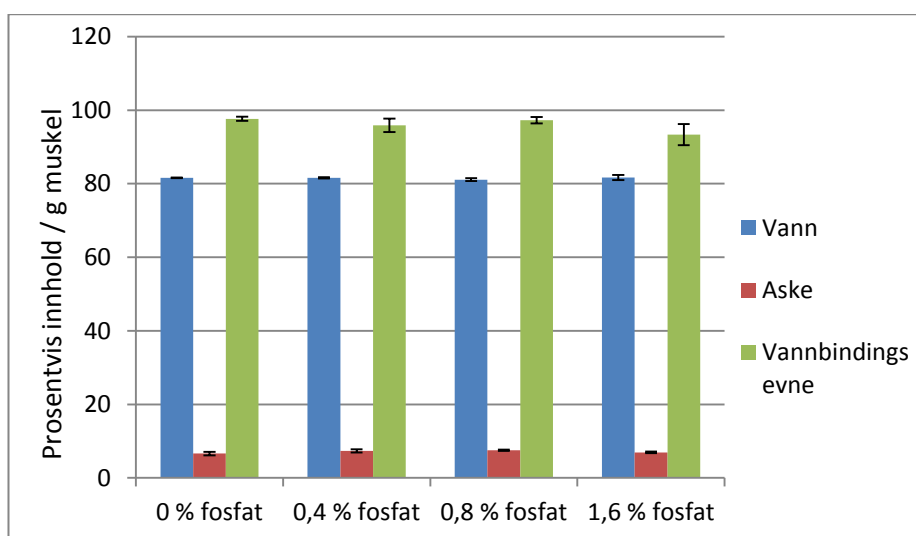


**Figur 3.58. Sensorisk evaluering av tint lettsaltet filet injisert med saltlake på 17 Be<sup>o</sup> før infrysing. Kontroll uten fosfattilsetning og tre grupper med henholdsvis 0,4 %, 0,8 % og 1,6 % fosfat tilsatt i injisert saltlake. Økning i verdi angir økt hvithet, gulfarge eller spalting (0-3). Blod i buk angis som 1 (blod i buk) eller 0 (ikke blod i buk). Blodflekker angis med 1 dersom det er blodflekk på fileten og 0 dersom det ikke er blodflekk(er) på fileten. Figuren viser gjennomsnittsverdier av fire fileter.**



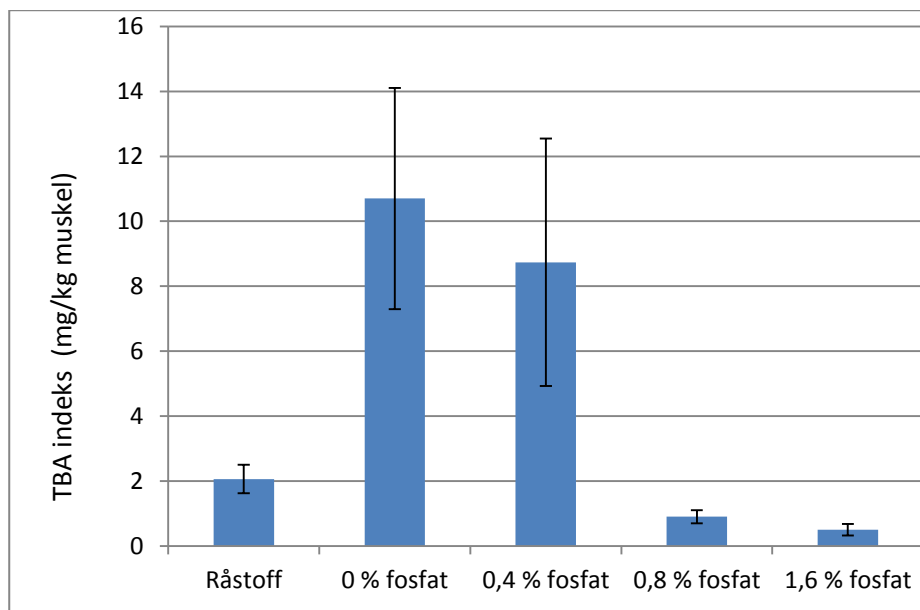
Figur 3.59. Lettsaltede fileter før tining (øverst) og etter tining (nederst). Grupper injisert med lake tilsatt 0, 0,4, 0,8 og 1,6 % fosfat med økt fosfatkonsentrasjon mot høyre. Fire fileter per gruppe.

Vanninnholdet lå på 81-82 % mens askeinnholdet lå på 6,6-7,5 % for alle grupper. Vannbindingsevnen gikk ned med økt fosfatkonsentrasjon fra 98 til 93 % (Fig 3.60).



Figur 3.60. Vanninnhold, askeinnhold og vannbindingsevne (prosentvis rest av vann per g muskel) for lettsaltet filet (N=3). Grupper injisert med lake tilsatt 0, 0,4, 0,8 og 1,6 % fosfat.

De lettsaltede filetene hadde et gjennomsnitt på 6,5 g NaCl/100 g, og innholdet av Ca og Mg var henholdsvis 152 – 1066 mg/kg og 170-210 mg/kg. Kaliumnivået lå mellom 0,11 og 0,29 g/100 g, og viste ingen trend med økt fosfatkonsentrasjon. Det ble observert et fosfatinhold mellom 0,09 og 0,44 g P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/100g, der fosfatinholdet i muskel økte med økt fosfatstyrke. I lettsaltede prøver lå oksidasjonsnivået mellom 20 og 35 meq. O<sub>2</sub>/kg fett. I de fire lettsaltede gruppene lå TBARS-verdien på 1-11 mg/kg muskel for behandling med en reduksjon i nivå med økt fosfatstyrke (Fig. 3.61).



**Figur 3.61. TBA indeks (mg/kg muskel) i råstoff og lettsaltede fileter etter 40 døgns salting (n=3). Grupper injisert med lake tilsatt 0, 0,4, 0,8 og 1,6 % fosfat.**

Jernnivået lå under deteksjonsnivået på 2 mg/kg for de fleste prøver og ingen trend til redusert jerninnhold med økt fosfatstyrke ble målt. Alle kobbermålingene lå under deteksjonsnivået på 1 mg/kg (deteksjonsgrensene ble endret fra forsøk til forsøk).

## 4 DISKUSJON

### **Effekten av fosfat på muskelfarge og blodmengde**

Analysene av jern og i råstoff og sluttprodukter viste store variasjoner. Dette gjaldt spesielt jerninnholdet i ferskt råstoff. Jerninnholdet viste ingen trend til å gå ned med økt fosfatstyrke. Unntaket var saltfisk fra injisert og lakesaltet gruppe av fryst råstoff der det var en trend til at jerninnholdet gikk ned med økt fosfatkonsentrasjon. Store variasjoner i jernmengde kan bli forklart ut fra den store variasjonen i blodmengde som ble registrert i råstoff og sluttprodukter. Store standardavvik for farge på råstoff støtter karakteriseringen av råstoffet som variabelt. For å få mer entydige resultater må flere fisk analyseres per gruppe. De sensoriske vurderingene av filetfarge viste at gruppene som ble injisert var lysere og mindre røde i bukene enn grupper som kun var pickelsaltet. Spesielt injisert og lakesaltet av ferskt råstoff opplevde økt hvithet i loins og buk med økt fosfatstyrke, noe som er i samsvar med og instrumentelle fargemåler. For fryst råstoff var det derimot en trend til at økt fosfatstyrke økte gulfarge og ga mørkere overflate. Denne trenden ble ikke støttet av oksidasjonsmålingene.

For lettsaltet filet var der en tydelig trend til at fileter ble lysere og mindre gul med økt fosfatkonsentrasjon, både for ferskt og fryst råstoff. Dette ble registrert både ved instrumentelle målinger og sensoriske vurderinger.

Det ser ut til at fosfat kan påvirke filetfarge i positiv retning spesielt for lettsaltet filet, men resultatene er ikke entydige og datamaterialet er for lite. En variabel som bør undersøkes i større omfang er om blodmengde i råstoff påvirker effekten av fosfat på sluttproduktet.

### **Effekten av fosfat på lagringsstabiliteten, oksidasjon og utbytte**

Det ferske råstoffet var i liten grad oksidert ved produksjon, men etter 2 måneders fryselagring hadde råstoffet blitt betydelig oksidert. For produkter fra ferskt råstoff ble det ikke funnet noen sammenheng mellom fosfattilsetning og grad av oksidasjon. Unntaket var for lettsaltede fileter der det var en trend til at peroksidverdien gikk ned med økt fosfatstyrke. For fryst råstoff ble det registrert høye peroksid-verdier for råstoff og fullsaltede prøver, men lavere verdier for lettsaltede prøver sammenlignet med ferskt råstoff. For fullsaltede grupper som ble injisert hadde økt fosfatkonsentrasjon en hemmende effekt på oksidasjonen, mens dette ikke ble registrert for gruppen som ikke var injisert. Dette kan komme av at kun injiserte grupper fikk et økt innhold av fosfat i muskel. For lettsaltede grupper ble det ikke registrert forskjeller i peroksidverdi, men i TBARS-verdiene, der økt fosfatstyrke ga redusert oksidasjon. Det ser dermed ut til at fosfat kan ha en varierende effekt på fettoksidasjon. Det er kun for lettsaltet filet vi ser en sammenheng mellom redusert

oksidasjon og hvitere muskel. En annen interessant observasjon er at gruppen som ble lagt i lakebad etter injisering har betydelig høyere oksidasjon enn tilsvarende gruppe uten bruk av lakebad. Dette ble også registrert visuelt i form av gulere overflate på fisken. For noen av saltfisk-gruppene fra fryst råstoff ble det funnet en økt gulning med økt fosfatstyrke, men tilsvarende økning i oksidasjon ble ikke registrert, snarere tvert imot.

For utbytte var det i alle forsøk en klar sammenheng mellom økt fosfatstyrke og økt utbytte. Resultatene våre støtter tidligere funn (Bjørkevoll, *et al.* 2012; Bjørkevoll *et al.*, 2011; Thorarinsdottir *et al.*, 2001) om at fosfat øker utbyttet til saltfisk av torsk. Gruppene som kun var pickelsaltet fikk ikke registrert opptak av fosfat og hos disse gruppene ble det ikke funnet nevneverdig vektøkning, noe som støtter antakelsen om sammenhengen mellom fosfat og vektutbytte. For lettsaltede prøver ble det ikke registrert lavere drypptap for fosfatbehandlede grupper, noe som en kunne ha forventet fordi fosfat skal ha vannbindende effekt (Øines *et al.* 1994; Ellinger, 1972). Det ble heller ikke registrert forskjeller i vannbindingsevne, verken for lett- eller fullsaltet filet. Som tidligere registrert (Joensen *et al.*, 2011) ble utbyttet vesentlig høyere ved bruk av injisering og noe høyere ved bruk av lakebad etter injisering. Effekten av saltemetode var vesentlig større enn effekten av fosfatstyrke på utbytte.

### **Restverdier av fosfat**

Det ble funnet om lag like mye fosfat i ferskt som i fryst råstoff (0,3 g P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/100 g). Dette nivået er noe lavt sammenlignet med fosfatinnholdet i torskemuskel i andre forsøk. Både Schröder (2010) og Thorarinsdottir *et al.* (2001) har rapportert et fosfatinnhold på 0,44g/100g i fersk fisk og 0,36g/100g i tint fisk. En årsak til det lave fosfatnivået i fryst råstoff i våre forsøk kan derfor være at fosfat mistes i tineprosessen. Hvorfor det ferske råstoffet har like lavt fosfatinnhold er uvisst.

Etter salting gikk fosfatmengden ned til rundt 0,2 g P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/100 g for alle kontrollgrupper. Dette er som registrert i saltfisk i tidligere forsøk (Bjørkevoll *et al.* 2012; Bjørkevoll *et al.* 2011; Schröder; 2010). Ved fosfat-tilsetning ved bruk av injisering økte fosfatinnholdet til det dobbelte, mens ingen økning ble funnet for kun pickelsaltede grupper. Ved tilsetning av 1,6 % fosfat ble høyeste restverdien P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> rundt 0,5 g/100g, med små forskjeller mellom fryst og ferskt råstoff. Det ble ikke funnet påvisbare mengder di- eller trifosfater i verken lett- eller fullsaltet fisk, noe som taler for at fosfater blir brutt ned i fisken under produksjon og lagring som tidligere foreslått (Bjørkevoll *et al.* 2012; Bjørkevoll *et al.* 2011; Schröder; 2010).



## 5 KONKLUSJON

Blodmengden i fiskemuskel i dette forsøket varierte mer innad i hver gruppe enn mellom hver gruppe og derfor fikk vi ikke et godt nok grunnlag til å vurdere om fosfat påvirker blodinnholdet i lett- og fullsaltet fisk. Den varierende blodmengden kom sannsynligvis av at råstoffet var fanget med garn og at kvalitetsvariasjonen fisk imellom var stor. For å få sikrere data på effekten av fosfattilsetning på blodmengde må det tas ut flere prøver av fisk og lake, samt at en må tilstrebe å ha et mest mulig homogent råstoff som utgangspunkt.

**For lettsaltet filet antyder resultatene tydelig at filetfargen blir hvitere og lysere ved tilsetning av fosfat.** For fullsaltet filet var resultatene på filetfarge varierende, men det ble registrert en tendens til økt hvitfarge for ferskt råstoff med økt fosfatstyrke. At dette ikke ble registrert på saltfilet fra fryst råstoff kan komme av at råstoffet var meget oksidert før forsøket startet og viser at torskråstoff oksiderer betydelig selv om det lagres ved  $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Resultatene indikerer at oksidasjonsstatus og kvalitetsstatus på råstoffet før salting kan være meget viktig for om fosfat har ønsket effekt eller ikke. Dette må undersøkes nærmere for en kan fastslå effekten fosfat har på saltfisk

Som ventet ble utbyttet forbedret ved tilsetning av fosfat. **For lettsaltede produkter økte utbytte med om lag 2,5 % ved et totalt  $\text{P}_2\text{O}_5$ -nivå på rett under 0,5 g/100g.** Siden dette nivået er grenseverdien for fryst torskefilet, så er det naturlig å sammenligne med dette nivået. For fullsaltet filet ble vektøkning noe større, men siden forsøkene var i småskala vil en ikke kunne vente like høye utbyttetall i vanlig industriell produksjon. **Pickelsalting med tilsetning av lake tilsatt fosfat ga ikke opptak av fosfat og ser dermed ikke ut til å kunne brukes som metode for tilsetning av fosfat.**

For restverdier av fosfat har vi truffet bra ved å ligge rett ved grenseverdien på 0,5g /100 g for den høyeste fosfatkonsentrasjonen, både for lett- og fullsaltet filet. Det er rimelig å anta at injisering av lake med rundt 1,6 % fosfat vil være nær det som er tilrådelig i fullskala lettsalting. Dette fordi småskala prosessen er relativ lik storskala produksjon. For fullsalting kan en forvente at utbytte og dermed fosfatopptak blir lavere i industriell produksjon enn i våre forsøk, og at en må teste ut fosfatkonsentrasjoner på over 2 %.

I det videre arbeidet bør en dokumentere mer omfattende hvilken effekt fosfat har på blodmengde og oksidasjon spesielt med fokus på råstoff av ulik kvalitet. En må videre undersøke hvordan fosfat bør tilsettes i storskala og effekten fosfat har i slik produksjon. Videre bør en undersøke utbytte og kvalitet på fosfatbehandlet, utvannet saltfisk og gjennomføre sensoriske undersøkelser på utvannet saltfisk tilsatt fosfat for å dokumentere hvordan fosfat påvirker de sensoriske egenskapene. Det vil også være

viktig å kartlegge saltfisk-kunders oppfatning av bruken av fosfat i hovedmarkedene og å kommunisere tydelig hvorfor det eventuelt er ønskelig å tilsette fosfat i saltfisk.

## 6 REFERANSER

AOAC International (1995). Official methods of analysis of AOAC International, 16th edn, (P. Cunniff ed.). AOAC International: Gaithersburg, MD. AOAC Official Method 985.01. Metals and Other Elements in Plants and Pet Foods.

AOAC International (1995). Official methods of analysis of AOAC International, 16th edn, (P. Cunniff ed.). AOAC International: Gaithersburg, MD. AOAC 950.46 B (1950) Moisture in Meat. Air drying. Final action 1991

AOAC International (1995). Official methods of analysis of AOAC International, 16th edn, (P. Cunniff ed.). AOAC International: Gaithersburg, MD. AOAC 938.08 (1938) Ash in Seafood

Bjørkevoll, I., Barnung, T., Kvangarsnes, K., Tobiassen, T., Gundersen, B., Wang, P. A. og Akse., L (2012). Storskala uttesting av fosfat i saltfiskproduksjon av linefanget torskeråstoff. Møreforskingsrapport 12-06.

