



N I F E S
NASJONALT INSTITUTT
FOR ERNÆRINGS- OG
SJØMATFORSKNING

NIFES

Rapport
2013

Kjemisk testing av hvalolje og sammenligning med tidligere produkt av spekk*

(*i forbindelse med prosjektet "Helsebringende merverdi –
Utnyttelse av spekk og skjelett fra vågehval")
FHF Prosjekt nr 900921

Stig Valdersnes, Amund Måge, Rune
Waagbø, Bjørn Tore Lunestad og Livar
Frøyland
**Nasjonalt institutt for ernærings- og
sjømatforskning (NIFES)**
03.03.2014

Innholdsfortegnelse

1. Oppsummering	1
2. Terminologi	2
3. Innledning	3
3.1 Bakgrunn og formål.....	3
3.2 Regelverk.....	6
3.3 Stoffgruppene som er inkludert i prosjektet.....	6
4. Material og metode	7
4.1 Prøver.....	7
4.2 Tabell over analyser utført samt akkrediteringsstatus.....	7
4.2 Analysemetoder	8
4.2.1 Næringsstoff.....	8
4.2.2 Fremmedstoff.....	8
4.2.3 Elementer	9
4.2.4 Smittestoff.....	9
5 Resultater	10
5.1 Næringsstoff	10
5.1.1 Balenin	10
5.1.2 Fettprofil.....	11
5.2 Fremmedstoff.....	15
5.2.1 Dioksiner og PCB.....	15
5.2.2 PAH.....	19
5.3 Elementer	20
5.4 Smittestoff	22
5.4.1 Koliforme bakterier	22
5.4.2 <i>Salmonella</i>	22
6 Konklusjon	22
7 Videre arbeid	22
8 Referanser	23
9 Vedlegg – Aminosyreprofil i proteinpulver fra hval (prøve9)	25

1. Oppsummering

Hovedmål for dette prosjektet har vært å bidra til en overordnet vurdering av anvendelsesmuligheter for hvalolje laget av spekk, muskel samt skjelett fra vågehval gjennom å dokumentere innholdet av positive komponenter og fremmedstoff i de ulike delene av hvalen slik at en bedre totalutnyttelse kan oppnås. Dette har blitt gjort ved å gjennomføre følgende:

- Behovsvurdering av raffinering og rensing i forhold til fremmedstoffinnhold
- Kvalitetssikring av ferdig produkt med hensyn til innhold av fremmedstoffer og positive komponenter
- Sammenligning av resultatene med tidligere analyserte hvaloljer av spekk

Tidligere undersøkelser utført blant annet av NIFES og Haukeland sykehus har vist at hvaloljer kan være overlegne fiskeoljer og tran når det gjelder å forebygge hjerte og karsykdommer og inflammatoriske sykdommer. Disse helseeffektene kommer delvis av det høye nivået av langkjedete omega-3 fettsyrer som finnes i hvaloljer i likhet med seloljer og fiskeoljer men det har vært særlig aktuelt også å dokumentere innholdet av imidazolrelaterte forbindelser i hvaloljene, spesielt balenin, siden det er forventet at et forhøyet innhold av slike forbindelser muligens kan knyttes til de tidligere dokumenterte helseeffektene til hvalolje.

Resultatene i prosjektet har vist at oljene må raffineres og renses pga forhøyet innhold av organiske fremmedstoff, spesielt PCB₆, som det ble innført ny grenseverdi for i marine oljer i 2012. Resultatene for balenin viser at denne forbindelsen ikke finnes i kvantifiserbare mengder i de fettrike prøvene, men at den finnes i forhøyede nivå i ekstrakt fra bein og i prøver av muskel. Analyse av aminosyre sammensetning i proteinpulveret ga en arginin/histidin-ratio på 6.4 som er høyt sammenlignet med annet kjøtt fra for eksempel laks, lam, kalv og gris. Sammenligning av fettsyreprofil i prøvene med tidligere analysert hvalolje viser at fettprofilen er svært lik mellom de ulike typene hvalolje. Innholdet av EPA og DHA i både råoljene og det urensede kapslete produktet var i området 25-30 mg/g og 33-39 mg/g for EPA og DHA henholdsvis. Innholdet av de helsefremmende omega-3 fettsyrene var på samme nivå som andre marine oljer som selolje eller tran. Siden det ferdige kapslete produktet ikke var rensert før kapsling var det fortsatt over grenseverdi for dioksiner, dioksinlignende PCB og PCB. Resultatene for både PAH og elementer var lave og uproblematiske i forhold til gjeldende grenseverdier. Det ble ikke påvist verken koliforme bakterier eller *Salmonella* i noen av prøvene som ble analysert.

Prosjektet har vist at ulike deler av hvalen som muskel, skjelett og spekk har stort potensial for anvendelse til ulike produkter. Prosjektet har dokumentert at oljer fra bein, muskel og spekk av hval har høyt innhold av helsefremmende omega-3 fettsyrer. Kvalitativt høyt innhold av balenin, som har flere postulerte helsefremmende effekter blant annet som antioksidant, er dokumentert i ekstrakter fra både muskel og bein. Med videre dokumentasjon, forskning og finansiering vil funnene i dette prosjektet derfor kunne bidra til en bedre totalutnyttelse av hval i fremtiden.

2. Terminologi

A _w	Vannaktivitet
BaP	Benzo[a]pyrene
DHA	Dokosaheksaensyre; 22:6n-3
dl	dioksinlignende
DPA	Dokosapentaensyre; 22:5n-3
ELFA	Enzyme linked fluorescent assay
EPA	Eikosapentaensyre; 20:5n-3
GC/GLC	Gass kromatografi/Gass væskechromatografi
ICP	Induktivt koblet plasma
IWC	Den internasjonale hvalfangstkommissjonen
LOQ	kvantifiseringsgrense
MS	Massespektrometri
n-3	omega-3
n-6	omega-6
ndl	ikke dioksinlignende
PCB	Polyklorerte bifenyler
PCB ₆	ikke dioksinlignende PCB
PCDD	Polyklorerte dibenzo- <i>p</i> -dioksiner
PCDF	Polyklorerte dibenzofuraner
PAH	polyaromatiske hydrokarboner
PAH-4	sum av benzo[a]pyrene, benz[a]anthracene, benzo[b]fluoranthene og chrysene
sn	stereospesifikk nummerering
TAG	triacylglyserid
TEF	toksisk ekvivalensfaktor
TEQ	toksiske ekvivalenter

3. Innledning

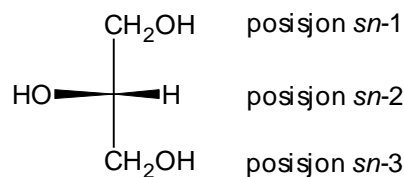
Den norske forvaltningen av hval er tuftet på FNs havrettskonvensjon. Hvalforvaltningen er basert på den beste tilgjengelige vitenskapelige kunnskapen om bestanden og på rådene fra Den internasjonale hvalfangstkommisjonen – IWC. Norges offentlige syn i tilknytning til hvalfangst er et basert på to viktige hensyn; bærekraft og folkeretten til å høste av de levende marine ressursene. Når hval blir høstet er totalutnyttelse viktig. Stortingsmelding 27 fra 2005 påpeker nettopp viktigheten av å utnytte hele hvalen, dette omfatter å benytte både spekk, hjerte og innmat i tillegg til kjøttet.(1) Spekket er vurdert som det restråstoffet med størst potensial. Hvalspekk fra vågehval kan deles i tre hovedkategorier, ryggspekk, bukspekk og fett fra spor/finner. Vågehvalkvoten for 2013 var satt til 1286 dyr - samme som i 2012, hvor antall dyr som ble fanget var ca 550 dyr. Kvoten er i tråd med retningslinjer fra IWCs vitenskapskomité (www.fiskeridir.no). Det anslås at spekket utgjør ca. 500 kg per voksent dyr. Med en kvote på 1286 vågehval vil dette utgjøre ca. 650 tonn. Mesteparten av dette spekket har blitt dumpet til tross for at båtene har kapasitet til å ta det med inn til land (www.fiskeridir.no). Tidligere undersøkelser har vist at hvalolje kan være overlegen fiskeoljer og tran når det gjelder å forebygge hjerte og karsykdommer.(2) Hvaloljer har også vist gode egenskaper i forbindelse med inflammatoriske sykdommer.(3) Men på den andre siden har innhold av fremmedstoff i spekket gjort at enkelte dyr må sorteres ut.