Bjørkevoll, I, Kjerstad, M., Barnung, T. og Joensen, S. (2011). Bruk av fosfat som proseshjelpemiddel/tilsetningsstoff i saltfiskproduksjon. Møreforskingsrapport MA 11-16.

Bjørkevoll, I. (2009). Effekt av fosfat-tilsetning under pickelsalting på saltfiskkvalitet, utbytte og sluttprodukt. Arbeidsnotat, Møreforskning, august 2009.

Cox, H. E. and Pearson, D. (1962) The Chemical Analysis of Foods Chemical Publishing Co Inc New York p 421.

Dziezak, J.D. (1990). Phosphates improves many food. Food technology, April 1990, pp 80-92.

Ellinger, R. H. (1972). Phosphates as Food Ingredients. CRC Press, Ohio.

Esaiassen, M. og Joensen, S. (2002). Fosfater i fisk, klassifisering, regulering og funksjon. Fiskeriforskningsrapport 6/2002.

Goncalves, A. A og Ribeiro, J. J. D. (2008). Do phosphates improve the seafood quality? Reality and legislation. Pan-american Journal of Aquatic Sciences 3(3): 237-247

ISO 17025 (2005). General requirements for the competence of testing and calibration laboratories.

ISO 5553 (1980). Meat and meat products – Detection of polyphosphates.

- Joensen, S., Gundersen, B., Wang, P.A., Akse, L., Kjerstad, M., Åsli, M., Barnung, T., Heia, K. (2011). Hvitere saltfisk. Småskala forsøk - Delrapport 1. Nofima rapport 33/2011.
- Kaufmann, A., Maden, K., Leisser, M., Matera, M. & Gude, T. (2005). Analysis of phosphates in fish and shrimps tissues by two different ion chromatography methods: Implications on false-negative and –positive findings. *Food Additives and Contamination*, 22 (11): 1073-1082.
- Ke, P.J., Cervantes E. & Robles-Martinez, C. (1984). Determination of thiobarbituric acid reactive substances (TBARS) in fish tissue by an improved distillation—spectrophotometric method. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 35 (1984), pp. 1248–1254.
- Lindkvist, K.B. (2010). Mistrust and Lack of Market Innovation: A Case Study of Loss of Competitiveness in a Seafood Industry. *European Urban and Regional Studies* 17:31. DOI: 10.1177/0969776409348511.
- Ofstad R., Egelanddal, B., Kidman, S. Myklebust, R, Olsen, R.L., Hermannsson, A.M. (1996). Liquid loss as affected by post mortem ultrastructural changes in fish muscle: Cod (*Gadus morhua* L.) and salmon (*Salmo salar*). *J Sci Food Agric* 71 (3): 301-312.
- Pearson, D. (1976). *The Chemical Analysis of Foods*, 7th edn. Edinburgh, UK: Churchill Livingstone.
- Thorarinsdottir, K.A., Arason, S., Sigurgisladottir, S., Valsdottir, T. and Tornberg, E. (2010). Effects of Different pre-salting methods on protein aggregation during heavy salting of cod fillets. *Food Chemistry*, 124, 7-14.
- Thorarinsdottir, K.A., Arason, S., Bogason, S.G. and Kristbergsson, K. (2001). Effects of Phosphate on Yield, Quality and Water-Holding Capacity in the Processing of Salted Cod (*Gadus Morhua*). *J. of Food Science*, vol 66, No. 6.
- Schröder, U. (2010). Changes in Phosphate and Water Content During Processing of Salted Pacific Cod (*Gadus macrocephalus*). *J. of Aquatic Food Product Technology*, 19, 16-25.
- Wyncke, W. (1970). Direct determination of the thiobarbituric acid value in trichloroacetic acid extracts of fish as a measure of oxidative rancidity. *Fette Seifen Anstrichmittel*, Leinfelden 12: 1084-1087.
- Øines, S., Øystad, R. og Husebø, B. W. (1994). Tromling av fiskeråstoff, utvikling av metode og modellprodukter. Norconserv rapport nr. 9/1994.





## 7 VEDLEGG

### 1 Vedlegg 1 - Sensorikkskjema 1

<b>Hvithet</b>	Helt hvit (uvanlig hvit, men normalt preg)
	Hvit som normalt for god saltfisk
	Noe grå eller mørk farge
	Tydelig grå eller mørk farge
<b>Gul</b>	Ingen gulfarge
	Litt gult preg eller små gule flekker
	Gult preg eller enkelte gule områder
	Tydelig gul eller store gule områder
<b>Blodrester</b>	Ingen eller ubetydelig
	Tydelige blodrester (fremkommer som flekk eller område)
<b>Overflate struktur</b>	Helt jevn (uvanlig jevn)
	Normal (som en god saltfisk)
	Noe opprevet/spaltet (spor etter injisering)
	Mye opprevet /spaltet (kraftige spor etter injisering)
<b>Naturlig saltfisk</b>	Som naturlig
	Noe avvikende lukt eller farge (Marker med L eller F)
	Kraftig avvikende lukt eller farge (Marker med L eller F)

## Vedlegg 2 – Sensorikskjema 2

Vurdering av:

Gruppenr:

Dato:

		<i>prøve skala</i>	nr	nr	nr	nr	nr
<b>Farge</b> (grunnfarge)	Helt hvit (uvanlig hvit)	9					
		8					
	Hvit som normalt god saltfisk	7					
		6					
	Svakt grå/mørk	5					
		4					
	Grå/mørk	3					
	2						
	1						
<b>Gulfarge</b>	Ingen gulfarge	9					
		8					
	Svakt gult preg og/eller små gule flekker	7					
		6					
	Noe gult preg og/eller gule flekker	5					
		4					
Tydlig gult preg og/eller gule flekker	3						
	2						
	1						
<b>Rødfarge</b> (blodfeil)	Ingen rødfarge	9					
		8					
	Svakt rødlig skjær i tykkfisk og/eller buk	7					
		6					
	Noe rød farge i muskel og/eller små røde flekker	5					
		4					
Rød farge i muskel og/eller røde flekker	3						
	2						
	1						
<b>Spalting</b>	Helt jevn (uvanlig jevn)	9					
		8					
	Normal som for god saltfisk	7					
		6					
	Litt spaltet/opprevet	5					
		4					
Moderat spaltet/opprevet	3						
	2						
	1						
<b>Lukt</b>	Kraftig, moden saltfisklukt	9					
		8					
	Bruk <b>A</b> ved avvikende lukt	7					
		6					
	Noe saltfisklukt/svakt avvikende	5					
		4					
	Svak saltfisklukt/noe avvikende	3					
	2						
	1						
<b>Kommentarer</b>							



### Vedlegg 3 – Analyseresultater – Forsøk med ferskt råstoff

#### **SAMPLING.**

First trial samples were received in two shipments. First shipment was composed of 41 samples corresponding to the fresh raw material (5) and the heavy-salted cod (36). The second shipment included the remaining light-salted samples (12), apart from some of the second trial material (53) and additional fillets for analysis (15).

Table 1: Shipment data

	DATE OF RECEPTION	Nº SAMPLES	RECEPTION CONDITIONS
FIRST SHIPMENT	4th may 2011	41	No thawing defects or symptoms of sample damage
SECOND SHIPMENT	13th July 2011	80	No thawing defects or symptoms of sample damage

Fresh raw material trial samples were classified and codified as follows, depending on the processing method and the level of additives used.

#### Concerning processing method:

G.0: Raw material.

G.I: Injection – Pickelsalting with addition of brine (1kg brine:10 kg fish) - Drysalting

G.II: Injection – Brining (bath) 24 hours at 2-4 C - Drysalting

G.III: Pickelsalting with addition of brine (1kg brine: 5 kg fish) – Drysalting

L.V: Light salting.

#### Concerning the level of additives:

(1) Control – No phosphates.

(2) 0,4 % phosphates.

(3) 0,8 % phosphates

(4) 1,6 % phosphates.

Each one of the samples collected (either raw material, heavy and light salted samples) was composed of two sub-samples. One of them was selected for analysis and properly

acconditioned (Heavy salted samples were kept chilled at 6-8° c prior analysis. Light salted samples and raw material were kept frozen at -18° c.). The second was stored frozen in industrial freezing cameras at -18° c as a reserve for future analytical procedures or rehydratation studies. Analysis in heavy salted samples has been carried out within 10 days time in order to prevent any differences in oxidation or phosphate levels arising from delayed storage.

Each one of the crossed processed groups was composed by three samples, meanwhile for the raw material characterization five samples were analysed. This sums up the previously commented 53 sample set.

ANFACO-CECOPECA’s internal codes were used for sample data submission and saving in the laborathory software. The key to the codes is shown in the figure below.

Table 2: Fresh raw material trial sample codification.

FRESH RAW MATERIAL		
G.0	1105442	G.0.A
	1105443	G.0.B
	1105444	G.0.C
	1105445	G.0.D
	1105446	G.0.E

HEAVY SALTED	PROC	0% - 1		0.4% - 2		0.8% - 3		1.6% - 4	
	G.I	1105447	G.I.1.A	1105450	G.I.2.A	1105453	G.I.3.A	1105456	G.I.4.A
		1105448	G.I.1.B	1105451	G.I.2.B	1105454	G.I.3.B	1105457	G.I.4.B
		1105449	G.I.1.C	1105452	G.I.2.A	1105455	G.I.3.C	1105458	G.I.4.C
	G.II	1105459	G.II.1.A	1105462	G.II.2.A	1105465	G.II.3.A	1105468	G.II.4.A
		1105460	G.II.1.B	1105463	G.II.2.B	1105466	G.II.3.B	1105469	G.II.4.B
		1105461	G.II.1.C	1105464	G.II.2.C	1105467	G.II.3.C	1105470	G.II.4.C

	G.III	1105471	G.III.1.A	1105474	G.III.2.A	1105477	G.III.3.A	1105480	G.III.4.A
		1105472	G.III.1.B	1105475	G.III.2.B	1105478	G.III.3.B	1105481	G.III.4.B
		1105473	G.III.1.C	1105476	G.III.2.C	1105479	G.III.3.C	1105482	G.III.4.C

LIGHT SALTED	PROC		0% - 1		0.4% - 2		0.8% - 3		1.6% - 4
	L.V	1109216	L.V.1.A	1109219	L.V.2.A	1109222	L.V.3.A	1109225	L.V.4.A
		1109217	L.V.1.B	1109220	L.V.2.B	1109223	L.V.3.B	1109226	L.V.4.B
		1109218	L.V.1.C	1109221	L.V.2.A	1109224	L.V.3.C	1109227	L.V.4.C

Fillet processing for analysis includes thawing at room temperature and sample homogeneization in a laboratory mincer.

## RESULTS

### MINERAL CONTENTS

The final mineral contents show some interesting information about the different salting procedures and the level of additives used. Individual results could be seen in the table of the Anex I.

Sodium and salt (NaCl) levels are quite uniform, rising from an approximate 0,23% (NaCl) in raw material to 4,54 % (NaCl) in light salted samples, and 19,71% (NaCl) in all heavy salted samples (average data).

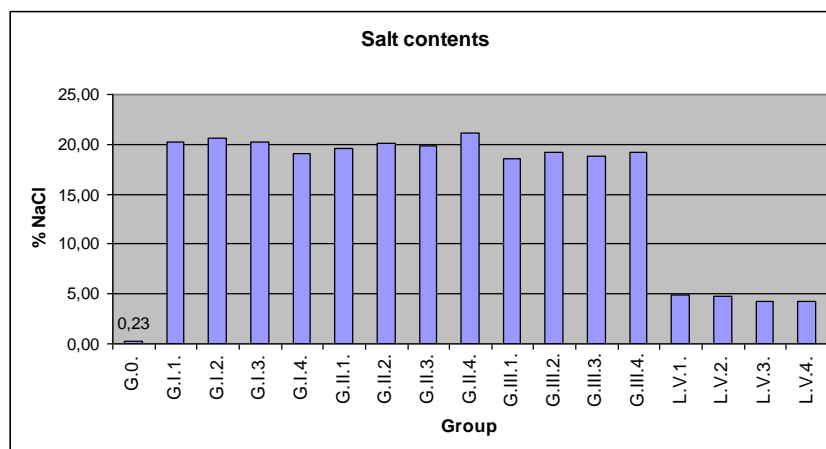


Figure 1: Average salt contents.

Apart from the evident differences between raw material, light salted samples and heavy salted samples, statistical data treatment (ANOVA) has found out significant differences between heavy salting procedures; where both injection groups (G.I and G.II) give similar results, meanwhile G.III treatment proportionates heavy salted cod slightly reduced salt contents.

Student-Newman-Keuls - NaCl					
Salting	N	Subset for alpha = .05			
		1	2	3	4
G0 (Raw material)	5	0,2260			
G5 (Light salted)	12		4,5417		
G3 (Pickelsalting 20 % Brine Drysalting)	12			18,9250	
G1 (Injection - Pickelsalting - Drysalting)	12				20,0330
G2 (injection - Brining - Drysalting)	12				20,1750
Sig.		1.000	1.000	1.000	.602

Table 3: ANOVA Post-Hoc (SNK) from salt contents

Potassium contents show a different trend. Average raw material concentrations are around 0,32 g K/100g and seem not to change considerably with the applied salting procedures. Nevertheless, it should be reminded that CARNAL 2110 is a blend of sodium and potassium salts, so as it is clearly noticeable, a more intensive additive concentration results in compensating and even increasing this natural potassium content to levels bordering 0,45 g K/100g. Light salted samples respects the same pattern, with potassium levels straightforward to additive concentration.

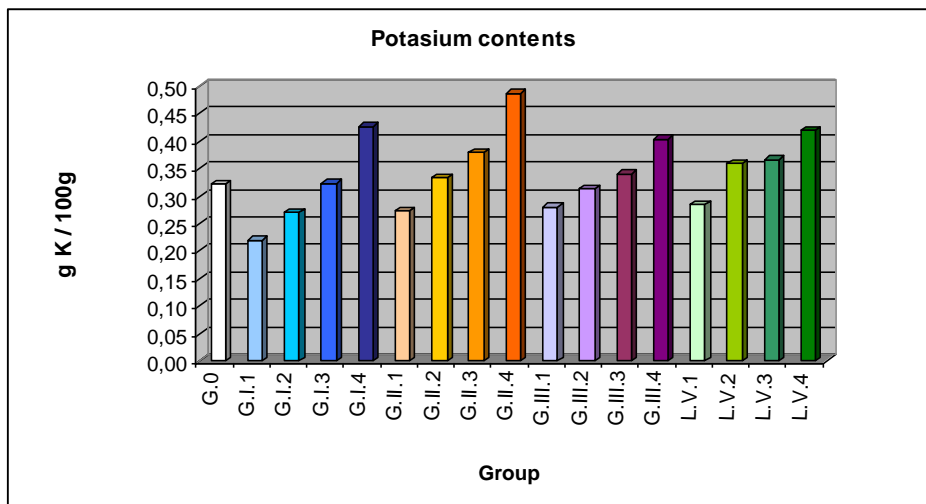


Figure 2: Average potassium contents.

Post-Hoc SNK test states this clear relationship between the grade of the CARNAL 2110 addition and the potassium content with all the phosphate treatments clearly separated from each other.

Student-Newman-Keuls - K levels					
Processing	N	Subset for alpha = .05			
		1	2	3	4
0 % P2O5	9	.2578			
0,4 % P2O5	9		.3056		
0,8 % P2O5	9			.3478	
1,6 % P2O5	9				.4389
Sig.		1.000	1.000	1.000	1.000

Table 4: ANOVA Post-Hoc (SNK) from salt contents

Magnesium and Calcium show in line trends, with an evident increase in the concentrations from raw material and light salted cod to heavy salted products, where levels finally oscilate around 250 mgCa/Kg and 500 mgMg/Kg respectively .