3.1 Bakgrunn og formål

NIFES har i tidsrommet 2011-2013 deltatt i et prosjekt med tittel ”Helsebringende merverdi – Utnyttelse av hvalspekk i fra vågehval” ledet av Møreforskning i samarbeid med næringsaktører. Formålet med prosjektet var å kunne utnytte restråstoffene fra hvalfangst kommersielt. NIFES rolle i dette prosjektet var å gjennomføre kjemisk testing av produktet og en sammenligning av produktet med tidligere analyserte hvaloljer av spekk. Av ulike årsaker ble prosjektet terminert før olje ble produsert og kjemisk testing kunne utføres. Målsetningen med prosjektet ble derfor ikke oppnådd og i etterkant har MRB i samarbeid med markedsaktører og NIFES gått inn for en forlengelse av prosjektet kalt ”Helsebringende merverdi – Utnyttelse av spekk og skjelett fra vågehval” som legger til grunn at tilnærmet hele hvalen kan utnyttes, inklusive skjelettet. NIFES sin rolle i dette prosjektet er tatt ut som et eget FHF finansiert prosjekt.

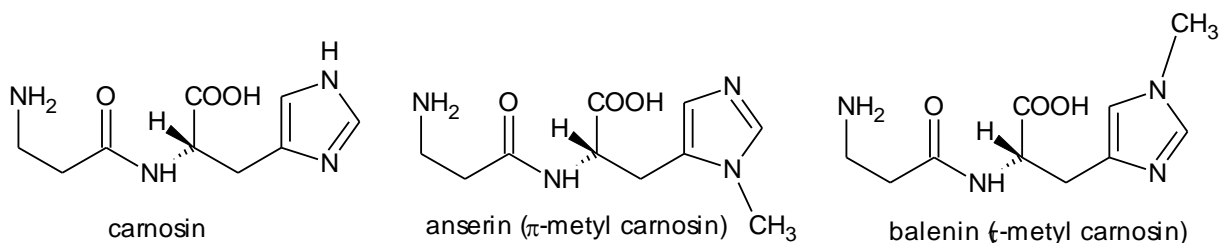
Helseeffekter av hvalolje er lite undersøkt i litteraturen men tidligere undersøkelser utført blant annet av NIFES og Haukeland sykehus har vist at hvaloljer kan være

overlegne fiskeoljer og tran når det gjelder å forebygge hjerte og karsykdommer og inflammatoriske sykdommer.(2-5) Dette kommer delvis av det høye nivået av langkjedete (16-20 karbon i kjeden) og veldig langkjedete (mer enn 20 karbon i kjeden) omega-3 fettsyrer som finnes i hvaloljer i likhet med fiskeolje. Sammenlignet med fiskeoljer har oljer fra marine pattedyr som hval et relativt høyere innhold av DPA (dokosapentaensyre; 22:5n-3) i forhold til EPA (eikosapentaensyre; 20:5n-3)og DHA (dokosaheksaensyre; 22:6n-3).(6) Imidlertid er det større forskjeller mellom fiskeoljer og oljer fra marine pattedyr som hval når det gjelder tilgjengeligheten av fettsyrene.(7-11) Dette kommer av at de langkjedete og veldig langkjedete omega-3 fettsyrene i fiskeolje oftere er bundet til *sn*-2 karbonet i triacylglyseridmolekylet (TAG) mens i marine pattedyr finnes de langkjedete og veldig langkjedete omega-3 fettsyrene nesten utelukkende i *sn*-1 og *sn*-3 posisjonen (Figur 1).(5, 6, 9, 12-14) Oljer fra marine pattedyr som hval kan derfor ha fordeler sammenlignet med fiskeoljer, selv om dette er en påstand som må undersøkes ytterligere og dokumenteres vitenskaplig for kunne brukes som en godkjent helsepåstand.



Figur 1: Stereospesifikk nummerering av L-glyserol

I tillegg har akvatiske pattedyr som hval og sel et høyt innhold av imidazolrelaterte forbindelser som balenin (Figur 2) i muskelvev.(15-19) Slike forbindelser er postulert å ha flere positive biologiske funksjoner som pH-buffer,(20, 21) ioneregulator,(22) neurotransmitter,(23) beskyttelse mot frie radikaler,(24, 25) antioksidant(26-29) og regulering av glukose nivå i blodet.(1, 2)



Figur 2: Kjemisk struktur til tre imidazolrelaterte dipeptider

Forskere ved NIFES har lenge jobbet med imidazolrelaterte forbindelser i organer hos fisk i forbindelse med arbeidet med å definere behov for histidin i fiskefôr for å dekke både vekst og hindre utvikling av øyelidelsen katarakt hos laks.(30-34) Anserin utgjør normalt opptil

halvparten av de frie aminosyrene i laksens muskel, mens andre histidinforbindelser dominerer i linsen og andre organer. Siden slike forbindelser er vannløselige vil de som nevnt tidligere normalt ikke finnes i rene oljer av spekk, men forekomsten av slike forbindelser i blandete vevsprodukter og urensede oljer av hval er foreløpig lite undersøkt. Det vil derfor være av særlig interesse å dokumentere i hvilke andre deler av hvalen det kan finnes forhøyede nivå av denne forbindelsen siden slike forbindelser blant annet vil kunne fungere som en naturlig antioksidant i det ferdige produktet.

Det har vist seg at fettløselige fremmedstoffer som dioksiner, bromerte flammehemmere og spesielt PCB kan finnes i forhøyede konsentrasjoner i marine oljer, slik at oljene ofte må renses før humant konsum.(35-38) Tidligere undersøkelser utført ved NIFES av metallinnhold i kjøtt fra 84 vågehval viste derimot ingen overskridelser for kvikksølv der grenseverdi i Norge og EU for fisk er 0,5 mg/kg.(10, 12, 39) Kadmiuminnholdet varierte mellom 0,002 til 0,035 mg/kg mens innholdet av bly varierte mellom <0,01 til 0,09 mg/kg. Grenseverdiene for kadmium og bly i fisk er henholdsvis 0,05 og 0,3 mg/kg i Norge og EU. Innholdet av PBDE var mindre enn 3 µg/kg unntatt en prøve, mens innholdet av PFOS varierte mellom <0,3 til 5,2 µg/kg. Det er enda ikke satt grenseverdier for PBDE og PFOS. Siden det i dette prosjektet vil være aktuelt å bruke hele hvalen inkludert skjellet vil det også være spesielt aktuelt å se på innhold av kadmium i ferdig produkt siden dette normalt lagres i beinvev.(40)

Marine pattedyr har en høy og stabil kroppstemperatur, og har derfor mange av de samme mikroorganismene i tarmen som en finner hos mennesker, inkludert potensielt sykdomsframkallende agens. (41) Dersom produkter fra marine pattedyr blir forurenset med denne typen smittestoff, kan dette representere et smittepotensial for forbrukeren. Et generelt mål på bakterier fra varmblodig tarm er mengden koliforme bakterier, og denne parameteren er derfor inkludert i dette prosjektet. Et av de mest aktuelle smittestoffene er bakterier i slekten *Salmonella*. Når det gjelder overlevelse av *Salmonella*- bakterier, ser den ut til å øke betraktelig ved økende fettinnhold og lavere innhold av tilgjengelig vann (vannaktivitet, A_w) i produktet der bakterien finnes.(42) Det er blant annet vist at serovarianten *Salmonella* Agona, som er en av de vanligst forekommende i marine oljer, overleve flere måneder i en blanding av brisling- og tobisolje.(43, 44) Dette viser at *Salmonella*-kontaminert olje kan representere et spesielt smitteproblem, som bør undersøkes. Dette er særlig viktig siden infeksjonsdosen for *Salmonella*-bakterier er lavere når bakterien finnes i olje. Dette har sammenheng med at lipidassosierte bakterier blir beskyttet mot effekten av magesyre, og dermed bedre overlever passasjen over i tarmsystemet der en infeksjon kan finne sted.

Hovedmål for prosjektet har vært å bidra til en overordnet vurdering av anvendelsesmuligheter for hvalolje laget av ryggspekk, bukspekk samt skjelett fra vågehval gjennom å dokumentere innholdet av positive komponenter og fremmedstoff i produktet. Dette har blitt gjort ved å gjennomføre følgende delmål:

- Behovsvurdering av raffinering og rensing i forhold til fremmedstoffinnhold
- Kvalitetssikring av ferdig produkt med hensyn til innhold av fremmedstoffer og positive komponenter
- Sammenligning av resultatene med tidligere analyserte hvaloljer av spekk

3.2 Regelverk

Det er et stort antall ulike grenseverdier for maksimalt tillatt innhold av ulike komponenter både nasjonalt og internasjonalt. EU og Norge har innført flere grenseverdier for maksimalt tillatt innhold av metaller, fremmedstoff og smittestoff i marine oljer. Slike grenseverdier finnes både for oljer til humant konsum og oljer til fôr. Grenseverdier for oljer til humant konsum finnes i EU i Reg 1881/2006 cons. leg. mens grenseverdier i fôr finnes i Dir 32/2002 cons. leg.(45, 46) I Norge er disse grenseverdien implementert gjennom FOR 2002-09-27-1028 ”Forskrift om visse forurensende stoffer i næringsmidler” og FOR-2002-11-07-1290 ”Forskrift om fôrvarer” henholdsvis. I dette prosjektet er innholdet av ulike forbindelser bare vurdert ut fra at prøvene danner utgangspunkt for produkter som tilslutt skal anvendes til humant konsum.