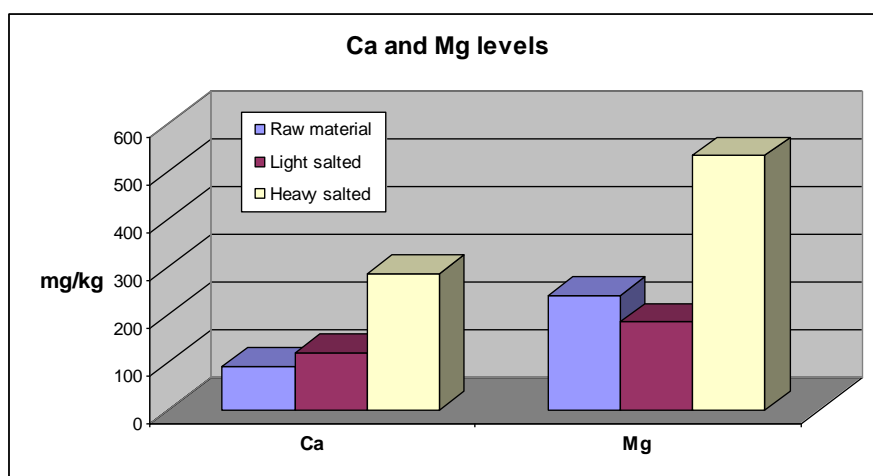


Figure 2: Average calcium and magnesium contents.

Apart from the weight effect, this demonstrates that natural calcium and magnesium do not leak out during water-salt exchange, or in case they do, there is a compensation with the incoming calcium and magnesium that salt is providing to cod tissues. We can demonstrate that is salt who provides calcium and magnesium, and not the CARNAL additive since there are not any significant differences between phosphates treatments, as it can be seen in the figure below (All sig. values are over the 0,05 significance threshold).

ANOVA		df	Mean Square	F	Sig. (threshold=0.05)
<b>Ca</b>	Between Groups	3	6.106.444	1.164	.339
	Within Groups	32	5.245.007		
	Total	35			
<b>Mg</b>	Between Groups	3	7.474.111	.554	.649
	Within Groups	32	13.482.382		
	Total	35			

Table 5: ANOVA significance values for Ca and Mg contents.

Raw material and light salted products have similar calcium and magnesium levels, and statistically differ from heavy-salted fillets, which group together as well. Only G.II magnesium results are slightly lower than the other heavy-salted products, maybe because of the brining process, but possibly could group together in case a longer sample set would have been considered.

Student-Newman-Keuls - Ca				Student-Newman-Keuls - Mg				
Salting	N	Subset for alpha = .05		Salting	N	Subset for alpha = .05		
		1	2			1	2	3
G0 (Raw material)	5	92,80		G5 (Light salted)	12	184,66		
G5 (Light salted)	12	119,83		G0 (Raw material)	5	239,60		
G2 (injection - Brining - Drysalting)	12		256,42	G2 (injection - Brining - Drysalting)	12		462,26	
G3 (Pickelsalting 20 % Brine - Drysalting)	12		299,16	G1 (Injection - Pickelsalting - Drysalting)	12			553,37
G1 (Injection - Pickelsalting - Drysalting)	12		302,08	G3 (Pickelsalting 20 % Brine - Drysalting)	12			580,75
Sig.		.334	.236	Sig.		.178	1.000	.505

Table 6: ANOVA Post-Hoc (SNK) for Ca and Mg contents.

Zinc levels vary at random around the average 4.1 mg/kg, and are not to be related neither to phosphate treatments nor salting methods.

Iron variability is much higher and this difficults to make any of interpretations with such a reduced sample set. Statistical analysis unveils higher iron concentrations in raw material samples compared to processed cod fillets.

Student-Newman-Keuls - Fe			
Salting	N	Subset for alpha = .05	
		1	2
G5 (Light salted)	12	1,13	
G1 (Injection - Pickelsalting - Drysalting)	12	2,48	
G3 (Pickelsalting 20 % Brine - Drysalting)	12	3,27	
G2 (injection - Brining - Drysalting)	12	3,38	
G0 (Raw material)	5		10,36
Sig.		.732	1.000

Table 7: ANOVA Post-Hoc (SNK) for Iron contents.

As the case of arsenic (detailed below). There are significant differences between raw material levels and processed samples. Any salting related effect interpretation would not be consistent with the similarities in the iron levels between light -salted and heavy-salted fillets. A raw material washing step, to eliminate blood spots, prior heavy or light salting could be behind these results, but maybe it is just a consequence of the internal variability of reduced sample set studied.

#### Copper , cadmium and arsenic

The simultaneousness of the ICP-OES technique allowed to gather cadmium and arsenic results along with the rest of the minority elements considered. Despite the fact that sensitivity for cadmium is limited, and far from legislation tolerances (0,050 mg/kg) for cod, all samples showed values under 0,25 mg Cd/Kg .

Arsenic results seem to show some interesting features. Despite the fact that internal variability is high, ANOVA statistical analysis has found significant differences between raw material and heavy-salted levels. The higher values in raw material samples might be interpreted as a processing related effect, with arsenic compounds loss from cod muscle tissue during salting, but results show no arsenic differences between heavy salted and light salted cod, and this does not support this interpretation. Nevertheless, this important concentration of arsenic in raw material samples (average 16.14 mg/kg), should be taken into consideration, even though EU legislation does not include any foodstuff arsenic tolerances.

Copper results also represent minor amounts. Some of the heavy-salted samples were also analysed by graphite furnace atomic absorption spectroscopy, a more sensitive technique, in order to detect copper trace amounts. No differences were found among groups, and all results (below 1 mg/kg) become meaningless and useless to make any processing considerations.

POLYPHOSPHATES AND TOTAL PHOSPHORUS.

An authorized level of phosphates in final product was achieved in all samples except one case (G.II.4), which is bordering legislation tolerances. The initial level of phosphates in raw material (0,38g P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/100g) is significantly reduced during all heavy-salting procedures, relying in control sample results. This may indicate that part of the natural soluble phosphates are released from the tissues on the outgoing liquid during salting, as it has been also documented in literature ( Thorarinsdottir et al - Journal of Food Science(2006)). It is surprising the reduced phosphates level in control light-salted samples ( average 0,26 P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/100g), compared to raw material levels. This could be studied in detail because no explanation has been found yet to this situation.

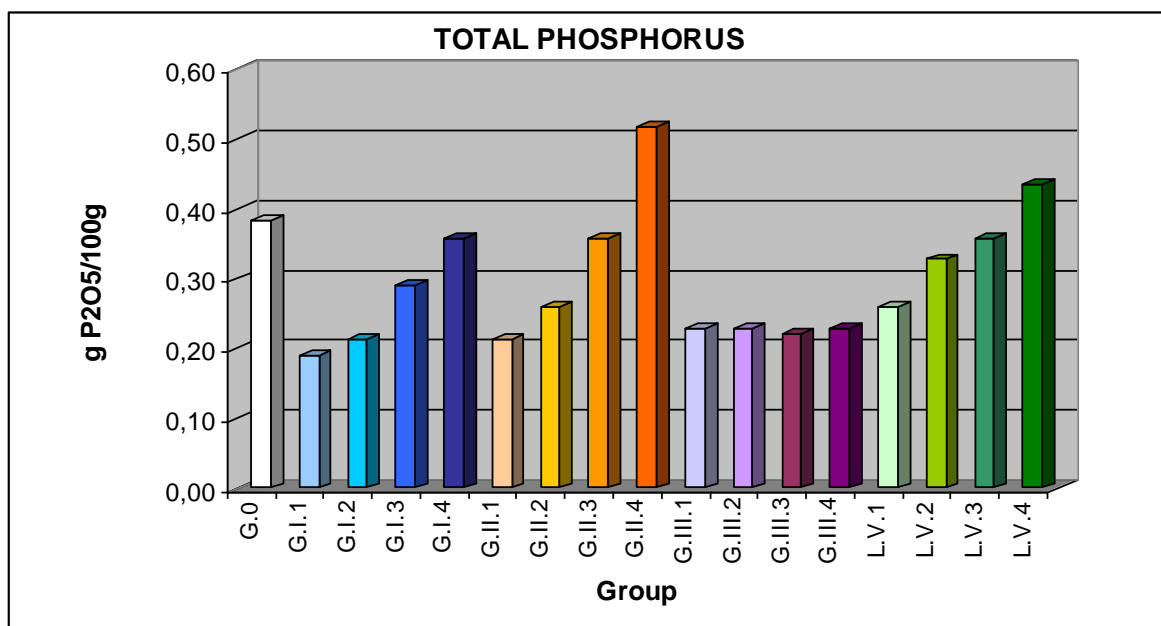


Figure 3: Sample P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> results .

There is an increasing concentration of phosphates in samples along with the intensity of the additives treatment. All but one simulated groups respect the legal tolerances ( 0,5 P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/100g). In fact phosphates additives help samples to recover their natural phosphorus



content, and only the most intense treatment was sufficient to reach the raw material levels. It seems that the second salting procedure ( Injection – Brining (bath) 24 hours at 2-4 C – Drysalting) is the most effective method for the absorption of phosphates by the cod muscle tissues. Maybe the prolonged immersion of the samples in the additives bath is behind the relatively high final results.

The third salting procedure (Pickelsalting with addition of brine (1kg brine: 5 kg fish) followed by drysalting) shows some strange results since no increase in phosphates was detected. This is not consistent to the previously commented potassium pattern which seemed to show some additives absorption. Besides the polyphosphate determination finds some triphosphate levels in G.III.3 samples. Total phosphorus determination was repeated trying to find any mistake during analysis, but the same results were obtained. In order to clarify this situation, and making use of the remaining fillets, we will proceed to re-analyse these group.

In the figure below we can check the statistical evaluation of the results of the different phosphate treatments. Although the number of samples in each group is short, they hint some interesting information. As it was previously commented, G.III does not show any differences in the phosphate treatment, meanwhile the other group results reflect the increasing trend of phosphate levels along with the intensity of the treatments. Only the 0,4% P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> addition in G.I is not statistically different from the raw material levels.

Student-Newman-Keuls - Total P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>						
G.I: Injection – Pickelsalting with addition of brine (1kg brine:10 kg fish) - Drysalting						
Processing	N	Subset for alpha = .05				
		1	2	3		
0 % P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	3	.1900				
0,4 % P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	3	.2133				
0,8 % P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	3		.2900			
1,6 % P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	3			.3600		
Sig.		.337	1.000	1.000		
G.II: Injection - Brining (bath) 24 hours at 2-4 C - Drysalting						
Processing	N	Subset for alpha = .05				
		1	2	3	4	
0 % P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	3	.2167				
0,4 % P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	3		.2567			
0,8 % P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	3			.3600		
1,6 % P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	3				.5200	
Sig.		1.000	1.000	1.000	1.000	
G.III: Pickelsalting with addition of brine (1kg brine: 5 kg fish) – Drysalting						
Processing	N	Subset for alpha = .05				
		1				
0 % P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	3	.2300				
0,4 % P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	3	.2300				
0,8 % P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	3	.2200				
1,6 % P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	3	.2300				
Sig.		.963				
Light salting.						
Processing	N	Subset for alpha = .05				
		1	2	3	4	
0 % P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	3	.2567				
0,4 % P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	3		.3267			
0,8 % P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	3			.3600		
1,6 % P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	3				.4367	
Sig.		1.000	1.000	1.000	1.000	

Table 8: ANOVA Post-Hoc (SNK) for phosphate contents.

Polyphosphate results with the HPTLC technique display unexpected results. Migration of CARNAL phosphates into the thin layer was higher than common standards, these may be due to the shorter chain polyphosphate congeners these complex contains.

It seems that degradation of phosphate has been important. As it has been documented in literature and verified in our experience, both chemical and enzymatic reactions degradate polyphosphates to orthophosphates. Besides, the acidic extraction step into our HPTLC technique is possibly contributing to this degradation.

This factor makes that only the most intense treatments in G.II and G.III present polyphosphate residues. No diphosphate was detected in any of the analysed samples; but what it is more surprising is that G.III samples exhibit phosphate residues when total phosphorus levels, seem to be unaffected by the additives treatment. These determinations will be repeated in order to check if analysis uncertainty is behind this strange situation.

### OXIDATION

The evaluation of the oxidation state of cod samples was affected by the internal variability of each one of the samples in addition to uncertainty of the analytical method (see annex III).

Peroxides value tests also low values for all the samples with the exception of the light salted samples. Although there is high variability in the results, even within groups, it seems that light salted cod processing and/or storage is more susceptible to oxidation than heavy salting with the storage conditions and timing proposed in this trial. All raw material samples showed no rancidity symptoms since their peroxide value is under the method quantification threshold. Table below displays this clear difference between light-salted and heavy-salted data.

Student-Newman-Keuls - Peroxides Value			
Salting	N	Subset for alpha = .05	
		1	2
G0 (Raw material)	5	1,00	
G2 (injection - Brining - Drysalting)	12	14,07	
G3 (Pickelsalting 20 % Brine - Drysalting)	12	21,22	
G1 (Injection - Pickelsalting - Drysalting)	12	33,33	
G5 (Light salted)	12		138,57
Sig.		.577	1.000

Table 9: ANOVA Post-Hoc (SNK) for the obtained peroxides values.

The great variability does not contribute to make any interpretation for the PV results of the proposed phosphate additions. In the table below we can see the enormous internal deviation.

	PHOSPHATE GROUP	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	Maximum
Peroxides	0 % P2O5	12	63.3808	85.04254	24.54967	216.22
	0,4 % P2O5	12	69.1750	112.03700	32.34230	406.25
	0,8 % P2O5	12	26.8175	32.04027	9.24923	104.17
	1,6 % P2O5	12	47.8133	46.11646	13.31268	152.78
	0% P2O5 Raw material	5	1.0000	.00000	.00000	1.00
	Total	53	47.0045	72.97429	10.02379	406.25

Table 10: Phosphate treatment groups statistical descriptives.

The statistical test demonstrates that there is not any relationship between the additives addition and the obtained oxidation values in the studied samples. The table below shows that the significance result is over the 95% confidence threshold (0,05).

	ANOVA- PHOSPHATE TREATMENTS	df	Mean Square	F	Sig. (threshold=0.05)
Peroxides	Between Groups	4	6.149	1.170	.336
	Within Groups	48	5.256		
	Total	52			

Table 5: ANOVA significance values for Ca and Mg contents.

The secondary oxidation was not substantial according to the TBA results, which are significantly low (< 3 mg/Kg muscle tissue). Frequently this TBA index is strongly correlated to sensorial defects, so taking these results as a reference, none of the trial samples should have developed substantial quality defects.

## HPLC METHOD DEVELOPMENT

Due to problems with the new CORONA detector delivery and installation, the new method development has been delayed. All the tutorials have been taken place and the instrument is now ready for use, but there are not any results to report yet.