3.3 Stoffgruppene som er inkludert i prosjektet

Prosjektet bestemte både næringsstoff, fremmedstoff, metaller og smittestoff i prøvene. Næringsstoffene som ble bestemt var kvalitativt innhold av balenin og kvantitativ fettsyresammensetningen i prøvene. Fremmedstoffene som ble bestemt var dioksiner, furaner, dioksinlignende PCB (dl-PCB), ikke-dioksinlignende PCB (ndl-PCB, PCB₆) og polyaromatiske hydrokarboner (PAH). Elementene som ble bestemt var arsen (As), bly (Pb), kadmium (Cd), kvikksølv (Hg) og selen (Se). Smittestoffene som ble bestemt var koliforme bakterier og *Salmonella*.

4. Material og metode

4.1 Prøver

Prøvene som ble sendt inn av næringsaktører i løpet av prosjektet er vist i Tabell 1. Etter at prøvene ankom NIFES ble prøvene gitt et journalnummer, den medfølgende informasjonen om prøvene ble lagt inn i NIFES sitt laboratorieinformasjonshåndteringssystem (LIMS) og aktuelle analyser ble lagt på prøvene. Siden noen av analysene forbrukte mye prøve var det ikke nok materiale til å gjennomføre alle analysene på alle prøvene. Totalt kom det inn 16 prøver på prosjektet. Det var fem prøver av ulike faser av muskelektstrakt, fire prøver av spekk (oljer), fire prøver av ulike faser av beinekstrakt, ett proteinpulver, ett kommersielt tilgjengelig naturprodukt fra hval og en prøve av kapslet urensset produkt.

4.2 Tabell over analyser utført samt akkrediteringsstatus

Tabell 1: Oversikt over prøver og analyser gjennomført på prosjektet og akkrediteringsstatus

Prøve	Hvalart	Prøve	Beskrivelse	Balenin	Fettprofil	Metaller	PAH	Dioksin/PCB	Koliforme	Salmonella
1	Vågehval	Muskel	Tungfase	U	A	A	A	A	-	-
2	Vågehval	Muskel	Midtfase	U	A	A	A	A	-	-
3	Vågehval	Muskel	Oljefase	U	A	A	A	A	-	-
4	Vågehval	Bein	Bunnfase	U	A	A	A	A	-	-
5	Vågehval	Bein	Mellomfase	U	A	A	A	A	-	-
6	Vågehval	Bein	Vannfase	U	A	A	A	A	-	-
7	Vågehval	Bein	Oljefase	U	A	A	A	A	-	-
8	Ukjent	Naturprodukt	Kapsler	U	A	A	A	A	-	-
9	Vågehval	Protein	Pulver	-	-	A	A	A	A	A
10	Finnhval	Spekk	Olje	U	A	A	A	A	A	A
11	Vågehval	Spekk	Olje	U	A	A	A	A	A	A
12	Finnhval	Spekk	Olje	U	A	A	A	A	A	A
13	Finnhval	Spekk	Olje	U	A	A	A	A	A	A
14	Vågehval	Muskel	Tungfase	U	A	A	A	A	-	-
15	Vågehval	Muskel	Midtfase	U	A	A	A	A	-	-
16	Vågehval	Urenset produkt	Kapsler	U	A	-	-	A	-	-
Sum antall prøver analysert				15	15	15	15	16	5	5

A= Akkreditert, U = Uakkreditert

4.2 Analysemetoder

Alle metodene som er benyttet i prosjektet er akkreditert i henhold til NS-EN ISO/IEC 17025, bortsett fra metoden for bestemmelse av basiske aminosyrer/balenin som ble utviklet i prosjektet.

4.2.1 Næringsstoff

Metode 338: Basiske aminosyrer bestemmelse ved hjelp av ionebytting – Ninhydrin deteksjon - inkludert balenin (videreutvikling av NIFES metode 338)

Innveid homogenisert prøve tilsettes etanol for å denaturere proteiner. Deretter sentrifugeres prøven og en del av prøven tas ut og dampes inn. Deretter løses den inndampete delen av prøven i buffer og internstandard tilsettes før prøven filtreres. Tilslutt bestemmes prøven ved ionebytting og ninhydrinderivatisering og deteksjon ved 570 nm. Metoden bestemmer de frie basiske aminosyrene ornitin, lysin, 1-metylhistidin, histidin samt dipeptidene anserin, carnosin, arginin og balenin. Siden metoden er modifisert er ikke resultatene fra denne metoden akkreditert og analysesvarene må sees på som kvalitative, ikke kvantitative.

Metode 41: Fettsyresammensetning av totalfettsyrer ved hjelp av GLC

Innveid homogenisert prøve tilsettes internstandard og ekstraheres med Kloroform/metanol. Prøvene filtreres og dampes inn før de forsåpes med natrium hydroksid løst i metanol med bortrifluorid som katalysator. Deretter ekstraheres de forsåpede fettsyrene med heksan. Prøven bestemmes ved GC-FID analyse og internstandardkvantifisering. Metoden bestemmer 45 fettsyrer med varierende kjedelengder og grader av umetting. Metoden er akkreditert.

4.2.2 Fremmedstoff

Metode 292: Dioksin, furan, mono-/non-orto PCB og PCB₆

Innveid homogenisert prøve blandes med hydromatriks og tilsettes internstandarder. Prøvene ekstraheres med heksan. Fettet brytes ned med svovelsyreimpregnert kiselgel. Ekstraktet renses videre på kolonner pakket med silika, aluminiumoksid og kull. Dioksiner, furaner og dioksinlignende PCB analyseres på HRGC-HRMS og kvantifiseres ved isotopfortynning. Mono-orto PCB og PCB₆ analyseres på GC-MS/MS og beregnes ved isotopfortynning. Toksiske ekvivalenter (TEQ) beregnes ved å multiplisere konsentrasjonene med kongenernes toksiske ekvivalens faktor (TEF). Metoden bestemmer seks kongener av ikke dioksinlignende PCB (PCB₆), fire non-orto PCB, åtte kongener

av mono-orto PCB (dvs. totalt 12 dl-PCB) samt 10 furaner og syv dioksiner. Metoden er akkreditert.

Metode 262: PAH, GC-MS/MS

Innveid homogenisert prøve blandes med hydromatriks og tilsettes internstandarder før de ekstraheres med diklormetan/sykloheksan. Fettet brytes ned med svovelsyreimpregnert kiselgel. Ekstraktene dampes inn og renses videre på SPE-kolonner før løsemiddelet byttes til isooktan. Prøvene analyseres på GC-MS/MS og kvantifiseres med kalibreringskurver og internstandard. Metoden bestemmer 16 PAH forbindelser. Metoden er akkreditert.

4.2.3 Elementer

Metode 197: Multielement bestemmelse med induktivt koblet plasma massespektrometri (ICP-MS) etter våtoppslutning i mikrobølgeovn.

Innveid homogenisert prøve tilsettes konsentrert salpetersyre og hydrogenperoksid og oppsluttes i mikrobølgeovn. Bestemmelsen gjøres med ICP-MS og elementkonsentrasjonene beregnes ved hjelp av ekstern standardkurve. Metoden bestemmer elementene arsen, bly, kadmium, kvikksølv og selen. Metoden er akkreditert.

4.2.4 Smittestoff

Metode 391: Koliforme- og termotolerante koliforme bakterier, Petrifilm

En kjent mengde prøve overføres til den selektive gelen på petrifilmen. Prøven inkuberes i 24 timer før kolonier på petrifilmen telles og antall bakterier per gram prøve beregnes. Metoden er akkreditert.

Metode 291: *Salmonella* (MiniVidas)

Påvisning av *Salmonella* - bakterier gjennomføres i flere trinn: preanrikning, anrikning, koking, kjøring av mini Vidas hvor instrumentet utfører automatisk enzymbundet fluorescens immunoassay for detektering av *Salmonella* antigener ved bruk av ELFA metode (Enzyme Linked Fluorescent Assay), selektiv platespredning av positive prøver, biokjemisk konfirmering og eventuelt verifisering ved nasjonalt referanselaboratorium. Metoden er akkreditert.

5 Resultater

Resultatene for hver av stoffgruppene og analysemetodene er gitt under.

5.1 Næringsstoff

5.1.1 Balenin

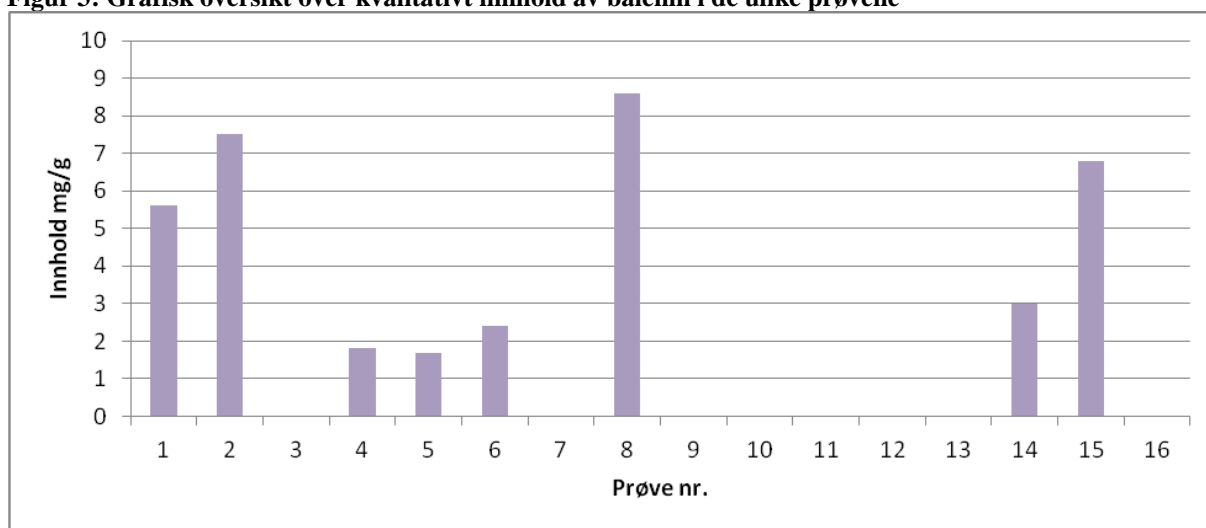
Innholdet av balenin for de ulike prøvene er gitt i Tabell 2 og vist grafisk i Figur 3.

Tabell 2: Innhold av balenin i de ulike prøvene i mg/g

Prøve nr.	Hvalart	Prøve	Beskrivelse	Balenin
1	Vågehval	Muskel	Tungfase	5,6
2	Vågehval	Muskel	Midtfase	7,5
3	Vågehval	Muskel	Oljefase	< 0,02
4	Vågehval	Bein	Bunnfase	1,8
5	Vågehval	Bein	Mellomfase	1,7
6	Vågehval	Bein	Vannfase	2,4
7	Vågehval	Bein	Oljefase	< 0,02
8	Ukjent	Naturprodukt	Kapsler	8,6
9	Vågehval	Protein	Pulver	na
10	Finnhval	Spekk	Olje	< 0,02
11	Vågehval	Spekk	Olje	< 0,02
12	Finnhval	Spekk	Olje	< 0,02
13	Finnhval	Spekk	Olje	< 0,02
14	Vågehval	Muskel	Tungfase	3,0
15	Vågehval	Muskel	Midtfase	6,8
16	Vågehval	Ferdig produkt	Kapsler	< 0,02

na = ikke analysert da metoden ikke kan analysere tørre pulver

Figur 3: Grafisk oversikt over kvalitativt innhold av balenin i de ulike prøvene



Siden balenin er en vannløselig forbindelse som normalt finnes i muskel er det som forventet at de største mengdene av denne forbindelsen finnes i de vandige ekstraktene av muskel. Det var mer overraskende at det var et visst nivå også i ekstrakt fra bein. De oljeholdige prøvene hadde som forventet nivå under kvantifiseringsgrensen (LOQ) for metoden.

5.1.2 Fettprofil

Innholdet av de ulike fettsyrene er gitt i Tabell 3 og vist grafisk i Figur 5, Figur 4 og Figur 6.

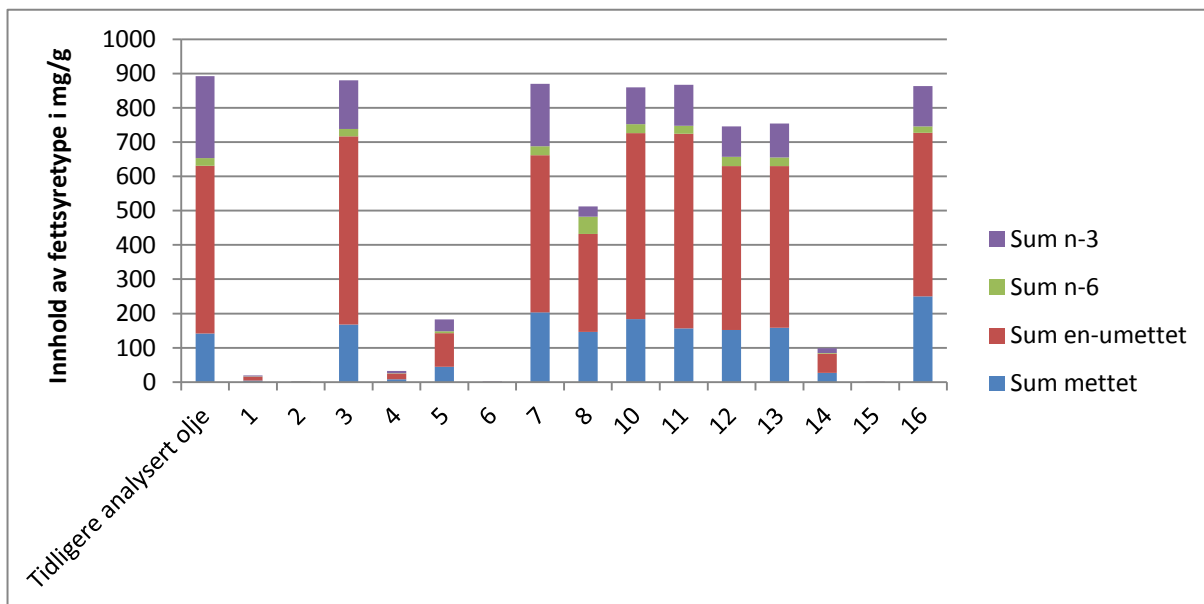
Tabell 3: Innhold av fettsyrer i de ulike prøvene, mg/g produkt

Fettsyre	Tidligere Analysert olje	Prøve																
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	
6:0	na	<,01	<,01	<,01	<,01	<,01	<,01	<,01	<,01	<,01	na	0,12	0,14	<,01	<,01	<,01	<,01	<,01
8:0	na	<,01	<,01	<,01	<,01	<,01	<,01	0,03	1,61	na	0,08	0,06	<,01	<,01	0,05	<,01	61,14	
10:0	na	0,01	<,01	<,01	0,03	0,01	0,01	0,08	1,87	na	0,33	0,38	<,01	<,01	0,07	<,01	50,53	
12:0	na	0,04	0,01	1,63	0,07	0,35	<,01	1,60	5,07	na	1,76	0,89	1,48	1,45	0,21	<,01	1,63	
14:0	45	1,05	0,07	49,37	0,99	6,75	0,03	31,34	28,60	na	47,40	46,03	38,12	39,09	7,78	<,01	40,07	
15:0	3	0,06	<,01	2,70	0,11	0,67	<,01	3,09	1,82	na	3,63	2,70	3,39	3,54	0,47	<,01	2,63	
16:0	80	2,12	0,10	87,73	4,72	26,06	0,05	119,52	62,93	na	92,75	86,99	83,83	88,92	15,21	0,01	74,93	
17:0	3	0,10	<,01	4,51	0,23	1,37	<,01	6,37	1,41	na	6,95	<,01	4,05	4,37	0,32	<,01	2,11	
18:0	12	0,74	0,02	19,78	2,10	8,51	0,02	37,61	38,54	na	27,30	17,65	20,03	19,34	2,78	0,01	15,74	
20:0	na	0,04	<,01	2,14	0,07	0,45	<,01	2,11	1,35	na	1,98	2,05	0,82	0,95	0,11	<,01	1,18	
22:0	na	<,01	<,01	0,51	0,02	0,11	<,01	0,77	0,51	na	0,60	0,16	0,32	<,01	0,02	<,01	0,12	
24:0	na	<,01	<,01	<,01	<,01	<,01	<,01	<,01	1,95	na	0,74	0,41	<,01	<,01	<,01	<,01	<,01	
Sum mettet	142	4,16	0,20	168,00	8,34	44,30	0,12	203,00	146,00	na	184,00	157,00	152,00	158,00	27,00	0,03	250,00	
14:1n-9	6	0,03	<,01	1,43	0,03	0,22	<,01	1,1	8,8	na	4,56	4,18	4,47	4,47	0,2	<,01	3,35	
16:1n-9	4	0,05	<,01	2,73	0,19	1,22	<,01	5,68	6,56	na	4,02	2,82	2,16	2,12	0,35	<,01	2,73	
16:1n-7	140	1,5	0,09	70,4	1,62	10,72	0,02	50,11	77,86	na	58,09	76,36	65,77	64,98	8,87	<,01	66,52	
18:1n-11	32	0,33	0,02	16,03	0,4	2,69	<,01	12,58	6,37	na	13,61	15,87	0,57	0,68	1,18	<,01	13,73	
18:1n-9	149	3	0,12	120,28	8,03	44,58	0,08	207,68	139,32	na	205,81	169,19	223,1	219,26	13,48	0,01	131,45	
18:1n-7	38	0,65	0,03	26,65	1,84	10,66	0,02	50,42	15,58	na	48,74	35,94	47,36	46,44	3,86	<,01	29,46	
20:1n-11	16	0,39	0,02	17,97	0,43	2,79	<,01	12,86	14,15	na	22,11	19,15	9,03	8,53	1,2	<,01	16,64	
20:1n-9	77	3,36	0,14	175,42	1,94	13,35	0,02	61,45	7,94	na	93,83	136,47	65,13	65,09	12,51	0,01	107,59	
20:1n-7	5	0,13	<,01	6,58	0,16	1,11	<,01	5,12	0,46	na	5,14	3,74	4,18	4,05	0,33	<,01	3,45	
22:1n-11	18	1,85	0,07	90,9	1,29	8,62	0,01	40,26	6,65	na	75,63	89,46	46,91	46,64	12,1	0,01	87,8	
22:1n-9	5	0,28	0,01	14,77	0,21	1,46	<,01	6,82	1,45	na	7,51	9,74	5,91	5,59	1,34	<,01	11,27	
24:1n-9	na	0,12	<,01	5,64	0,17	1,11	<,01	5,23	0,48	na	3,28	3,72	3,84	4,51	0,45	<,01	2,77	