ANEX I: MINERAL RESULTS

HEAVY SALTED  
FRESH RAW MATERIAL TRIAL

SMP	ANFACO CODE	Na	ClNa	K	Ca	Mg	P	P2O5	Fe	Cu	Zn	Cd	As
		(g/100g)	(g/100g)	(g/100g)	(mg/Kg)	(mg/Kg)	(g/100g)	(g/100g)	(mg/Kg)	(mg/Kg)	(mg/Kg)	(mg/Kg)	(mg/Kg)
G.0.A	1105442	0,10	0,25	0,32	87	223	0,17	0,39	5,8	0,12	3,5	<0,25	14,5
G.0.B	1105443	0,09	0,23	0,35	95	246	0,18	0,41	5,2	< 0,10	3,4	<0,25	31,6
G.0.C	1105444	0,08	0,20	0,34	84	242	0,18	0,41	24,6	0,14	3,8	<0,25	6,1
G.0.D	1105445	0,08	0,20	0,30	91	239	0,15	0,34	10,4	0,10	3,1	<0,25	10,9
G.0.E	1105446	0,10	0,25	0,30	107	248	0,16	0,37	5,8	< 0,10	3,1	<0,25	17,6
G.I.1.A	1105447	8,08	20,5	0,23	366	622	0,08	0,18	<1,0	<0,10	3,6	< 0,25	1,6
G.I.1.B	1105448	7,84	19,9	0,21	506	705	0,09	0,21	2,5	<0,10	3,9	< 0,25	1,9
G.I.1.C	1105449	7,91	20,1	0,22	408	685	0,08	0,18	2,5	0,10	5,1	< 0,25	1,5
G.I.2.A	1105450	8,28	21,0	0,29	242	444	0,11	0,25	2,4	0,14	3,9	< 0,25	3,0
G.I.2.B	1105451	8,21	20,9	0,27	240	458	0,09	0,21	2,0	<0,10	4,0	< 0,25	1,9
G.I.2.C	1105452	7,90	20,1	0,25	344	630	0,08	0,18	2,0	<0,10	4,0	< 0,25	2,2
G.I.3.A	1105453	7,87	20,0	0,32	241	550	0,12	0,27	2,4	0,17	6,0	< 0,25	1,4
G.I.3.B	1105454	8,17	20,8	0,33	290	594	0,13	0,30	2,1	0,12	4,3	< 0,25	1,4
G.I.3.C	1105455	7,83	19,9	0,32	309	537	0,13	0,30	1,9	0,17	4,6	< 0,25	1,3
G.I.4.A	1105456	7,41	18,8	0,42	248	436	0,16	0,37	<1,0	0,10	4,2	< 0,25	1,9
G.I.4.B	1105457	7,70	19,6	0,45	210	466	0,17	0,39	10,5	<0,10	3,7	< 0,25	1,5
G.I.4.C	1105458	7,40	18,8	0,41	221	518	0,14	0,32	<1,0	0,26	4,7	< 0,25	3,9
G.II.1.A	1105459	7,56	19,2	0,27	208	291	0,10	0,23	<1,0	0,10	2,8	< 0,25	1,7
G.II.1.B	1105460	7,86	20,0	0,28	197	311	0,09	0,21	2,0	<0,10	3,1	< 0,25	5,1
G.II.1.C	1105461	7,68	19,5	0,27	227	298	0,09	0,21	<1,0	0,11	4,0	< 0,25	3,3
G.II.2.A	1105462	7,86	20,0	0,33	246	414	0,11	0,25	<1,0	0,16	3,6	< 0,25	2,0
G.II.2.B	1105463	7,97	20,3	0,32	274	495	0,11	0,25	1,9	<0,10	4,1	< 0,25	1,4
G.II.2.C	1105464	7,87	20,0	0,35	224	522	0,12	0,27	2,4	<0,10	4,1	< 0,25	5,8
G.II.3.A	1105465	7,90	20,1	0,37	267	587	0,16	0,37	<1,0	0,86	3,6	< 0,25	2,5
G.II.3.B	1105466	7,78	19,8	0,40	215	391	0,16	0,37	2,4	0,27	4,0	< 0,25	2,4
G.II.3.C	1105467	7,81	19,9	0,37	236	438	0,15	0,34	<1,0	0,22	4,0	< 0,25	2,6
G.II.4.A	1105468	8,69	22,1	0,49	368	673	0,23	0,53	2,0	0,19	3,3	< 0,25	2,0
G.II.4.B	1105469	8,09	20,6	0,47	265	546	0,22	0,50	2,1	0,22	3,6	< 0,25	5,0
G.II.4.C	1105470	8,10	20,6	0,50	350	586	0,23	0,53	25,3	0,34	4,5	< 0,25	2,7
G.III.1.A	1105471	7,52	19,1	0,31	278	479	0,11	0,25	2,1	<0,10	4,3	< 0,25	6,3
G.III.1.B	1105472	7,35	18,7	0,29	260	573	0,10	0,23	< 1,0	<0,10	3,8	< 0,25	3,5
G.III.1.C	1105473	7,00	17,8	0,24	387	628	0,09	0,21	< 1,0	<0,10	4,6	< 0,25	5,4
G.III.2.A	1105474	7,68	19,5	0,33	236	476	0,10	0,23	2,1	0,16	4,8	< 0,25	4,2
G.III.2.B	1105475	7,75	19,7	0,33	202	425	0,11	0,25	2,0	0,23	3,6	< 0,25	2,5
G.III.2.C	1105476	7,18	18,3	0,28	366	685	0,09	0,21	< 1,0	0,19	4,4	< 0,25	3,6
G.III.3.A	1105477	7,38	18,8	0,36	201	506	0,12	0,27	1,9	<0,10	4,5	< 0,25	4,3
G.III.3.B	1105478	7,40	18,8	0,33	276	633	0,09	0,21	<1,0	<0,10	3,9	< 0,25	4,0
G.III.3.C	1105479	7,48	19,0	0,33	342	724	0,08	0,18	2,2	<0,10	4,4	< 0,25	5,2
G.III.4.A	1105480	7,48	19,0	0,40	297	596	0,11	0,25	6,4	0,10	5,4	< 0,25	2,5
G.III.4.B	1105481	7,58	19,3	0,39	359	629	0,1	0,23	5,6	<0,10	6,4	< 0,25	2,0
G.III.4.C	1105482	7,53	19,1	0,42	386	615	0,09	0,21	14,9	0,22	5,4	< 0,25	3,2

STABILIZING QUALITY OF LIGHT SALTED AND FULLY CURED COD

SMP	ANFACO CODE	Na	ClNa	K	Ca	Mg	P	P2O5	Fe	Cu	Zn	Cd	As
		(g/100g)	(g/100g)	(g/100g)	(mg/Kg)	(mg/Kg)	(g/100g)	(g/100g)	(mg/Kg)	(mg/Kg)	(mg/Kg)	(mg/Kg)	(mg/Kg)
L.V.1.A	1109216	2,01	5,1	0,29*	144	166	0,11	0,25	<1,0	< 0,5	2,5	< 0,25	2,5
L.V.1.B	1109217	1,80	4,6	0,26	136	174	0,11	0,25	2,4	< 0,5	2,5	< 0,25	13,1
L.V.1.C	1109218	1,97	5,0	0,31	139	186	0,12	0,27	<1,0	< 0,5	2,6	< 0,25	2,9
L.V.2.A	1109219	1,70	4,3	0,36	123	200	0,15	0,34	<1,0	< 0,5	2,6	< 0,25	3,5
L.V.2.B	1109220	1,96	5,0	0,36	112	194	0,14	0,32	1,8	< 0,5	2,5	< 0,25	6,3
L.V.2.C	1109221	1,98	5,0	0,36	129	195	0,14	0,32	<1,0	< 0,5	2,8	< 0,25	6,0
L.V.3.A	1109222	1,65	4,2	0,36	112	187	0,16	0,37	<1,0	< 0,5	3,6	< 0,25	3,1
L.V.3.B	1109223	1,78	4,5	0,38	117	181	0,15	0,34	<1,0	< 0,5	2,6	< 0,25	14,3
L.V.3.C	1109224	1,60	4,1	0,36	102	188	0,16	0,37	<1,0	< 0,5	2,7	< 0,25	1,1
L.V.4.A	1109225	1,72	4,4	0,41	112	186	0,18	0,41	<1,0	< 0,5	2,8	< 0,25	1,3
L.V.4.B	1109226	1,77	4,5	0,45	107	182	0,20	0,46	2,1	< 0,5	3,3	< 0,25	4,8
L.V.4.C	1109227	1,50	3,8	0,40	105	177	0,19	0,44	3,2	< 0,5	3,9	< 0,25	2,6

LIGHT SALTED

FRESH RAW MATERIAL TRIAL

ANEX II: POLYPHOSPHATES RESULTS

LIGHT SALTED	FRESH RAW MATERIAL TRIAL	SMP	ANFACO CODE	DIPHOSPHATE		TRIPHOSPHATE		HEXAMETAPHOSPHATE		COMMENTS
				(gP/100g)	(gP2O5/100g)	(gP/100g)	(gP2O5/100g)	(gP/100g)	(gP2O5/100g)	
		L.V.1.A	1109216	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
L.V.1.B	1109217	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED		
L.V.1.C	1109218	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED		
L.V.2.A	1109219	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED		
L.V.2.B	1109220	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED		
L.V.2.C	1109221	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED		
L.V.3.A	1109222	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED		
L.V.3.B	1109223	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	MINOR TRIPHOSPHATE RESIDUES DETECTED		
L.V.3.C	1109224	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	MINOR TRIPHOSPHATE RESIDUES DETECTED		
L.V.4.A	1109225	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	MINOR TRIPHOSPHATE RESIDUES DETECTED		
L.V.4.B	1109226	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	MINOR TRIPHOSPHATE RESIDUES DETECTED		
L.V.4.C	1109227	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	MINOR TRIPHOSPHATE RESIDUES DETECTED		

STABILIZING QUALITY OF LIGHT SALTED AND FULLY CURED COD

SMP	ANFACO CODE	DIPHOSPHATE		TRIPHOSPHATE		HEXAMETAPHOSPHATE		COMMENTS
		(gP/100g)	(gP2O5/100g)	(gP/100g)	(gP2O5/100g)	(gP/100g)	(gP2O5/100g)	
G.0.A	1105442	< 0.03	< 0.06	<0.03	<0.07	< 0.04	< 0.09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
G.0.B	1105443	< 0.03	< 0.06	<0.03	<0.07	< 0.04	< 0.09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
G.0.C	1105444	< 0.03	< 0.06	<0.03	<0.07	< 0.04	< 0.09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
G.0.D	1105445	< 0.03	< 0.06	<0.03	<0.07	< 0.04	< 0.09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
G.0.E	1105446	< 0.03	< 0.06	<0.03	<0.07	< 0.04	< 0.09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
G.I.1.A	1105447	< 0.03	< 0.06	<0.03	<0.07	< 0.04	< 0.09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
G.I.1.B	1105448	< 0.03	< 0.06	<0.03	<0.07	< 0.04	< 0.09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
G.I.1.C	1105449	< 0.03	< 0.06	<0.03	<0.07	< 0.04	< 0.09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
G.I.2.A	1105450	< 0.03	< 0.06	<0.03	<0.07	< 0.04	< 0.09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
G.I.2.B	1105451	< 0.03	< 0.06	<0.03	<0.07	< 0.04	< 0.09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
G.I.2.C	1105452	< 0.03	< 0.06	<0.03	<0.07	< 0.04	< 0.09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
G.I.3.A	1105453	< 0.03	< 0.06	<0.03	<0.07	< 0.04	< 0.09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
G.I.3.B	1105454	< 0.03	< 0.06	<0.03	<0.07	< 0.04	< 0.09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
G.I.3.C	1105455	< 0.03	< 0.06	<0.03	<0.07	< 0.04	< 0.09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
G.I.4.A	1105456	< 0.03	< 0.06	<0.03	<0.07	< 0.04	< 0.09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
G.I.4.B	1105457	< 0.03	< 0.06	<0.03	<0.07	< 0.04	< 0.09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
G.I.4.C	1105458	< 0.03	< 0.06	<0.03	<0.07	< 0.04	< 0.09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
G.II.1.A	1105459	< 0.03	< 0.06	<0.03	<0.07	< 0.04	< 0.09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
G.II.1.B	1105460	< 0.03	< 0.06	<0.03	<0.07	< 0.04	< 0.09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
G.II.1.C	1105461	< 0.03	< 0.06	<0.03	<0.07	< 0.04	< 0.09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
G.II.2.A	1105462	< 0.03	< 0.06	<0.03	<0.07	< 0.04	< 0.09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
G.II.2.B	1105463	< 0.03	< 0.06	<0.03	<0.07	< 0.04	< 0.09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
G.II.2.C	1105464	< 0.03	< 0.06	<0.03	<0.07	< 0.04	< 0.09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
G.II.3.A	1105465	< 0.03	< 0.06	<0.03	<0.07	< 0.04	< 0.09	MINOR TRIPHOSPHATE RESIDUES DETECTED
G.II.3.B	1105466	< 0.03	< 0.06	<0.03	<0.07	< 0.04	< 0.09	MINOR TRIPHOSPHATE RESIDUES DETECTED
G.II.3.C	1105467	< 0.03	< 0.06	<0.03	<0.07	< 0.04	< 0.09	MINOR TRIPHOSPHATE RESIDUES DETECTED
G.II.4.A	1105468	< 0.03	< 0.06	<0.03	<0.07	< 0.04	< 0.09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
G.II.4.B	1105469	< 0.03	< 0.06	<0.03	<0.07	< 0.04	< 0.09	MINOR TRIPHOSPHATE RESIDUES DETECTED
G.II.4.C	1105470	< 0.03	< 0.06	<0.03	<0.07	< 0.04	< 0.09	MINOR TRIPHOSPHATE RESIDUES DETECTED
G.III.1.A	1105471	< 0.03	< 0.06	<0.03	<0.07	< 0.04	< 0.09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
G.III.1.B	1105472	< 0.03	< 0.06	<0.03	<0.07	< 0.04	< 0.09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
G.III.1.C	1105473	< 0.03	< 0.06	<0.03	<0.07	< 0.04	< 0.09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
G.III.2.A	1105474	< 0.03	< 0.06	<0.03	<0.07	< 0.04	< 0.09	MINOR TRIPHOSPHATE RESIDUES DETECTED
G.III.2.B	1105475	< 0.03	< 0.06	<0.03	<0.07	< 0.04	< 0.09	MINOR TRIPHOSPHATE RESIDUES DETECTED
G.III.2.C	1105476	< 0.03	< 0.06	<0.03	<0.07	< 0.04	< 0.09	MINOR TRIPHOSPHATE RESIDUES DETECTED
G.III.3.A	1105477	< 0.03	< 0.06	0.07	0.15	< 0.04	< 0.09	TRIPHOSPHATE RESIDUES QUANTIFIED
G.III.3.B	1105478	< 0.03	< 0.06	0.05	0.11	< 0.04	< 0.09	TRIPHOSPHATE RESIDUES QUANTIFIED
G.III.3.C	1105479	< 0.03	< 0.06	0.10	0.23	< 0.04	< 0.09	TRIPHOSPHATE RESIDUES QUANTIFIED
G.III.4.A	1105480	< 0.03	< 0.06	<0.03	<0.07	< 0.04	< 0.09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
G.III.4.B	1105481	< 0.03	< 0.06	<0.03	<0.07	< 0.04	< 0.09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
G.III.4.C	1105482	< 0.03	< 0.06	<0.03	<0.07	< 0.04	< 0.09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED

HEAVY SALTED

FRESH RAW MATERIAL TRIAL



ANNEX III: OXIDATION RESULTS

	SMP	ANFACO CODE	PEROXIDES INDEX (meq, O2/Kg.fat)	TBA INDEX (mg/Kg muscle tissue)
FRESH RAW MATERIAL TRIAL	G.0.A	1105442	<2,00	0.5
	G.0.B	1105443	<2,00	0.3
	G.0.C	1105444	<2,00	0.6
	G.0.D	1105445	<2,00	0.4
	G.0.5	1105446	<2,00	0.4
	G.I.1.A	1105447	129,63	0,3
	G.I.1.B	1105448	<2,00	0,8
	G.I.1.C	1105449	127,77	1,3
	G.I.2.A	1105450	40,98	1,3
	G.I.2.B	1105451	<2,00	2.0
	G.I.2.C	1105452	33,9	0,6
	G.I.3.A	1105453	<2,00	1,7
	G.I.3.B	1105454	<2,00	2,2
	G.I.3.C	1105455	<2,00	1,2
	G.I.4.A	1105456	37,04	2,1
	G.I.4.B	1105457	12,5	1.0
	G.I.4.C	1105458	13.16	1.2
	G.II.1.A	1105459	<2,00	1.0
	G.II.1.B	1105460	<2,00	1,1
	G.II.1.C	1105461	<2,00	1,7
	G.II.2.A	1105462	<2,00	0,9
	G.II.2.B	1105463	16,53	1,7
	G.II.2.C	1105464	<2,00	1,1
	G.II.3.A	1105465	14,71	1,3
	G.II.3.B	1105466	<2,00	0,8
	G.II.3.C	1105467	<2,00	0,8
	G.II.4.A	1105468	43,48	0,7
	G.II.4.B	1105469	41,67	1,2
	G.II.4.C	1105470	45.45	0.9
	G.III.1.A	1105471	<2,00	1,2
	G.III.1.B	1105472	<2,00	1,2
	G.III.1.C	1105473	<2,00	0,8
	G.III.2.A	1105474	49,02	1,4
	G.III.2.B	1105475	25.00	2,5
	G.III.2.C	1105476	45,45	1,2
	G.III.3.A	1105477	23,81	1,5
	G.III.3.B	1105478	25.00	2,2
	G.III.3.C	1105479	43,14	0,9
	G.III.4.A	1105480	16,67	0,9
	G.III.4.B	1105481	10.00	1.0
G.III.4.C	1105482	13.51	1.0	

	SMP	ANFACO CODE	TBA INDEX	PEROXIDE INDEX
FRESH RAW MATERIAL TRIAL	L.V.1.A	1109216	0,7	216,22
	L.V.1.B	1109217	0,5	205,88
	L.V.1.C	1109218	0,6	74,07
	L.V.2.A	1109219	0,6	115,38
	L.V.2.B	1109220	0,7	94,59
	L.V.2.C	1109221	0,8	406,25
	L.V.3.A	1109222	0,3	62,5
	L.V.3.B	1109223	0,4	104,17
	L.V.3.C	1109224	0,8	43,48
	L.V.4.A	1109225	0,3	62,5
	L.V.4.B	1109226	0,5	125
	L.V.4.C	1109227	0,6	152,78