Fettsyre	Tidligere Analysert olje	Prøve															
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16
Sum en-umettet	489	11,7	0,509	549	16,3	98,5	0,174	459	286	na	542	567	478	472	55,9	0,0237	477
18:2n-6	15	0,33	0,01	13,77	0,46	2,36	<,01	11,27	47,42	na	15,68	15,52	14,79	13,49	1,56	<,01	11,77
18:3n-6	0	0,02	<,01	0,77	<,01	<,01	<,01	<,01	<,01	na	0,42	0,63	<,01	<,01	0,06	<,01	0,47
20:2n-6	1	0,05	<,01	2,53	0,11	0,86	<,01	4,33	0,35	na	2,74	3,04	3	2,41	0,19	<,01	2,28
20:3n-6	0	0,03	<,01	0,89	0,05	0,19	<,01	1,03	0,17	na	1,06	0,93	0,76	0,65	0,07	<,01	0,6
20:4n-6	6	0,18	<,01	2,5	0,68	1,43	<,01	6,42	1,16	na	4,32	2,43	5,12	4,46	0,38	<,01	2,6
22:4n-6	na	<,01	<,01	<,01	0,04	0,22	<,01	1,61	0,06	na	0,72	0,17	1,19	1,76	<,01	<,01	<,01
22:5n-6	na	0,01	<,01	0,89	0,03	0,16	<,01	0,91	0,89	na	0,86	0,56	2,15	2,62	<,01	<,01	0,44
Sum n-6	22	0,613	0,0192	21,4	1,37	5,22	<,01	25,6	50,1	na	25,8	23,3	27	25,4	2,26	<,01	18,2
16:3n-3	4	0,02	<,01	0,81	0,04	0,24	<,01	1,67	1,34	na	1,35	0,48	<,01	<,01	0,09	<,01	0,63
16:4n-3	6	0,06	<,01	3,07	0,03	0,24	<,01	1,11	<,01	na	0,05	0,05	<,01	<,01	0,21	<,01	2,3
18:3n-3	6	0,08	0,01	4,05	0,11	0,82	<,01	4,06	3,86	na	5,51	6,84	4,71	4,91	0,67	<,01	5,72
18:4n-3	16	0,27	0,02	13,57	0,26	1,88	<,01	9,26	1,61	na	7,06	15,14	5,45	5,87	2,37	<,01	12,97
20:3n-3	0	<,01	<,01	<,01	<,01	<,01	<,01	<,01	<,01	na	<,01	<,01	<,01	<,01	<,01	<,01	<,01
20:4n-3	5	0,17	0,01	9,09	0,32	1,95	<,01	11,04	1,88	na	8,1	9,4	5,82	6,11	0,91	<,01	8,87
20:5n-3 EPA	79	1,12	0,04	34,78	2,07	8,36	0,02	42,2	8,94	na	24,57	29,15	25,12	26,21	4,29	<,01	29,94
21:5n-3	na	0,07	<,01	3,62	0,08	0,56	<,01	2,85	0,36	na	2,87	3,01	<,01	<,01	0,22	<,01	2,05
22:5n-3	37	0,41	0,02	20,64	1,05	6,68	0,01	34,11	3,4	na	22,36	16	13,78	16,15	1,09	<,01	16,05
22:6n-3 DHA	86	1,07	0,06	50,41	2,31	13,97	0,03	73,85	9,26	na	34,35	37,61	32,97	38,84	3,73	<,01	37,51
24:5n-3	na	0,03	<,01	1,68	0,02	0,18	<,01	0,83	<,01	na	1,57	1,66	0,61	0,81	0,12	<,01	1,3
24:6n-3	na	<,01	<,01	<,01	0,02	0,13	0,01	0,68	<,01	na	0,45	0,25	<,01	<,01	0,04	<,01	0,27
Sum n-3	239	3,3	0,158	142	6,31	35	0,0685	182	30,6	na	108	120	88,5	98,9	13,7	<,01	118
16:2n-4	7	0,08	<,01	4,03	0,06	0,42	<,01	1,93	1,21	na	1,77	3,5	8,16	8,43	0,45	<,01	2,97
20:3n-9	na	<,01	<,01	<,01	<,01	<,01	<,01	<,01	<,01	na	0,08	0,01	0,64	<,01	<,01	<,01	<,01
Sum flerumettet	268	3,99	0,182	167	7,74	40,7	0,0778	209	81,9	na	136	146	124	133	16,5	<,01	139
n-3/n-6	10,7	5,4	8,3	6,6	4,6	6,7	8,6	7,1	0,6	na	4,2	5,1	3,3	3,9	6,1	2,4	6,5

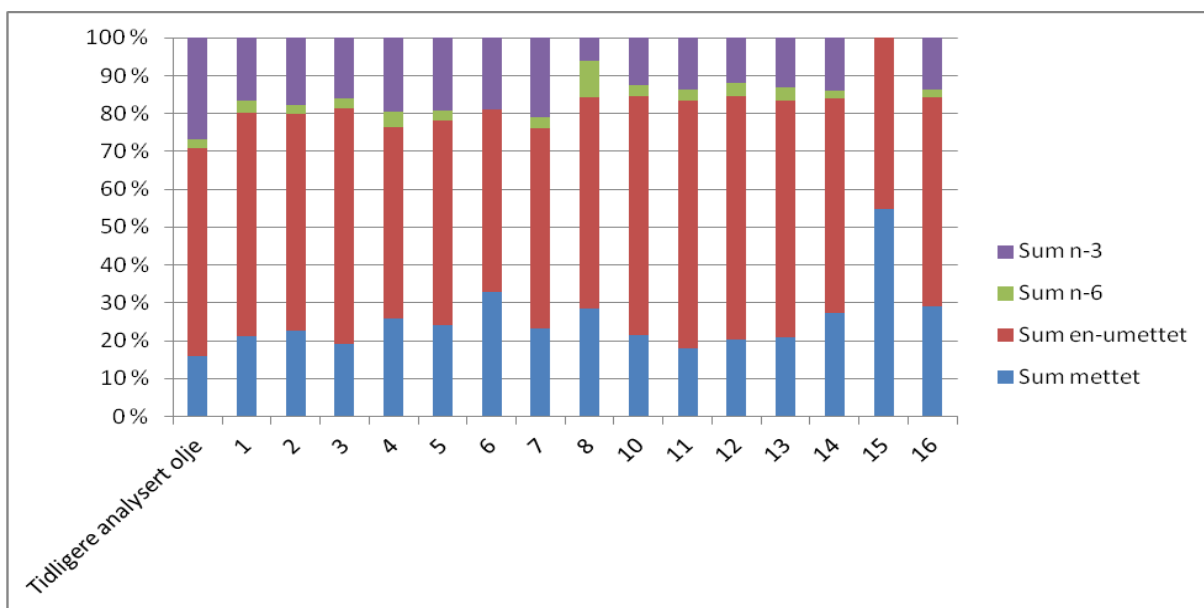
na = ikke analysert da dette var et proteinpulver

Innholdet av fettsyrer var som ventet større i oljene enn i de andre prøvetypene (Figur 4). Det kommersielle hvalkapsel produktet (prøve 8) hadde et lavere innhold av fettsyrer sammenlignet med de andre oljeholdige prøvene. Som ventet var det minst fett i de vandige ekstraktene av bein (prøve 2) og muskel (prøve 6 og 15). Det var en del fettsyrer i bunnfasene av muskel (prøve 5 og 14)