**ANNEX IV: SALTING PROCEDURE STATISTICAL DESCRIPTIVES.**

		N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval		Minimum	Maximum
						Lower Bound	Upper Bound		
<b>ClNa</b>	G0 (Raw material)	5	.2260	.02510	.01122	.1948	.2572	.20	.25
	G1 (Injection - Pickelsalting - Drysalting)	12	20.0333	.72405	.20901	19.5733	20.4934	18.80	21.00
	G2 (injection - Brining - Drysalting)	12	20.1750	.72629	.20966	19.7135	20.6365	19.20	22.10
	G3 (Pickelsalting 20 % Brine - Drysalting)	12	18.9250	.51190	.14777	18.5998	19.2502	17.80	19.70
	G5 (Light salted)	12	4.5417	.41442	.11963	4.2784	4.8050	3.80	5.10
	Total	53	14.4383	7.86148	1.07986	12.2714	16.6052	.20	22.10
<b>K</b>	G0 (Raw material)	5	.3220	.02280	.01020	.2937	.3503	.30	.35
	G1 (Injection - Pickelsalting - Drysalting)	12	.3100	.08113	.02342	.2585	.3615	.21	.45
	G2 (injection - Brining - Drysalting)	12	.3683	.08244	.02380	.3160	.4207	.27	.50
	G3 (Pickelsalting 20 % Brine - Drysalting)	12	.3342	.05213	.01505	.3010	.3673	.24	.42

STABILIZING QUALITY OF LIGHT SALTED AND FULLY CURED COD

	G5 (Light salted)	12	.3583	.05219	.01507	.3252	.3915	.26	.45
	Total	53	.3408	.06731	.00925	.3222	.3593	.21	.50
<b>Ca</b>	G0 (Raw material)	5	92.8000	8.95545	4.00500	81.6803	103.9197	84.00	107.00
	G1 (Injection - Pickelsalting - Drysalting)	12	302.0833	89.44827	25.82149	245.2506	358.9161	210.00	506.00
	G2 (injection - Brining - Drysalting)	12	256.4167	53.71213	15.50536	222.2896	290.5437	197.00	368.00
	G3 (Pickelsalting 20 % Brine - Drysalting)	12	299.1667	67.90881	19.60358	256.0195	342.3139	201.00	387.00
	G5 (Light salted)	12	119.8333	14.14749	4.08403	110.8444	128.8222	102.00	144.00
	Total	53	230.0755	101.98885	14.00925	201.9639	258.1871	84.00	506.00
<b>Mg</b>	G0 (Raw material)	5	239.6000	9.91464	4.43396	227.2894	251.9106	223.00	248.00
	G1 (Injection - Pickelsalting - Drysalting)	12	553.7500	93.68528	27.04461	494.2252	613.2748	436.00	705.00
	G2 (injection - Brining - Drysalting)	12	462.6667	125.81396	36.31936	382.7283	542.6050	291.00	673.00
	G3 (Pickelsalting 20 % Brine - Drysalting)	12	580.7500	91.11244	26.30190	522.8599	638.6401	425.00	724.00
	G5 (Light salted)	12	184.6667	9.49003	2.73953	178.6370	190.6963	166.00	200.00

STABILIZING QUALITY OF LIGHT SALTED AND FULLY CURED COD

	Total	53	426.0377	182.67973	25.09299	375.6850	476.3905	166.00	724.00
<b>Total.P2O5</b>	G0 (Raw material)	5	.3840	.02966	.01327	.3472	.4208	.34	.41
	G1 (Injection - Pickelsalting - Drysalting)	12	.2633	.07390	.02133	.2164	.3103	.18	.39
	G2 (injection - Brining - Drysalting)	12	.3383	.12305	.03552	.2601	.4165	.21	.53
	G3 (Pickelsalting 20 % Brine - Drysalting)	12	.2275	.02491	.00719	.2117	.2433	.18	.27
	G5 (Light salted)	12	.3450	.06922	.01998	.3010	.3890	.25	.46
	Total	53	.3021	.09260	.01272	.2766	.3276	.18	.53
<b>Fe</b>	G0 (Raw material)	5	10.360	8.2309	3.6810	.140	20.580	5.2	24.6
	G1 (Injection - Pickelsalting - Drysalting)	12	2.483	2.6464	.7639	.802	4.165	.5	10.5
	G2 (injection - Brining - Drysalting)	12	3.383	6.9512	2.0066	-1.033	7.800	.5	25.3
	G3 (Pickelsalting 20 % Brine - Drysalting)	12	3.267	4.1401	1.1952	.636	5.897	.5	14.9
	G5 (Light salted)	12	1.125	.9753	.2815	.505	1.745	.5	3.2
	Total	53	3.300	5.1751	.7109	1.874	4.726	.5	25.3
<b>Zn</b>	G0 (Raw material)	5	3.380	.2950	.1319	3.014	3.746	3.1	3.8

STABILIZING QUALITY OF LIGHT SALTED AND FULLY CURED COD

	G1 (Injection - Pickelsalting - Drysalting)	12	4.333	.6827	.1971	3.900	4.767	3.6	6.0
	G2 (injection - Brining - Drysalting)	12	3.725	.4845	.1399	3.417	4.033	2.8	4.5
	G3 (Pickelsalting 20 % Brine - Drysalting)	12	4.625	.7899	.2280	4.123	5.127	3.6	6.4
	G5 (Light salted)	12	2.867	.4716	.1361	2.567	3.166	2.5	3.9
	Total	53	3.840	.8800	.1209	3.597	4.082	2.5	6.4
<b>As</b>	G0 (Raw material)	5	16.140	9.6448	4.3133	4.164	28.116	6.1	31.6
	G1 (Injection - Pickelsalting - Drysalting)	12	1.958	.7704	.2224	1.469	2.448	1.3	3.9
	G2 (injection - Brining - Drysalting)	12	3.042	1.4594	.4213	2.114	3.969	1.4	5.8
	G3 (Pickelsalting 20 % Brine - Drysalting)	12	3.892	1.2873	.3716	3.074	4.710	2.0	6.3
	G5 (Light salted)	12	5.125	4.3256	1.2487	2.377	7.873	1.1	14.3
	Total	53	4.696	5.2140	.7162	3.259	6.133	1.1	31.6
<b>Peroxides</b>	G0 (Raw material)	5	1.0000	.00000	.00000	1.0000	1.0000	1.00	1.00
	G1 (Injection - Pickelsalting - Drysalting)	12	33.3317	47.03198	13.57696	3.4490	63.2144	1.00	129.63
	G2 (injection - Brining -	12	14.0700	18.61975	5.37506	2.2396	25.9004	1.00	45.45

STABILIZING QUALITY OF LIGHT SALTED AND FULLY CURED COD

	Drysalting)								
	G3 (Pickelsalting 20 % Brine - Drysalting)	12	21.2167	17.34224	5.00627	10.1979	32.2354	1.00	49.02
	G5 (Light salted)	12	138.5683	100.46702	29.00233	74.7346	202.4020	43.48	406.25
	Total	53	47.0045	72.97429	10.02379	26.8903	67.1187	1.00	406.25
<b>TBA</b>	G0 (Raw material)	5	.440	.1140	.0510	.298	.582	.3	.6
	G1 (Injection - Pickelsalting - Drysalting)	12	1.308	.5992	.1730	.928	1.689	.3	2.2
	G2 (injection - Brining - Drysalting)	12	1.100	.3303	.0953	.890	1.310	.7	1.7
	G3 (Pickelsalting 20 % Brine - Drysalting)	12	1.317	.5289	.1527	.981	1.653	.8	2.5
	G5 (Light salted)	12	.567	.1723	.0497	.457	.676	.3	.8
	Total	53	1.013	.5349	.0735	.866	1.161	.3	2.5

**ANNEX V: PHOSPHATE TREATMENT STATISTICAL DESCRIPTIVES.**

		N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval		Minimum	Maximum
						Lower Bound	Upper Bound		
ClNa	0 % P2O5	12	15.7917	6.60681	1.90722	11.5939	19.9894	4.60	20.50
	0,4 % P2O5	12	16.1750	6.91548	1.99633	11.7811	20.5689	4.30	21.00
	0,8 % P2O5	12	15.8250	6.99430	2.01908	11.3810	20.2690	4.10	20.80
	1,6 % P2O5	12	15.8833	7.09133	2.04709	11.3777	20.3889	3.80	22.10
	0% P2O5 Raw material	5	.2260	.02510	.01122	.1948	.2572	.20	.25
	Total	53	14.4383	7.86148	1.07986	12.2714	16.6052	.20	22.10
K	0 % P2O5	12	.2650	.03371	.00973	.2436	.2864	.21	.31
	0,4 % P2O5	12	.3192	.03801	.01097	.2950	.3433	.25	.36
	0,8 % P2O5	12	.3525	.02598	.00750	.3360	.3690	.32	.40
	1,6 % P2O5	12	.4342	.03704	.01069	.4106	.4577	.39	.50
	0% P2O5 Raw material	5	.3220	.02280	.01020	.2937	.3503	.30	.35
	Total	53	.3408	.06731	.00925	.3222	.3593	.21	.50

STABILIZING QUALITY OF LIGHT SALTED AND FULLY CURED COD

Ca	0 % P2O5	12	271.3333	120.53014	34.79405	194.7521	347.9145	136.00	506.00
	0,4 % P2O5	12	228.1667	79.95321	23.08050	177.3668	278.9665	112.00	366.00
	0,8 % P2O5	12	225.6667	79.74087	23.01921	175.0017	276.3316	102.00	342.00
	1,6 % P2O5	12	252.3333	104.28661	30.10495	186.0728	318.5939	105.00	386.00
	0% P2O5 Raw material	5	92.8000	8.95545	4.00500	81.6803	103.9197	84.00	107.00
	Total	53	230.0755	101.98885	14.00925	201.9639	258.1871	84.00	506.00
Mg	0 % P2O5	12	426.5000	209.99892	60.62147	293.0731	559.9269	166.00	705.00
	0,4 % P2O5	12	428.1667	160.92677	46.45556	325.9187	530.4147	194.00	685.00
	0,8 % P2O5	12	459.6667	186.21900	53.75679	341.3488	577.9846	181.00	724.00
	1,6 % P2O5	12	467.5000	184.75364	53.33378	350.1131	584.8869	177.00	673.00
	0% P2O5 Raw material	5	239.6000	9.91464	4.43396	227.2894	251.9106	223.00	248.00
	Total	53	426.0377	182.67973	25.09299	375.6850	476.3905	166.00	724.00
Total.P2O5	0 % P2O5	12	.2233	.02839	.00820	.2053	.2414	.18	.27
	0,4 % P2O5	12	.2567	.04887	.01411	.2256	.2877	.18	.34
	0,8 % P2O5	12	.3075	.06497	.01875	.2662	.3488	.18	.37
	1,6 % P2O5	12	.3867	.11356	.03278	.3145	.4588	.21	.53
	0% P2O5 Raw material	5	.3840	.02966	.01327	.3472	.4208	.34	.41
	Total	53	.3021	.09260	.01272	.2766	.3276	.18	.53



STABILIZING QUALITY OF LIGHT SALTED AND FULLY CURED COD

Fe	0 % P2O5	12	1.250	.9376	.2707	.654	1.846	.5	2.5
	0,4 % P2O5	12	1.550	.7949	.2295	1.045	2.055	.5	2.4
	0,8 % P2O5	12	1.325	.8750	.2526	.769	1.881	.5	2.4
	1,6 % P2O5	12	6.133	7.4898	2.1621	1.375	10.892	.5	25.3
	0% P2O5 Raw material	5	10.360	8.2309	3.6810	.140	20.580	5.2	24.6
	Total	53	3.300	5.1751	.7109	1.874	4.726	.5	25.3
Zn	0 % P2O5	12	3.567	.8700	.2512	3.014	4.119	2.5	5.1
	0,4 % P2O5	12	3.700	.7211	.2082	3.242	4.158	2.5	4.8
	0,8 % P2O5	12	4.017	.8963	.2587	3.447	4.586	2.6	6.0
	1,6 % P2O5	12	4.267	1.0569	.3051	3.595	4.938	2.8	6.4
	0% P2O5 Raw material	5	3.380	.2950	.1319	3.014	3.746	3.1	3.8
	Total	53	3.840	.8800	.1209	3.597	4.082	2.5	6.4
As	0 % P2O5	12	4.067	3.2631	.9420	1.993	6.140	1.5	13.1
	0,4 % P2O5	12	3.533	1.7063	.4926	2.449	4.617	1.4	6.3
	0,8 % P2O5	12	3.633	3.6031	1.0401	1.344	5.923	1.1	14.3
	1,6 % P2O5	12	2.783	1.2202	.3522	2.008	3.559	1.3	5.0
	0% P2O5 Raw material	5	16.140	9.6448	4.3133	4.164	28.116	6.1	31.6
	Total	53	4.696	5.2140	.7162	3.259	6.133	1.1	31.6

STABILIZING QUALITY OF LIGHT SALTED AND FULLY CURED COD

Peroxides	0 % P2O5	12	63.3808	85.04254	24.54967	9.3474	117.4143	1.00	216.22
	0,4 % P2O5	12	69.1750	112.03700	32.34230	-2.0099	140.3599	1.00	406.25
	0,8 % P2O5	12	26.8175	32.04027	9.24923	6.4601	47.1749	1.00	104.17
	1,6 % P2O5	12	47.8133	46.11646	13.31268	18.5123	77.1143	10.00	152.78
	0% P2O5 Raw material	5	1.0000	.00000	.00000	1.0000	1.0000	1.00	1.00
	Total	53	47.0045	72.97429	10.02379	26.8903	67.1187	1.00	406.25
TBA	0 % P2O5	12	.933	.3916	.1130	.685	1.182	.3	1.7
	0,4 % P2O5	12	1.233	.5914	.1707	.858	1.609	.6	2.5
	0,8 % P2O5	12	1.175	.6298	.1818	.775	1.575	.3	2.2
	1,6 % P2O5	12	.950	.4543	.1311	.661	1.239	.3	2.1
	0% P2O5 Raw material	5	.440	.1140	.0510	.298	.582	.3	.6
	Total	53	1.013	.5349	.0735	.866	1.161	.3	2.5

## Vedlegg 4 – Analyseresultater – Forsøk med fryst råstoff

SAMPLING

Samples for frozen raw material trial were delivered in two shipments in July and September. July shipment comprised the 36 heavy-salted samples from frozen raw material and the 12 remaining light salted fillets from fresh raw material. The third shipment was composed of the light salted samples from frozen raw material.

	DATE OF RECEPTION	Nº SAMPLES	RECEPTION CONDITIONS
SECOND SHIPMENT	13th July 2011	48	No thawing defects or symptoms of sample damage
TRIRD SHIPMENT	12th Sept 2011	12	No thawing defects or symptoms of sample damage

Table 1: Shipment data.

Samples were classified by salting process and polyphosphates treatment also, using acronyms for codify as it is indicate as follows.

Concerning processing method:

H.0: Raw material.

H.I: Injection – Pickelsalting with addition of brine (1kg brine: 10 kg fish) - Drysalting

H.II: Injection – Brining (bath) 24 hours at 2-4 °C - Drysalting

H.III: Pickelsalting with addition of brine (1kg brine: 5 kg fish) – Drysalting

M.V: Light salting: Injection 18% NaCl - Glazing 10% - Frozen storage 3 months

Concerning the level of additives:

- (1) Control – No phosphates.
- (2) 0, 4 % phosphates.
- (3) 0, 8 % phosphates
- (4) 1, 6 % phosphates.

For the study, heavy salted fillets were kept chilled (6-8°C), meanwhile light salted samples and raw material were kept frozen (-18° C). Analysis were carried out within 10 days time from arrival in order to prevent any differences in oxidation or phosphate levels arising from delayed storage. Mineral determinations took place later to oxidation and phosphates assays. Prior to analysis, fish was thawed at room temperature and homogenized in a laboratory mincer. Replicates of each sample were stored frozen in industrial freezing cameras at -18° C for possible future analytical purposes.

Every salting procedure includes control and three levels of polyphosphate addition, generating sixteen groups with three fillets each. These 48 samples and 5 raw material sums 53 samples for this frozen raw material study. ANFACO-CECOPESCA's internal codes were used for sample data submission and saving in the laboratory software resulting as it is shown in the figure below.

RAW MATERIAL										
H.0		1109175	H.0.1							
		1109176	H.0.2							
		1109177	H.0.3							
		1109178	H.0.4							
		1109179	H.0.5							

HEAVY SALTED	PROC		0% - 1		0.4% - 2		0.8% - 3		1.6% - 4	
	H.I		1109180	H.I.1.A	1109183	H.I.2.A	1109186	H.I.3.A	1109189	H.I.4.A
			1109181	H.I.1.B	1109184	H.I.2.B	1109187	H.I.3.B	1109190	H.I.4.B
			1109182	H.I.1.C	1109185	H.I.2.A	1109188	H.I.3.C	1109191	H.I.4.C
	H.II		1109192	H.II.1.A	1109195	H.II.2.A	1109198	H.II.3.A	1109201	H.II.4.A
			1109193	H.II.1.B	1109196	H.II.2.B	1109199	H.II.3.B	1109202	H.II.4.B
			1109194	H.II.1.C	1109197	H.II.2.C	1109200	H.II.3.C	1109203	H.II.4.C
	H.III		1109204	H.III.1.A	1109207	H.III.2.A	1109210	H.III.3.A	1109213	H.III.4.A
			1109205	H.III.1.B	1109208	H.III.2.B	1109211	H.III.3.B	1109214	H.III.4.B
			1109206	H.III.1.C	1109209	H.III.2.C	1109212	H.III.3.C	1109215	H.III.4.C

LIGHT SALTED	PROC		0% - 1		0.4% - 2		0.8% - 3		1.6% - 4	
	M.V		1111763	M.V.1.A	1111766	M.V.2.A	1111769	M.V.3.A	1111772	M.V.4.A
			1111764	M.V.1.B	1111767	M.V.2.B	1111770	M.V.3.B	1111773	M.V.4.B
			1111765	M.V.1.C	1111768	M.V.2.A	1111771	M.V.3.C	1111774	M.V.4.C

Table 1.2: Frozen raw material trial sample codification.

## RESULTS

### MINERAL CONTENTS

Mineral contents and explanations concerned are commented in the corresponding paragraph, as well as their differences compared to fresh raw material trial. Individual results could be seen in the table of the Annex I.

Sodium and salt (NaCl) content in raw material was 0, 17% (NaCl). Similar sodium chloride levels for heavy salted cod in groups HI and HII were obtained (21,09%), with a and a slightly reduced content for H III, 19,73%. Within HIII group, we can observe possible polyphosphate addition effect; with higher concentration in control samples (19,3%) than fish treated with phosphates, , which show similar results around (16,6%). Light salted fillets showed an average salt content of 6, 23 %.

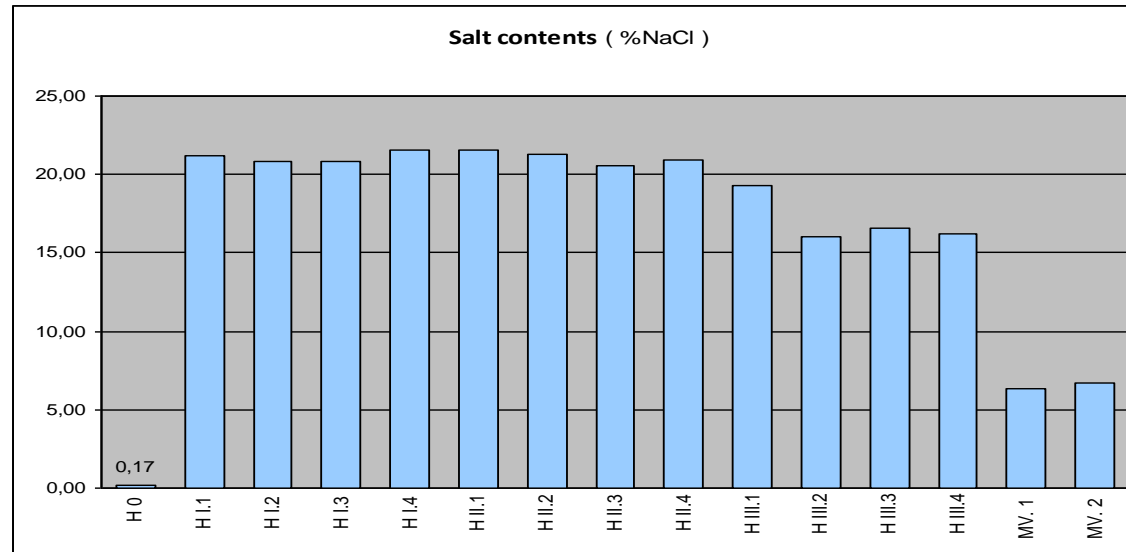


Figure 1: Average salt contents.

Statistically analysis distinguishes four different groups in salting procedures. Obviously, among raw material and light salted cod, although between heavy salted processes. Both injection groups (H.I and H.II) remains in same group, meanwhile group H.III forms other independent one, with reduced salt contents. This trend is related with the behaviour observed in first trial.

Student-Newman-Keuls- SALT CONTENTS

SALTING	N	Subset for alpha=,05			
		1	2	3	4
<b>H0</b>	5	0,172			
<b>MV</b>	6		6,533		
<b>H III</b>	12			17,033	
<b>H II</b>	12				21,083
<b>H I</b>	12				21,092
<b>Sig.</b>		1	1	1	0,984

*Table 3: ANOVA Post-Hoc (SNK) from salt contents.*

Potassium level increased with polyphosphates addition within each salting group, as previously suggested in fresh raw material, due to CARNAL 2110 compounds. Average raw material values were 0,24g K/100g, which boosted to levels around 0,45g K/100g in highest treated samples, parallel to fresh raw material. An abnormal average result for the 0, 8% polyphosphates processed group in light salted makes this group not to follow the heavy-salted cod pattern.

Post-Hoc SNK test displays clear distances for extreme phosphate treatments, meanwhile intermediate (0,4% and 0,8%) group together, showing no significant differences in their respective potassium levels.

Student-Newman-Keuls - K Levels				
Processing	N	Subset for alfa = .05		
		1	2	3
0% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	12	0,225		
0.8% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	12		0,277	
0.4% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	12		0,294	
1.6% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	12			0,379
Sig.		1	0,488	1

Table 4: ANOVA Post-Hoc (SNK) from salt contents.

Despite the previously commented weird result, no significant differences were detected between fresh and frozen raw material trends, with potassium levels following a remarked uphold pattern. Raw material levels from fresh samples seem to be relatively higher than frozen raw material. This is an abnormal result considering these samples belonged to the same lot, being the frozen fillets analysed with a two months delay to fresh cod. Probably these differences were caused by the variability of the analytical methods.

Magnesium and Calcium values for raw material and light salted cod display similar results, meanwhile heavy-salted samples showed increased concentrations of around 500 mg Ca/kg and 600 mg Mg/kg respectively. Compared to fresh raw material results, there is a significant increase in average calcium in heavy-salted fillets from frozen raw material.



As previously commented, the salting process effect related to the incoming salt is behind the obtained calcium and magnesium levels, with analogous tendencies in both raw materials. We can also conclude, relying in the ANOVA's outcomes that it is salting process, and not CARNAL 2110 which contributes to this mineral supplementation.

ANOVA		df	Mean square	F	Sig. (threshold=0,05)
Ca	between groups	4	130296,142	1,840	0,14
	within groups	48	70812,284		
	Total	52			
Mg	between groups	4	86482,291	1,847	0,14
	within groups	48	46824,916		
	Total	52			

Table 5: ANOVA significance values for Ca and Mg contents.

Slight higher values of both minerals were observed for groups HI and HIII compared to HII and specially to light salted samples and raw material. These results were similar to the ones previously reported for fresh samples.

Raw material calcium values differ considerably from the rest of the processed groups, meanwhile for magnesium, there is no clear difference between light salted samples and raw material. It seems that the salt used in salting process includes relatively more calcium than magnesium, although these differences were not so remarked in fresh samples results.

Student-Newman-Keuls- Ca			
Salting	N	Subset for alpha=.05	
		2	1
HO	5	92,08	
MV	12	265,42	265,42
H II	12	337,67	337,67
H III	12		509,75
H I	12		542,67
Sig.		0,082	0,076

Student-Newman-Keuls- Mg				
Salting	N	Subset for alpha=.05		
		2	3	1
MV	12	196,00		
HO	5	216,80		
H II	12		392,75	
H III	12			666,00
H I	12			666,92
Sig.		0,617	1	0,982

Table 6: ANOVA Post-Hoc (SNK) for Ca and Mg contents.

Zinc contents fluctuates randomly around 3,7 mg/kg, and were disregard in terms of salting and polyphosphates effects study, since they had not been related to.

Iron data of samples were fairly dispersed, difficulty any interpretation. Mean concentrations for all processing groups are homogeneous and reduced. Nevertheless, average level for raw materials is significantly higher than the rest of the samples. This effect was present in both fresh and frozen raw material trials. As commented in fresh material report, a washing step to eliminate blood spots, prior to light or heavy salting may be behind these results.

Copper , cadmium and arsenic

ICP-OES technique was used for cadmium and arsenic determinations. Although, ICP-OES technique sensitivity for cadmium, is far from legislation tolerances (0,050 mg/kg) for cod, all samples confirm values under 0, 25 mg Cd/Kg, exactly as to previous trial.

Arsenic data variability does not allow to make any interpretation related to phosphate addition or salting process. The previously commented higher values in raw material samples from fresh cod are not present for frozen raw material.

All Copper results were below 1 mg/kg, being meaningless to provide any processing interpretations. Some samples were also analysed by graphite furnace atomic absorption spectroscopy, a more sensitive technique, but the global result did not vary.

#### POLYPHOSPHATES AND TOTAL PHOSPHORUS

##### TOTAL PHOSPHORUS

All samples were within legal limits but one case (H.II.4), which nearly reaches the legislation tolerances, as it had been observed in fresh cod. Another similar feature is that the initial level of phosphates in raw material (0,31g P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/100g) is all control samples for each one of the heavy-salting procedures. This trend is not present in control light-salted samples (0,29 P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/100g in average), and is not consistent to the commented reduction in control light-salted fillets from fresh cod trial.

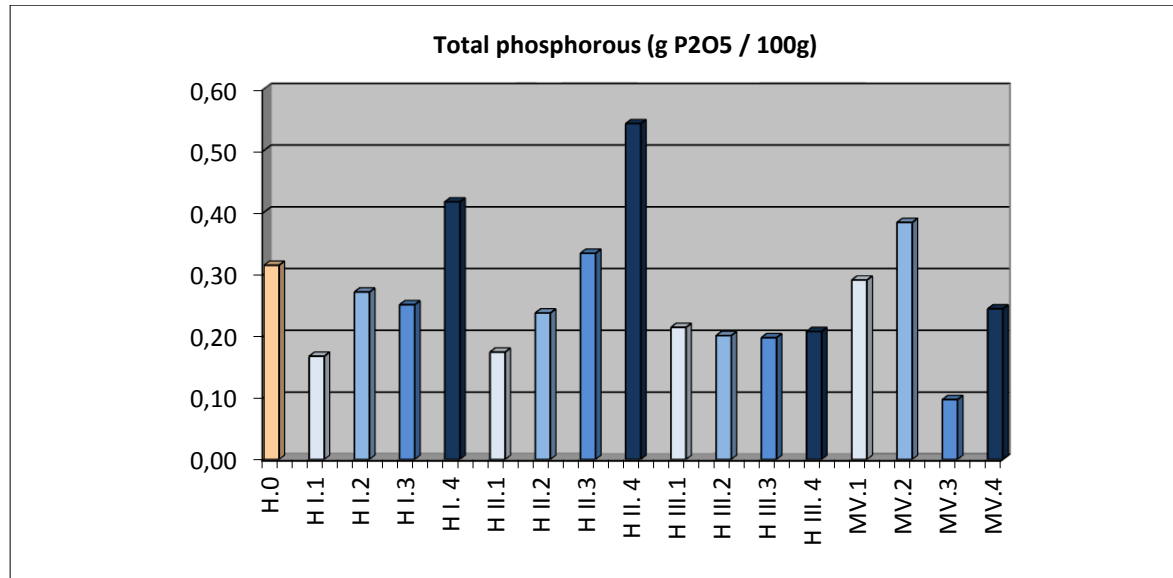


Figure 3: Sample P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> results.

In general in the total phosphorus content increases straightforward to the additives treatment. Second salting procedure (Injection – Brining (bath) 24 hours at 2-4 C – Drysalting) shows maximum value for phosphates absorption by fish tissues, possibly due to prolonged time immersion in bath. On the other hand, the HIII salting procedure (Pickelsalting with addition of brine (1kg brine: 5 kg fish, followed by drysalting) shows no increase in phosphates level even with increasing concentration of additives. This result reinforces those ones obtained in fresh cod trial, as they are quite similar. The influence of the salting procedure in the absorption of phosphates is clearly noticeable.

Groups MV.3 and MV.4 display odd results in some of the minerals analysed. This is specially remarked in phosphorus and may be due to some analytical mistake. Some of the ICP methods were adjusted during the project development and this might have affected these outcomes, these samples will be re-analysed in order to test the consistency of these phosphorus values.

## POLYPHOSPHATES

Added phosphates determination by HPTLC, unveils some phosphate loss and/or degradation, after frozen storage, which made impossible to detect most of the expected residues. In frozen raw material, some minor quantities of triphosphate in top concentrated treatments of heavy-salted samples were detected in H.I and H.II. According to results shown in figure 3, light salted fillets only show added phosphates residues in groups of 0,4% and 1,6%. Unexpectedly the 0,8% group remains under detectable levels. Only the most intense treatments present polyphosphate residues, as well as groups MV.2 and MV.4 from light salted samples. On the other hand, no relationship was detected between the presence of added phosphates residues and the salting procedure.

## OXIDATION

Oxidation study was influenced by the variability of the sample results and the uncertainty of the analytical method. Nevertheless, there are still some interesting observations to be made.

*Peroxides* As expected, peroxide index in raw material from frozen cod, presents evident elevated values. In fresh raw material, oxidation process was in the beginning, therefore, peroxide values were minor. Raw material peroxide values were higher, as a consequence of time elapsed, since oxidation keeps developing during freezing conditions.

Heavy salting groups seem to have lower oxidation level, even for departure fillets, compare to raw fish values, possibly due to any salting procedure effect. Groups H I and H II follow the same pattern, with a considerable reduction in peroxide index levels as phosphates concentration of treatment increases. Same heavy salted groups in fresh raw trial did not present this particular effect.

Group H III behavior differs from the other heavy salting groups, by means of reduction in oxidation levels for high phosphated samples. Results for this group are similar in average, without a visibly influence of different polyphosphate treatments. In general, for all heavy salted samples, oxidation process has increased, seeing peroxide index values, contrasted against heavy salted from fresh fish.

Light salted fillets results present s similar mean values for each treatment group (MV 1, MV 2, MV 3 and MV 4), therefore, cannot consider any noticeable effect of polyphosphates on the oxidation process. Weigh against light salted group from fresh trial, samples from frozen raw material seems to be less oxidated.

Student-Newman-Keuls - Peroxides Value				
Salting	N	Subset for alpha = .05		
		1	2	3
MV	12	28,8775		
H I	12	32,2242		
H III	12	60,7067		
H II	12		137,7667	
HO	5			306,6960
Sig.		0,528	1	1

Table 9: ANOVA Post-Hoc (SNK) for the obtained peroxides values.

Regardless of deviation from oxidation results (see table 10), it is evident the differences among raw and salted samples.

PHOSPHATE GROUP	N	Mean	Std.deviation	Std. Error	Maximum
raw mat	5	306,6960	120,22045	53,76422	431,82
0%	12	92,0225	107,92918	31,15647	343,14
0.4%	12	76,7500	63,15735	18,23196	203,88
0.8%	12	62,7100	48,63841	14,04070	189,39
1.6%	12	28,0925	17,89202	5,16498	68,49
Total	53	87,7053	102,93378	14,13904	431,82

Table 10: Peroxide values in different Phosphate treatment groups, statistical descriptive.

As observed in statistical analysis, there are differences in oxidation process with the addition of polyphosphates treatment. Raising phosphates concentration generates minor oxidation values.

Weigh against fresh and frozen samples, former shows lower oxidation levels than latter. Statistical analysis found differences in primary oxidation only for 0, 8% group, so with this polyphosphate concentration treatment we found different performance in fresh mesh compare to frozen one.

PEROXIDES	df	Mean square	F	Sig.
between groups	4	89267,957	22,100	.000
within groups	48	4039,314		
Total	52			

Table 11: ANOVA significance values for Peroxide values.

Secondary oxidation levels show some interesting results that add information to oxidation process. Statistical difference appears when TBARS index is analysed by means of salting treatment, despite of randomly data, it is generate two different groups, light salted group, and the rest in the other hand, even there are differences between raw material and salting cod, with lower values.