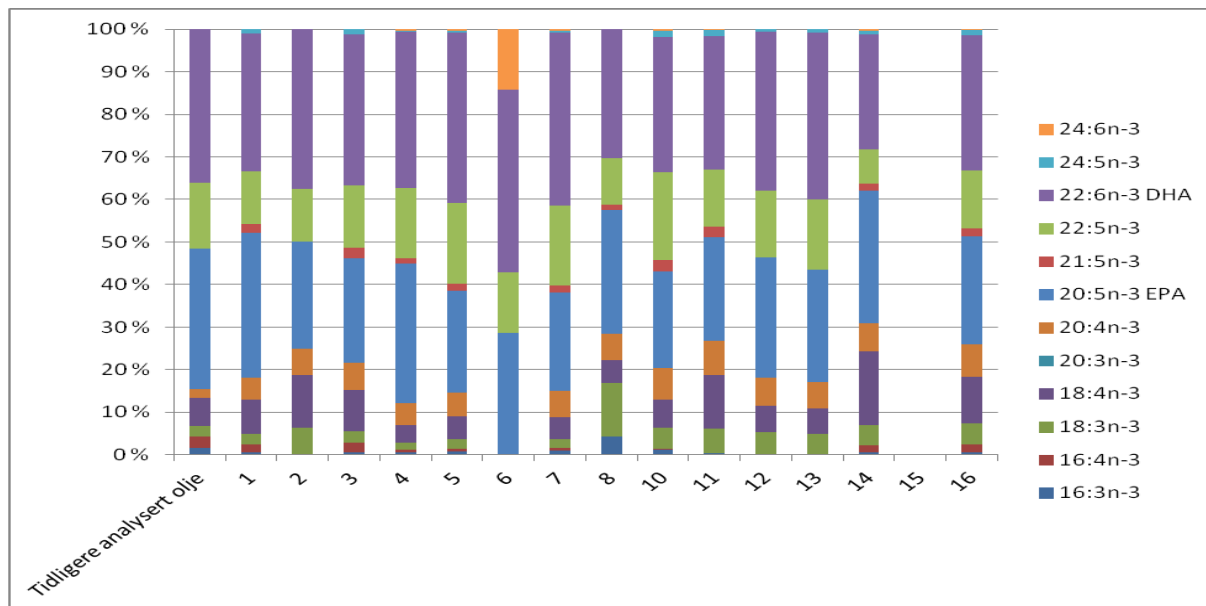
Figur 4: Fordeling mellom de ulike typene fettsyrer i hver prøve

Sammenligning av prosentvis fordeling mellom de ulike typene fettsyrer i prøvene (Figur 5) viste at den tidligere analyserte hvaloljen hadde en noe høyere prosentandel omega-3 fettsyrer enn oljeprøvene (prøve 3, 7-8, 10-13 og 16) i dette prosjektet. Prøve 8, som var et kommersielt tilgjengelig hvalkapselprodukt, hadde den minste prosentandelen omega-3 fettsyrer og den største andelen omega-6 fettsyrer. Variasjonen mellom de andre typene fettsyrer var ellers små mellom de ulike oljene som ble analysert. Prøver som skilte seg ut med hensyn på prosentvis fetttypefordeling var prøve 6 og 15 som var et vandig ekstrakt av bein og en midtfase fra et muskelektstrakt, henholdsvis. Prøve 6 inneholdt ikke kvantifiserbare mengder av omega-6, mens prøve 15 hverken inneholdt omega-3 eller omega-6 fettsyrer i kvantifiserbare mengder.



Figur 5: Prosentvis fordeling mellom de ulike typene fettsyrer i hver prøve

Sammenligning av fordeling omega-3 fettsyrer i de ulike prøvene (Figur 6) viste at det var små variasjoner i innhold av de ulike omega-3 fettsyrene i de ulike oljeprøvene (prøve 3, 7-8, 10-13 og 16) i forhold til tidligere analysert hvalolje. Prøve 6, som var et vandig ekstrakt av bein, skilte seg særlig ut da det bare ble kvantifisert fire omega-3 fettsyrer i denne prøven siden den inneholdt lite fett i utgangspunktet.



Figur 6: Prosentvis fordeling av omega-3 fettsyrene i hver prøve

5.2 Fremmedstoff

5.2.1 Dioksiner og PCB

Innholdet av dioksiner (PCDD), furaner (PCDF) og dioksinlignende PCB (mono-orto PCB og non-orto PCB) er gitt i Tabell 4 og vist grafisk i Figur 9, Figur 7 og Figur 8.

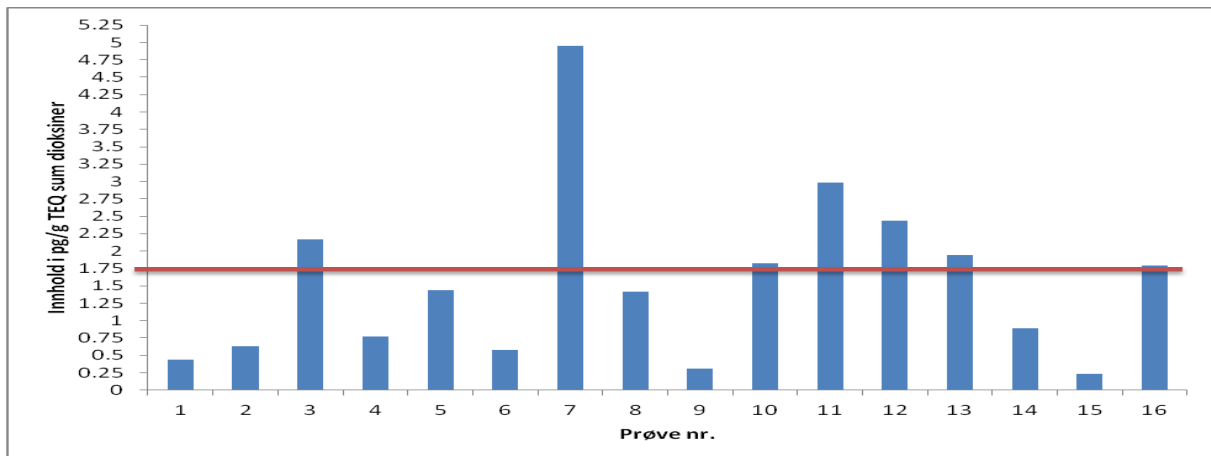
Tabell 4: Innhold av dioksiner og dioksinlignende PCB i de ulike prøvene (pg/g (TEQ))

Forbindelse	Prøve															
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16
2378-TCDD	< ,1	< ,1	< ,2	< ,2	< ,2	< ,2	0,4	< ,2	< ,1	< ,5	< ,5	< ,7	< ,6	< ,09	< ,08	< ,2
12378-PeCDD	< ,2	< ,1	< ,4	< ,3	< ,2	< ,2	< ,4	< ,2	< ,09	< ,5	< ,4	< ,7	< ,5	< ,2	< ,07	< ,2
123478-HxCDD	< ,01	< ,01	< ,02	< ,03	< ,02	< ,02	< ,04	< ,02	< ,01	< ,07	< ,06	< ,08	< ,07	< ,01	< ,01	< ,01
123678-HxCDD	< ,02	< ,02	< ,04	< ,03	< ,03	< ,03	0,1	< ,03	< ,02	< ,09	< ,08	< ,1	< ,09	< ,01	< ,01	< ,02
123789-HxCDD	< ,02	< ,02	< ,03	< ,03	< ,03	< ,03	< ,04	< ,03	< ,02	< ,08	< ,07	< ,09	< ,08	< ,01	< ,01	< ,01
1234678-HpCDD	< ,002	< ,001	< ,001	< ,003	< ,002	< ,003	0,6	< ,002	< ,001	< ,006	< ,006	< ,009	< ,007	< ,001	< ,001	< ,001
OCDD	< ,00006	0,3	< ,00003	< ,00009	< ,00009	< ,00006	< ,00012	0,4	< ,00003	< ,00021	< ,00018	0,0018	0,0012	< ,00009	< ,00003	< ,00006
Sum PCDD (UB)	0,35206	0,551	0,69103	0,59309	0,48209	0,48306	1,58012	0,882	0,24103	1,24621	1,11618	1,6808	1,3482	0,32109	0,18103	0,44106
2378-TCDF	< ,01	< ,01	0,4	< ,03	0,2	< ,01	1,1	0,1	< ,01	< ,2	0,4	< ,2	< ,1	0,5	< ,01	0,2
12378-PeCDF	< ,003	< ,003	< ,009	< ,006	< ,009	< ,003	< ,018	< ,015	< ,0021	< ,024	< ,024	< ,027	< ,024	< ,003	< ,0021	< ,009
23478-PeCDF	< ,03	< ,03	0,9	< ,06	< ,09	< ,03	0,6	0,3	< ,021	< ,21	0,6	< ,27	< ,24	< ,03	< ,018	0,3
123478-HxCDF	< ,009	< ,009	< ,02	< ,02	< ,02	< ,01	< ,07	< ,03	< ,007	< ,03	< ,04	< ,06	< ,05	< ,007	< ,006	< ,01
123678-HxCDF	< ,009	< ,009	< ,05	< ,02	0,3	< ,01	0,7	< ,02	< ,007	< ,03	< ,04	< ,05	< ,05	< ,007	< ,005	< ,01
123789-HxCDF	< ,01	< ,01	< ,02	< ,02	< ,03	< ,02	< ,08	< ,03	< ,009	< ,04	< ,05	< ,07	< ,07	< ,009	< ,008	< ,02
234678-HxCDF	< ,01	< ,009	< ,07	< ,02	0,3	< ,01	0,2	< ,03	< ,007	< ,03	0,7	< ,06	< ,05	< ,007	< ,006	0,8
1234678-HpCDF	< ,0009	< ,001	< ,002	< ,002	< ,002	< ,001	0,6	< ,004	< ,0007	< ,005	< ,005	< ,008	< ,005	< ,001	< ,0009	< ,002
1234789-HpCDF	< ,0009	< ,001	< ,002	< ,002	< ,002	< ,001	< ,004	< ,004	< ,0008	< ,005	< ,005	< ,008	< ,005	< ,001	< ,0009	< ,002
OCDF	< ,00003	< ,00003	< ,00003	< ,00009	< ,00006	< ,00009	< ,00009	< ,00006	< ,000021	< ,00012	< ,00006	< ,00021	< ,00015	< ,00003	< ,00003	< ,00003
Sum PCDF (UB)	0,08283	0,08203	1,47303	0,18009	0,95306	0,09509	3,37209	0,53306	0,064621	0,57412	1,86406	0,75321	0,59415	0,56503	0,05693	1,35303

Forbindelse	Prøve															
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16
PCB-77	0,0003	0,0001	0,007	0,0004	0,0018	<,0001	0,0082	0,0026	0,2	0,0021	0,0041	0,0017	0,0017	0,0004	<,00006	0,0039
PCB-81	<,0003	<,0003	0,0063	<,0009	0,0042	<,0003	0,0204	0,0036	<,00006	0,0078	0,0078	0,0042	0,0039	0,0003	<,00018	0,006
PCB-126	0,4	<,1	15	2,3	17	<,1	87	2,8	<,03	6	15	2,7	2,4	0,8	<,02	14
PCB-169	0,06	<,03	2,52	0,15	1,17	<,027	6,3	0,93	<,0024	1,08	1,95	0,51	0,51	0,09	<,0024	1,95
Sum non-orto PCB (UB)	0,4606	0,1304	17,5333	2,4513	18,176	0,1274	93,3286	3,7362	0,23246	7,0899	16,9619	3,2159	2,9156	0,8907	0,02264	15,9599
PCB-105	0,0063	<,003	0,225	0,033	0,198	<,0021	1,05	0,66	<,0006	0,36	0,216	0,192	0,183	0,012	<,0015	0,255
PCB-114	<,003	<,003	0,0207	<,0027	0,0183	<,0021	0,069	0,0189	<,0006	0,0255	0,0243	0,0174	0,0189	<,0015	<,0015	0,0276
PCB-118	0,036	<,003	1,47	0,189	1,32	0,003	6,6	2,34	0,00126	2,34	1,98	1,29	1,29	0,084	<,0015	1,92
PCB-123	<,003	<,003	0,0084	<,0027	0,0045	<,0021	0,054	0,0165	<,0006	0,0294	0,0186	0,0141	0,0138	<,0015	<,0015	0,0063
PCB-156	0,0033	<,003	0,129	0,015	0,108	<,0021	0,54	0,063	<,0006	0,18	0,183	0,102	0,099	0,0054	<,0015	0,153
PCB-157	<,003	<,003	0,039	0,0054	0,039	<,0021	0,189	0,06	<,0006	0,066	0,06	0,033	0,033	0,00204	<,0015	0,054
PCB-167	<,003	<,003	0,081	0,0117	0,084	<,0021	0,42	0,084	<,0006	0,147	0,126	0,09	0,087	0,0039	<,0015	0,102
PCB-189	<,003	<,003	0,0168	<,0027	0,0087	<,0021	0,045	0,0198	<,0006	0,0162	0,0192	0,0108	0,0108	<,0015	<,0015	0,0165
Sum mono-orto PCB (UB)	0,0606	0,024	1,9899	0,2622	1,7805	0,0177	8,967	3,2622	0,00546	3,1641	2,6271	1,7493	1,7355	0,11184	0,012	2,5344
Sum PCDD+PCDF (UB)	0,43489	0,63303	2,16406	0,77318	1,43515	0,57815	4,95221	1,41506	0,305651	1,82033	2,98024	2,43401	1,94235	0,88612	0,23796	1,79409
Grenseverdi PCDD+PCDF	1,75															
Sum mono-orto PCB +non-orto PCB (UB)	0,5212	0,1544	19,5232	2,7135	19,9565	0,1451	102,2956	6,9984	0,23792	10,254	19,589	4,9652	4,6511	1,00254	0,03464	18,4943
Sum total (UB)	0,95609	0,78743	21,68726	3,48668	21,39165	0,72325	107,24781	8,41346	0,543571	12,07433	22,56924	7,39921	6,59345	1,88866	0,2726	20,28839
Grenseverdi PCDD+PCDF+moPCB+noPCB	6															

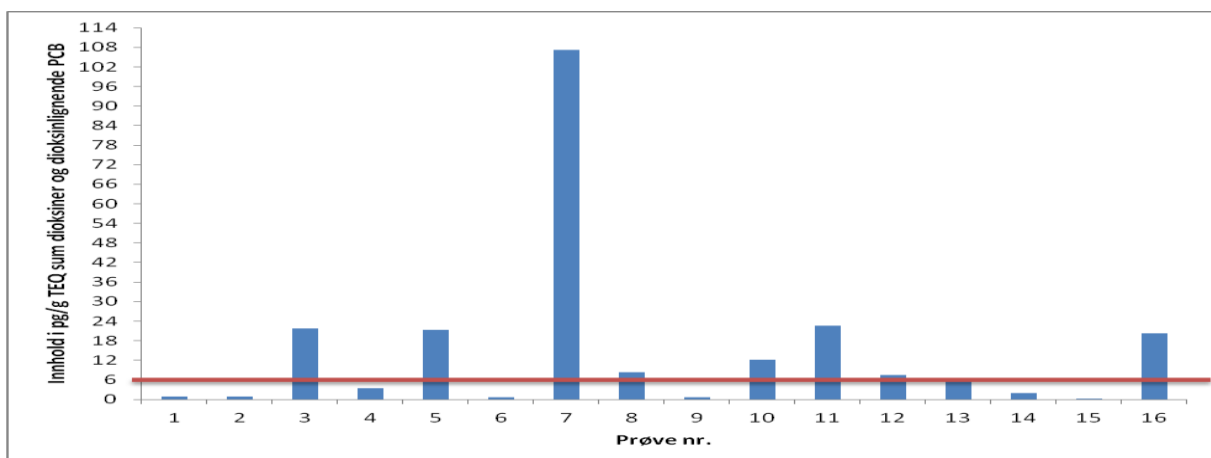
UB = Upper bound, dvs at konsentrasjonen settes lik metodens kvantifiseringsgrense for kongenerer under LOQ før summering

Sammenligning av innhold dioksiner (sum PCDD og PCDF) (Figur 7) mot gjeldende grenseverdi viste at alle oljeprøvene var nært eller over grenseverdi i Norge og EU på 1,75 pg/g TEQ.