Student-Newman-Keuls - TBARS Value			
Salting	N	Subset for alpha = .05	
		1	2
H II	12	0,667	
H III	12	0,8330	
H I	12	0,9830	
H 0	5	2,0600	5,2080
MV	12		
Sig.		0,528	1

Table 12:ANOVA Post-Hoc (SNK) for the obtained TBARS values.

From fresh and frozen study, differences in polyphosphates treatment for 0, 8% group were founded again. Oxidation process, taking into account first and secondary values together, is influenced by salting procedure, detecting statistical differences linked to cod source (fresh vs. frozen raw fish) in salting process II, III and light salting, and basically in raw material.

#### HPLC METHOD DEVELOPMENT

Once problems with the new CORONA detector were arranged, the new method development has been initiated. All the tutorials have been taken place and the instrument works properly, therefore we commenced the method development but there are not any results to report yet.

#### **ANEX I: MINERAL RESULTS**



STABILIZING QUALITY OF LIGHT SALTED AND FULLY CURED COD

SMP	ANFACO CODE	Na	CINa	K	Ca	Mg	P	P2O5	Fe	Cu	Zn	Cd	As
		(g/100g)	(g/100g)	(g/100g)	(mg/Kg)	(mg/Kg)	(g/100g)	(g/100g)	(mg/Kg)	(mg/Kg)	(mg/Kg)	(mg/Kg)	(mg/Kg)
H.0.1	1109175	0.08	0.20	0.31	93.4	240	0.18	0.41	3.5	<0,5	4.1	< 0,25	1.0
H.0.2	1109176	0.07	0.18	0.22	79.4	204	0.12	0.27	2.9	<0,5	2.8	< 0,25	7.4
H.0.3	1109177	0.07	0.18	0.24	100.9	220	0.13	0.30	5.0	<0,5	2.6	< 0,25	1.3
H.0.4	1109178	0.06	0.15	0.21	96.4	203	0.12	0.27	2.7	<0,5	3.0	< 0,25	1.8
H.0.5	1109179	0.06	0.15	0.24	90.3	217	0.14	0.32	4.6	<0,5	3.0	< 0,25	16.6
H.I.1.A	1109180	8.51	21.6	0.26	432	575	0.08	0.18	2.5	<0,5	4.3	< 0,25	1.3
H.I.1.B	1109181	8.16	20.7	0.22	554	598	0.07	0.16	2.7	<0,5	3.6	< 0,25	2.3
H.I.1.C	1109182	8.34	21.2	0.22	625	689	0.07	0.16	3.1	<0,5	3.7	< 0,25	1.8
H.I.2.A	1109183	8.42	21.4	0.31	435	897	0.10	0.23	2.1	<0,5	4.0	< 0,25	1.5
H.I.2.B	1109184	8.16	20.7	0.29	1653	779	0.17	0.39	2.1	<0,5	3.6	< 0,25	1.2
H.I.2.C	1109185	7.99	20.3	0.26	458	665	0.09	0.21	2.4	<0,5	4.5	< 0,25	1.3
H.I.3.A	1109186	8.03	20.4	0.33	404	623	0.12	0.27	<1,0	<0,5	3.2	< 0,25	2.1
H.I.3.B	1109187	7.93	20.2	0.30	540	739	0.11	0.25	2.0	<0,5	3.6	< 0,25	1.4
H.I.3.C	1109188	8.58	21.8	0.31	484	701	0.10	0.23	5.8	<0,5	4.3	< 0,25	1.2
H.I.4.A	1109189	8.46	21.5	0.43	338	559	0.19	0.44	2.1	<0,5	3.0	< 0,25	4.4
H.I.4.B	1109190	8.49	21.6	0.44	254	509	0.16	0.37	3.9	<0,5	3.4	< 0,25	1.9
H.I.4.C	1109191	8.55	21.7	0.44	335	669	0.19	0.44	3.4	<0,5	3.0	< 0,25	2.4
H.II.1.A	1109192	8.50	21.6	0.23	283	296	0.08	0.18	4.6	<0,5	2.8	< 0,25	1.8
H.II.1.B	1109193	8.30	21.1	0.23	306	337	0.08	0.18	3.1	<0,5	3.4	< 0,25	1.9
H.II.1.C	1109194	8.67	22.0	0.20	376	412	0.07	0.16	3.9	<0,5	3.1	< 0,25	< 1,0
H.II.2.A	1109195	8.66	22.0	0.33	258	270	0.11	0.25	2.9	<0,5	3.9	< 0,25	2.0
H.II.2.B	1109196	8.33	21.2	0.30	351	503	0.10	0.23	3.1	<0,5	2.8	< 0,25	5.6
H.II.2.C	1109197	8.14	20.7	0.29	402	518	0.10	0.23	4.3	<0,5	3.6	< 0,25	4.3
H.II.3.A	1109198	8.16	20.7	0.34	369	379	0.14	0.32	<1,0	<0,5	4.5	< 0,25	1.5
H.II.3.B	1109199	7.91	20.1	0.34	255	279	0.15	0.34	<1,0	<0,5	3.9	< 0,25	< 1,0
H.II.3.C	1109200	8.24	20.9	0.33	483	542	0.15	0.34	<1,0	<0,5	4.1	< 0,25	1.1
H.II.4.A	1109201	8.37	21.3	0.45	298	393	0.24	0.55	<1,0	<0,5	4.0	< 0,25	2.3
H.II.4.B	1109202	8.26	21.0	0.45	347	460	0.24	0.55	<1,0	<0,5	4.1	< 0,25	< 1,0
H.II.4.C	1109203	8.01	20.4	0.44	324	324	0.23	0.53	<1,0	<0,5	4.5	< 0,25	1.6
H.III.1.A	1109204	7.59	19.3	0.22	1215	812	0.12	0.27	2.6	<0,5	4.2	< 0,25	2.6
H.III.1.B	1109205	7.61	19.3	0.24	557	764	0.07	0.16	2.3	<0,5	4.8	< 0,25	2.1
H.III.1.C	1109206	7.58	19.3	0.30	465	753	0.09	0.21	2.9	<0,5	5.6	< 0,25	2.4
H.III.2.A	1109207	6.27	15.9	0.31	368	645	0.09	0.21	<1,0	<0,5	4.3	< 0,25	3.0
H.III.2.B	1109208	6.30	16.0	0.29	413	522	0.09	0.21	<1,0	<0,5	3.9	< 0,25	4.9
H.III.2.C	1109209	6.37	16.2	0.32	457	741	0.08	0.18	<1,0	<0,5	5.5	< 0,25	7.0
H.III.3.A	1109210	6.57	16.7	0.31	430	620	0.08	0.18	<1,0	<0,5	4.2	< 0,25	5.6
H.III.3.B	1109211	6.48	16.5	0.31	391	562	0.08	0.18	2.4	<0,5	6.0	< 0,25	3.9
H.III.3.C	1109212	6.50	16.5	0.34	574	795	0.10	0.23	<1,0	<0,5	5.2	< 0,25	5.0
H.III.4.A	1109213	6.44	16.4	0.38	430	733	0.08	0.18	<1,0	<0,5	4.3	< 0,25	2.0
H.III.4.B	1109214	5.99	15.2	0.37	405	614	0.09	0.21	<1,0	<0,5	3.7	< 0,25	7.9
H.III.4.C	1109215	6.71	17.1	0.36	412	431	0.10	0.23	2.1	<0,5	4.1	< 0,25	10.2

HEAVY SALTED  
FROZEN RAW MATERIAL TRIAL

**LIGHT SALTED**  
**FROZEN RAW**  
**MATERIAL TRIAL**

SMP	CODE	Na	ClNa	K	Ca	Mg	P	P2O5	Fe	Cu	Zn	Cd	As
		(g/100g)	(g/100g)	(g/100g)	(mg/Kg)	(mg/Kg)	(g/100g)	(g/100g)	(mg/Kg)	(mg/Kg)	(mg/Kg)	(mg/Kg)	(mg/Kg)
M.V.1.A	1111763	2.48	6.3	0.18	273	200	0.12	0.27	<2	<2	2.7	< 0,25	2.5
M.V.1.B	1111764	2.43	6.2	0.18	168	202	0.13	0.30	<2	<2	3.2	< 0,25	3.4
M.V.1.C	1111765	2.60	6.6	0.22	172	207	0.13	0.30	<2	<2	2.9	< 0,25	3.4
M.V.2.A	1111766	2.68	6.8	0.29	176	205	0.19	0.44	<2	<2	2.5	< 0,25	1.8
M.V.2.B	1111767	2.57	6.5	0.26	152	211	0.16	0.37	<2	<2	2.9	< 0,25	1.2
M.V.2.C	1111768	2.67	6.8	0.28	162	198	0.15	0.34	3.1	<2	3.0	< 0,25	<1,0
M.V.3.A	1111769		0.0	0.14	155	189	0.05	0.11	<1,0	<1	2.8	<0,25	2.6
M.V.3.B	1111770		0.0	0.16	206	166	0.04	0.09	1.8	<1	2.6	<0,25	3.1
M.V.3.C	1111771		0.0	0.11	209	167	0.04	0.09	<1,0	<1	4.0	<0,25	<1,0
M.V.4.A	1111772		0.0	0.27	213	197	0.10	0.23	2.1	<1	4.5	<0,25	<1,0
M.V.4.B	1111773		0.0	0.29	233	213	0.11	0.25	3.2	<1	4.1	<0,25	<1,0
M.V.4.C	1111774	1.69	4.3	0.23	1066	197	0.11	0.25	<1,0	<1	4.5	<0,25	<1,0

ANEX II: POLYPHOSPHATES RESULTS

LIGHT SALTED	FROZEN RAW MATERIAL TRIAL	SMP	ANFACO CODE	DIPHOSPHATE		TRIPHOSPHATE		HEXAMETAPHOSPHATE		COMMENTS
				(gP/100g)	(gP2O5/100g)	(gP/100g)	(gP2O5/100g)	(gP/100g)	(gP2O5/100g)	
				M.V.1.A	1111763	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	
M.V.1.B	1111764	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED		
M.V.1.C	1111765	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED		
M.V.2.A	1111766	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	MINOR TRIPHOSPHATE RESIDUES DETECTED		
M.V.2.B	1111767	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	MINOR TRIPHOSPHATE RESIDUES DETECTED		
M.V.2.C	1111768	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	MINOR TRIPHOSPHATE RESIDUES DETECTED		
M.V.3.A	1111769	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED		
M.V.3.B	1111770	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED		
M.V.3.C	1111771	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED		
M.V.4.A	1111772	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	MINOR TRIPHOSPHATE RESIDUES DETECTED		
M.V.4.B	1111773	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	MINOR TRIPHOSPHATE RESIDUES DETECTED		
M.V.4.C	1111774	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	MINOR TRIPHOSPHATE RESIDUES DETECTED		

HEAVY SALTED  
FROZEN RAW MATERIAL TRIAL

SMP	ANFACO CODE	DIPHOSPHATE		TRIPHOSPHATE		HEXAMETAPHOSPHATE		COMMENTS
		(gP/100g)	(gP2O5/100g)	(gP/100g)	(gP2O5/100g)	(gP/100g)	(gP2O5/100g)	
H.0.1	1109175	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
H.0.2	1109176	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
H.0.3	1109177	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
H.0.4	1109178	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
H.0.5	1109179	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
H.I.1.A	1109180	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
H.I.1.B	1109181	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
H.I.1.C	1109182	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
H.I.2.A	1109183	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
H.I.2.B	1109184	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
H.I.2.C	1109185	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
H.I.3.A	1109186	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
H.I.3.B	1109187	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
H.I.3.C	1109188	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	MINOR TRIPHOSPHATE RESIDUES DETECTED
H.I.4.A	1109189	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	MINOR TRIPHOSPHATE RESIDUES DETECTED
H.I.4.B	1109190	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	MINOR TRIPHOSPHATE RESIDUES DETECTED
H.I.4.C	1109191	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	MINOR TRIPHOSPHATE RESIDUES DETECTED
H.II.1.A	1109192	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
H.II.1.B	1109193	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
H.II.1.C	1109194	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
H.II.2.A	1109195	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
H.II.2.B	1109196	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
H.II.2.C	1109197	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
H.II.3.A	1109198	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	MINOR TRIPHOSPHATE RESIDUES DETECTED
H.II.3.B	1109199	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	MINOR TRIPHOSPHATE RESIDUES DETECTED
H.II.3.C	1109200	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	MINOR TRIPHOSPHATE RESIDUES DETECTED
H.II.4.A	1109201	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	MINOR TRIPHOSPHATE RESIDUES DETECTED
H.II.4.B	1109202	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	MINOR TRIPHOSPHATE RESIDUES DETECTED
H.II.4.C	1109203	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	MINOR TRIPHOSPHATE RESIDUES DETECTED
H.III.1.A	1109204	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
H.III.1.B	1109205	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
H.III.1.C	1109206	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
H.III.2.A	1109207	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
H.III.2.B	1109208	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
H.III.2.C	1109209	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
H.III.3.A	1109210	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
H.III.3.B	1109211	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
H.III.3.C	1109212	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
H.III.4.A	1109213	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
H.III.4.B	1109214	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED
H.III.4.C	1109215	< 0,03	< 0,06	< 0,03	<0,07	< 0,04	< 0,09	NO ADDED PHOSPHATE RESIDUES DETECTED

## ANNEX III: OXIDATION RESULTS

		SMP	ANFACO CODE	PEROXIDES INDEX ( $\mu\text{mol O}_2/\text{Kg. grasa}$ )	TBA INDEX ( $\text{mg/Kg. músculo}$ )
		<b>HEAVY SALTED</b>	<b>FROZEN RAW MATERIAL TRIAL</b>	H.0.1	1109175
H.0.2	1109176			148.15	2.5
H.0.3	1109177			300.00	1.4
H.0.4	1109178			416.67	2.1
H.0.5	1109179			236.84	1.9
H.I.1.A	1109180			70.00	1.6
H.I.1.B	1109181			37.04	1.3
H.I.1.C	1109182			93.22	1.3
H.I.2.A	1109183			37.50	1.7
H.I.2.B	1109184			24.04	1.5
H.I.2.C	1109185			22.73	1.3
H.I.3.A	1109186			27.78	0.5
H.I.3.B	1109187			23.53	0.6
H.I.3.C	1109188			32.05	0.4
H.I.4.A	1109189			6.95	0.4
H.I.4.B	1109190			5.75	0.8
H.I.4.C	1109191			6.10	0.4
H.II.1.A	1109192			267.86	0.5
H.II.1.B	1109193			343.14	0.7
H.II.1.C	1109194			142.86	0.4
H.II.2.A	1109195			203.88	0.9
H.II.2.B	1109196			158.73	0.6
H.II.2.C	1109197			131.58	0.4
H.II.3.A	1109198			63.83	0.6
H.II.3.B	1109199			121.21	1.1
H.II.3.C	1109200			79.55	0.3
H.II.4.A	1109201			68.49	0.7
H.II.4.B	1109202			35.71	1.0
H.II.4.C	1109203			36.36	0.8
H.III.1.A	1109204			17.86	0.8
H.III.1.B	1109205			19.23	0.9
H.III.1.C	1109206			18.52	0.7
H.III.2.A	1109207	61.22	1.0		
H.III.2.B	1109208	81.97	0.6		
H.III.2.C	1109209	125.00	1.0		
H.III.3.A	1109210	189.39	0.8		
H.III.3.B	1109211	59.32	0.9		
H.III.3.C	1109212	49.30	0.8		
H.III.4.A	1109213	32.00	0.9		
H.III.4.B	1109214	38.96	0.8		
H.III.4.C	1109215	35.71	0.8		

		SMP	ANFACO CODE	TBA INDEX	PEROXIDE INDEX
		<b>LIGHT SALTED</b>	<b>FROZEN RAW MATERIAL TRIAL</b>	M.V.1.A	1111763
M.V.1.B	1111764			9.2	55.56
M.V.1.C	1111765			8.3	17.24
M.V.2.A	1111766			5.1	19.23
M.V.2.B	1111767			8.4	29.41
M.V.2.C	1111768			12.7	25.71
M.V.3.A	1111769			0.9	45.45
M.V.3.B	1111770			1.1	27.78
M.V.3.C	1111771			0.7	33.33
M.V.4.A	1111772			0.4	16.67
M.V.4.B	1111773			0.7	29.41
M.V.4.C	1111774			0.4	25.00

## ANNEX IV: SALTING PROCEDURE STATISTICAL DESCRIPTIVES.

		N	Mean	Standard deviation	Standard error	95% confidence level		minimum	maximum
		Límite inferior	Límite superior	Límite inferior	Límite superior	Lower bound	Upper bound	Límite inferior	Límite superior
<b>PEROXIDES INDEX (meq. O2/ Kg fat)</b>	H0	5	306.6960	120.22045	53.76422	157.4226	455.9694	148.15	431.82
	H I	12	32.2242	26.06488	7.52428	15.6633	48.7850	5.75	93.22
	H II	12	137.7667	94.67898	27.33147	77.6105	197.9228	35.71	343.14
	H III	12	60.7067	50.93235	14.70290	28.3458	93.0675	17.86	189.39
	MV	12	28.8775	11.52760	3.32773	21.5532	36.2018	16.67	55.56
	Total	53	87.7053	102.93378	14.13904	59.3332	116.0773	5.75	431.82
<b>TBARS INDEX (mg/ Kg. muscle tissue)</b>	H0	5	2.060	.4393	.1965	1.515	2.605	1.4	2.5
	H I	12	.983	.5132	.1481	.657	1.309	.4	1.7
	H II	12	.667	.2498	.0721	.508	.825	.3	1.1
	H III	12	.833	.1155	.0333	.760	.907	.6	1.0
	MV	12	5.208	5.2427	1.5134	1.877	8.539	.4	14.6
	Total	53	1.936	3.0390	.4174	1.098	2.773	.3	14.6
<b>SALT (g NaCl/ 100g)</b>	H0	5	.1720	.02168	.00970	.1451	.1989	.15	.20
	H I	12	21.0917	.59308	.17121	20.7148	21.4685	20.20	21.80
	H II	12	21.0833	.58595	.16915	20.7110	21.4556	20.10	22.00
	H III	12	17.0333	1.44306	.41658	16.1165	17.9502	15.20	19.30
	MV	6	6.5333	.25033	.10220	6.2706	6.7960	6.20	6.80
	Total	47	15.9694	7.30568	1.06564	13.8243	18.1144	.15	22.00
<b>POTASSIUM (g P/ 100g)</b>	H0	5	.2440	.03912	.01749	.1954	.2926	.21	.31

	H I	12	.3175	.07956	.02297	.2670	.3680	.22	.44	
	H II	12	.3275	.08551	.02468	.2732	.3818	.20	.45	
	H III	12	.3125	.04808	.01388	.2820	.3430	.22	.38	
	MV	12	.2175	.06240	.01801	.1779	.2571	.11	.29	
	Total	53	.2891	.07967	.01094	.2671	.3110	.11	.45	
<b>CALCIUM (mg Ca/ 100g)</b>	H0	5	92.08	8.095	3.620	82.03	102.13	79	101	
	H I	12	542.67	364.539	105.233	311.05	774.28	254	1653	
	H II	12	337.67	65.303	18.851	296.18	379.16	255	483	
	H III	12	509.75	230.676	66.590	363.19	656.31	368	1215	
	MV	12	265.42	254.677	73.519	103.60	427.23	152	1066	
	Total	53	383.52	274.569	37.715	307.84	459.20	79	1653	
	H0	5	216.80	15.023	6.719	198.15	235.45	203	240	
	H I	12	666.92	106.201	30.658	599.44	734.39	509	897	
	H II	12	392.75	95.538	27.579	332.05	453.45	270	542	
<b>MAGNESIUM (mg Mg/ 100g)</b>	H III	12	666.00	119.576	34.519	590.03	741.97	431	812	
	MV	12	196.00	15.267	4.407	186.30	205.70	166	213	
	Total	53	455.55	223.328	30.676	393.99	517.10	166	897	
	<b>PHOSPHORUS (g P/ 100g)</b>	H0	5	.1380	.02490	.01114	.1071	.1689	.12	.18
		H I	12	.1208	.04502	.01300	.0922	.1494	.07	.19
		H II	12	.1408	.06360	.01836	.1004	.1812	.07	.24
		H III	12	.0892	.01311	.00379	.0808	.0975	.07	.12
		MV	12	.1108	.04757	.01373	.0806	.1411	.04	.19
		Total	53	.1175	.04702	.00646	.1046	.1305	.04	.24
<b>IRON (mg Fe/ 100g)</b>		H0	5	3.740	1.0213	.4567	2.472	5.008	2.7	5.0
	H I	12	2.717	1.2876	.3717	1.899	3.535	.5	5.8	
	H II	12	2.108	1.6849	.4864	1.038	3.179	.3	4.6	

<b>ZINC (mg Zn/ 100g)</b>	H III	12	1.333	1.0183	.2940	.686	1.980	.3	2.9
	MV	12	1.208	1.0638	.3071	.532	1.884	.3	3.2
	Total	53	2.021	1.4661	.2014	1.617	2.425	.3	5.8
	H0	5	3.100	.5831	.2608	2.376	3.824	2.6	4.1
	H I	12	3.683	.5042	.1456	3.363	4.004	3.0	4.5
	H II	12	3.725	.5910	.1706	3.349	4.101	2.8	4.5
	H III	12	4.650	.7502	.2166	4.173	5.127	3.7	6.0
	MV	12	3.308	.7489	.2162	2.833	3.784	2.5	4.5
	Total	53	3.772	.8153	.1120	3.547	3.996	2.5	6.0
<b>ARSENIC (mg As/ 100g)</b>	H0	5	5.620	6.6770	2.9860	-2.671	13.911	1.0	16.6
	H I	12	1.900	.8954	.2585	1.331	2.469	1.2	4.4
	H II	12	1.967	1.5476	.4468	.983	2.950	.5	5.6
	H III	12	4.717	2.5936	.7487	3.069	6.365	2.0	10.2
	MV	12	1.708	1.2310	.3554	.926	2.490	.4	3.4
	Total	53	2.860	2.8426	.3905	2.077	3.644	.4	16.6



## ANNEX V: PHOSPHATE TREATMENT STATISTICAL DESCRIPTIVES.

		N	Mean	Standard deviation	Standard error	95% confidence level		minimum	maximum
		Límite inferior	Límite superior	Límite inferior	Límite superior	Lower bound	Upper bound	Límite inferior	Límite superior
<b>PEROXIDES INDEX (meq. O2/ Kg fat)</b>	raw mat	5	306.6960	120.22045	53.76422	157.4226	455.9694	148.15	431.82
	0%	12	92.0225	107.92918	31.15647	23.4476	160.5974	17.24	343.14
	0.4%	12	76.7500	63.15735	18.23196	36.6217	116.8783	19.23	203.88
	0.8%	12	62.7100	48.63841	14.04070	31.8066	93.6134	23.53	189.39
	1.6%	12	28.0925	17.89202	5.16498	16.7245	39.4605	5.75	68.49
	Total	53	87.7053	102.93378	14.13904	59.3332	116.0773	5.75	431.82
<b>TBARS INDEX (mg/ Kg. muscle tissue)</b>	raw mat	5	2.060	.4393	.1965	1.515	2.605	1.4	2.5
	0%	12	3.358	4.6723	1.3488	.390	6.327	.4	14.6
	0.4%	12	2.933	3.8745	1.1185	.472	5.395	.4	12.7
	0.8%	12	.725	.2563	.0740	.562	.888	.3	1.1
	1.6%	12	.675	.2179	.0629	.537	.813	.4	1.0
	Total	53	1.936	3.0390	.4174	1.098	2.773	.3	14.6
<b>SALT (g NaCl/ 100g)</b>	raw mat	5	.1720	.02168	.00970	.1451	.1989	.15	.20
	0%	12	17.1000	6.54009	1.88796	12.9446	21.2554	6.20	22.00
	0.4%	12	16.2083	6.13432	1.77083	12.3108	20.1059	6.50	22.00
	0.8%	9	19.3111	2.11745	.70582	17.6835	20.9387	16.50	21.80
	1.6%	9	19.5778	2.58253	.86084	17.5927	21.5629	15.20	21.70
	Total	47	15.9694	7.30568	1.06564	13.8243	18.1144	.15	22.00
<b>POTASSIUM (g P/ 100g)</b>	raw mat	5	.2440	.03912	.01749	.1954	.2926	.21	.31
	0%	12	.2250	.03289	.00949	.2041	.2459	.18	.30
	0.4%	12	.2942	.02151	.00621	.2805	.3078	.26	.33
	0.8%	12	.2767	.08616	.02487	.2219	.3314	.11	.34
	1.6%	12	.3792	.07763	.02241	.3298	.4285	.23	.45
	Total	53	.2891	.07967	.01094	.2671	.3110	.11	.45

<b>CALCIUM (mg Ca/ 100g)</b>	raw mat	5	92.08	8.095	3.620	82.03	102.13	79	101
	0%	12	452.17	282.979	81.689	272.37	631.96	168	1215
	0.4%	12	440.42	398.900	115.152	186.97	693.87	152	1653
	0.8%	12	375.00	139.299	40.212	286.49	463.51	155	574
	1.6%	12	387.92	224.440	64.790	245.31	530.52	213	1066
	Total	53	383.52	274.569	37.715	307.84	459.20	79	1653
	<b>MAGNESIUM (mg Mg/ 100g)</b>	raw mat	5	216.80	15.023	6.719	198.15	235.45	203
0%	12	487.08	237.521	68.566	336.17	638.00	200	812	
0.4%	12	512.83	244.070	70.457	357.76	667.91	198	897	
0.8%	12	480.17	233.084	67.286	332.07	628.26	166	795	
1.6%	12	441.58	184.201	53.174	324.55	558.62	197	733	
Total	53	455.55	223.328	30.676	393.99	517.10	166	897	
<b>PHOSPHORUS (g P/ 100g)</b>	raw mat	5	.1380	.02490	.01114	.1071	.1689	.12	.18
	0%	12	.0925	.02491	.00719	.0767	.1083	.07	.13
	0.4%	12	.1192	.03753	.01083	.0953	.1430	.08	.19
	0.8%	12	.0967	.03985	.01150	.0713	.1220	.04	.15
	1.6%	12	.1533	.06213	.01794	.1139	.1928	.08	.24
	Total	53	.1175	.04702	.00646	.1046	.1305	.04	.24
	<b>IRON (mg Fe/ 100g)</b>	raw mat	5	3.740	1.0213	.4567	2.472	5.008	2.7
0%	12	2.433	1.3269	.3830	1.590	3.276	.3	4.6	
0.4%	12	1.900	1.3156	.3798	1.064	2.736	.4	4.3	
0.8%	12	1.392	1.5448	.4459	.410	2.373	.5	5.8	
1.6%	12	1.642	1.3304	.3840	.796	2.487	.3	3.9	
Total	53	2.021	1.4661	.2014	1.617	2.425	.3	5.8	
<b>ZINC (mg Zn/ 100g)</b>	raw mat	5	3.100	.5831	.2608	2.376	3.824	2.6	4.1
	0%	12	3.692	.8836	.2551	3.130	4.253	2.7	5.6
	0.4%	12	3.708	.8426	.2432	3.173	4.244	2.5	5.5
	0.8%	12	4.033	.9547	.2756	3.427	4.640	2.6	6.0
	1.6%	12	3.933	.5449	.1573	3.587	4.280	3.0	4.5

<b>ARSENIC (mg As/ 100g)</b>	Total	53	3.772	.8153	.1120	3.547	3.996	2.5	6.0
	raw mat	5	5.620	6.6770	2.9860	-2.671	13.911	1.0	16.6
	0%	12	2.167	.8139	.2350	1.650	2.684	.5	3.4
	0.4%	12	2.858	2.0917	.6038	1.529	4.187	.5	7.0
	0.8%	12	2.375	1.7062	.4925	1.291	3.459	.5	5.6
	1.6%	12	2.892	3.1292	.9033	.903	4.880	.4	10.2
	Total	53	2.860	2.8426	.3905	2.077	3.644	.4	16.6

## Vedlegg 5 Sertifisering av resultater: Totalt innhold av fosfater



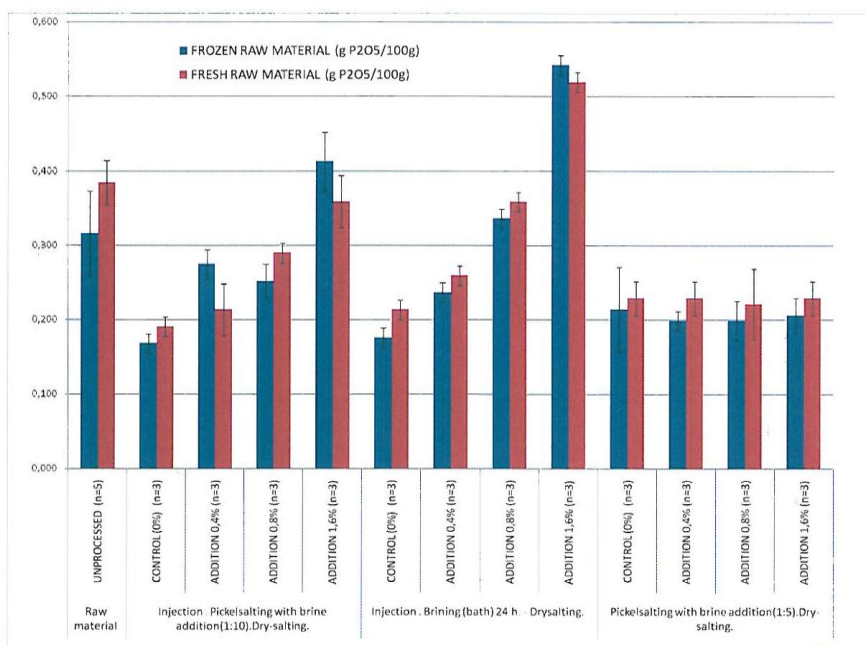
CENTRO TÉCNICO NACIONAL DE CONSERVACIÓN DE PRODUCTOS DE LA PESCA

C/Colégio Universitario,16, 36310 VIGO Tlf. (34) 986 469 303 - Fax (34) 986 469 269  
www.anfaco.es

Laboratorio de referencia de la Comunidad Autónoma de Galicia para el control de productos transformados de la pesca. CIF: G-36.625.309

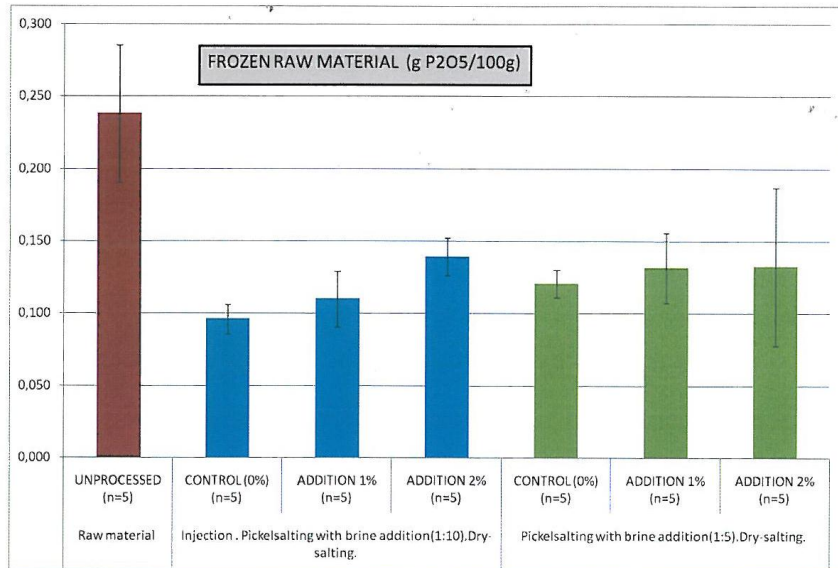
ANFACO-CECOPESCA certifies to have carried out the analyses which results are represented in the figures below:

- **Small scale trial:** Total phosphate levels in unprocessed and salted cod by three different salting methods from fresh and frozen raw materials.



NOTES: The report shall not be reproduced except in full, without the written approval of the laboratory.

- **Large Scale Trial:** Total phosphate levels in unprocessed and salted cod by two different salting methods from frozen raw materials.



Vigo, June, 12th 2012

Vº Bº Technical Manager.

Principal Investigator.



Research and development Manager.

NOTES: The report shall not be reproduced except in full, without the written approval of the laboratory.



## MØREFORSKING

MØREFORSKING MARIN  
Postboks 5075, NO-6021 Ålesund

Telefon +47 70 11 16 00  
Telefaks +47 70 11 16 01

epost@mfaa.no  
www.moreforsk.no



## HØGSKOLEN I ÅLESUND

HØGSKOLEN I ÅLESUND  
Serviceboks 17, NO-6025 Ålesund

Telefon +47 70 16 12 00  
Telefaks +47 70 16 13 00

postmottak@hials.no  
www.hias.no