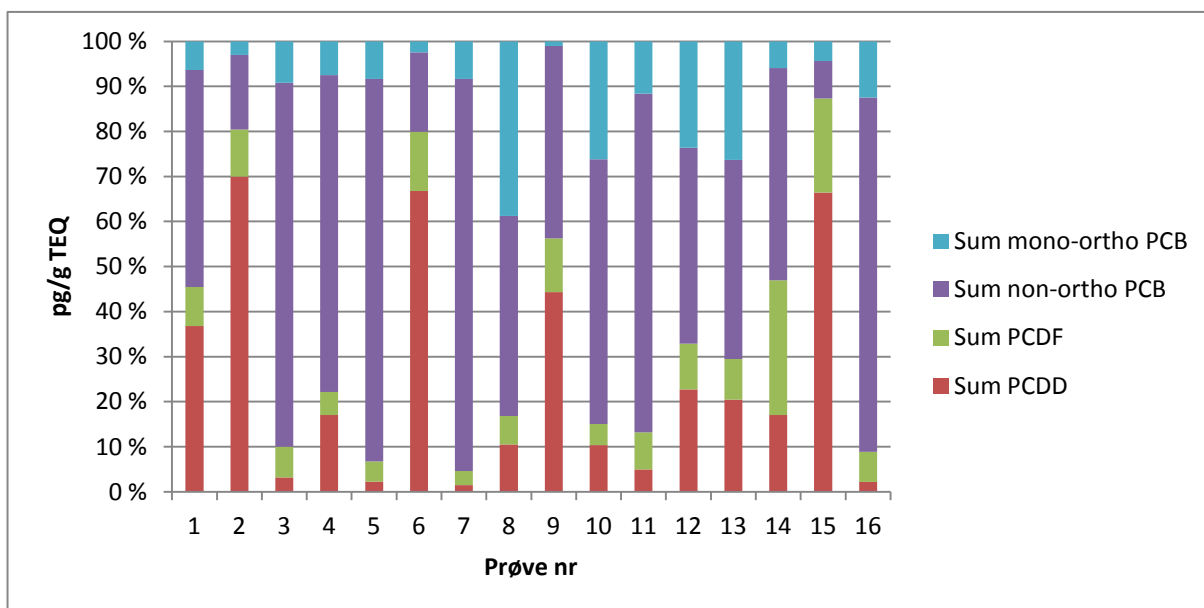
Figur 7: Grafisk oversikt over innhold sum dioksiner i prøvene i forhold til grenseverdi for humant konsum i marine oljer markert med rød strek

Sammenligning av innholdet av sum dioksiner og dioksinlignende PCB (Figur 8) mot gjeldende grenseverdi viste at alle de oljeholdige prøvene i prosjektet var over grenseverdi for humant konsum i Norge og EU på 6 pg/g TEQ.



Figur 8: Grafisk oversikt over innhold av sum dioksiner og dioksinlignende PCB i forhold til grenseverdi for humant konsum i marine oljer markert med rød strek

Ved å se på den prosentvise fordeling av de ulike dioksinene og dioksinlignende PCB i prøvene (Figur 9) ser det ut til at non-orto PCB bidrar mest til sum TEQ i oljeprøvene (prøve 3, 7-8, 10-13 og 16). Det kommersielle hvalkapsel produktet (prøve 8) skilte seg fra de andre oljene ved at den hadde et relativt større bidrag fra mono-orto PCB. De vandige fasene av bein (prøve 6) og muskel (prøve 2 og 15) hadde et større bidrag fra PCDD enn de andre prøvene.

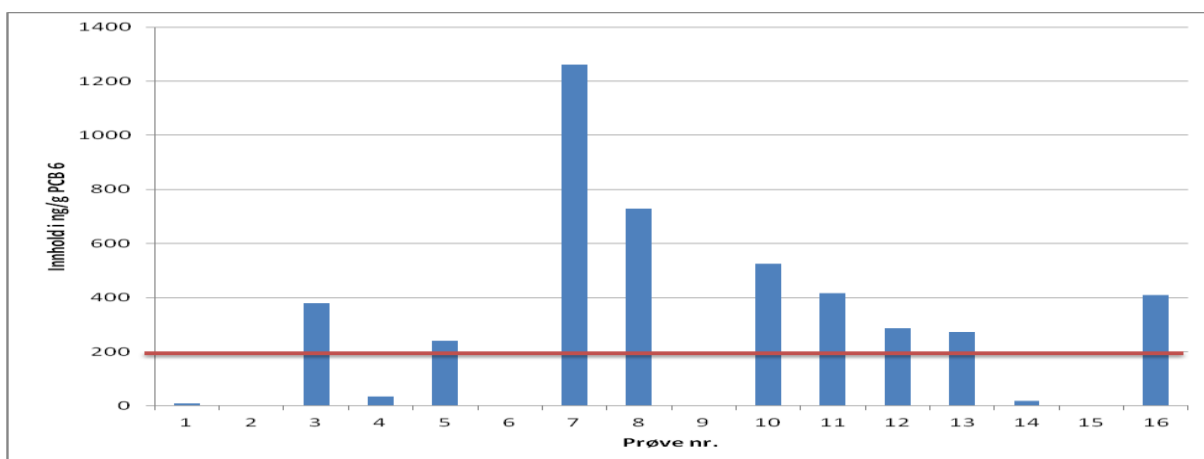


Figur 9: Grafisk oversikt prosentvis fordeling av dioksiner og dioksinlignende PCB i de ulike prøvene.

Innholdet av ikke dioksinlignende PCB (PCB₆) i prøvene er gitt i Tabell 5 og vist grafisk i Figur 10 og alle de oljeholdige prøvene i prosjektet var over gjeldende grenseverdi for humant konsum i Norge og EU på 200 ng/g. Ut fra prøvene som ble analysert i prosjektet ser det derfor ut som at hvaloljer beregnet til humant konsum som hovedregel må renses.

Tabell 5: Innhold av ikke dioksinlignende PCB (PCB₆) i de ulike prøvene

Analytt	Prøve															
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16
PCB-28	0,3	<.2	3	0,4	1	<.1	6	5	<.04	2	3	2	1	0,4	<.1	4
PCB-52	1	<.2	34	3	15	<.1	76	130	<.04	63	47	32	32	3	<.1	44
PCB-101	1	<.2	54	4	26	<.1	130	160	0,04	81	43	41	41	3	<.1	58
PCB-138	2	<.2	100	10	76	0,3	430	150	0,08	130	110	72	60	4	<.1	100
PCB-153	3	0,3	140	13	100	0,3	490	240	0,1	190	170	100	100	6	<.1	160
PCB-180	1	<.2	48	3	23	<.1	130	44	<.04	60	43	40	38	2	<.1	43
Sum PCB ₆ UB	8.3	1.3	379	33.4	241	1	1262	729	0,34	526	416	287	272	18.4	0,6	409
Grenseverdi PCB ₆	200															



Figur 10: Grafisk oversikt over innhold av ikke dioksinlignende PCB (PCB₆) i forhold til grenseverdi for humant konsum i marine oljer markert med rød strek

5.2.2 PAH

Innholdet av PAH i prøvene er gitt i Tabell 6. Det var lavt innhold av PAH i alle prøvene sammenlignet med aktuelle grenseverdier for humant konsum i Norge og EU. Høyest nivå var det av indeno[1,2,3-c,d]pyrene med nivå på 7,3-7,8 ng/g i prøve 12 og 13.

Tabell 6: Innhold av PAH i ng/g i de ulike prøvene

Forbindelse	Prøve														
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
5-methylchrysene	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,15	< ,75	< ,75	2,7	2,6	< ,5	< ,5
Benz[a]anthracene	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,15	< ,75	< ,75	1,0	1,0	< ,5	< ,5
Benzo[a]pyrene	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,15	< ,75	< ,75	1,1	1,0	< ,5	< ,5
Benzo[b]fluoranthene	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,15	< ,75	< ,75	< ,75	< ,75	< ,5	< ,5
Benzo[c]fluorene	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,15	< ,75	< ,75	< ,75	< ,75	< ,5	< ,5
Benzo[ghi]perylene	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,15	< ,75	< ,75	< ,75	< ,75	< ,5	< ,5
Benzo[j]fluoranthene	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,15	< ,75	< ,75	< ,75	< ,75	< ,5	< ,5
Benzo[k]fluoranthene	< ,5	< ,5	0,8	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,15	< ,75	< ,75	3,0	2,7	< ,5	< ,5
Chrysene	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	0,5	< ,5	< ,15	< ,75	< ,75	0,8	< ,75	< ,5	< ,5
Cyclopenta[c,d]pyrene	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	0,5	< ,15	< ,75	< ,75	< ,75	< ,75	< ,5	< ,5
Dibenz[a,h]anthracene	< 2,5	< 2,5	< 2,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,75	< 3,75	< 3,75	< 3,75	< 3,75	< 2,5	< 2,5
Dibenzo[a,e]pyrene	< 2,5	< 2,5	< 2,5	< 2,5	< 2,5	< 2,5	< 2,5	< 2,5	< ,75	< 3,75	< 3,75	< 3,75	< 3,75	< 2,6	< 2,5
Dibenzo[a,h]pyrene	< 2,5	< 2,5	< 2,5	< 2,5	< 2,5	< 2,5	< 2,5	< 2,5	< ,75	< 3,75	< 3,75	< 3,75	< 3,75	< 2,7	< 2,5
Dibenzo[a,i]pyrene	< 2,5	< 2,5	< 2,5	< 2,5	< 2,5	< 2,5	< 2,5	< 2,5	< ,75	< 3,75	< 3,75	< 3,75	< 3,75	< 2,8	< 2,5
Dibenzo[a,l]pyrene	< ,5	< ,5	< ,5	< 2,5	< 2,5	< 2,5	< 2,5	< 2,5	< ,15	< ,75	< ,75	< ,75	< ,75	< ,5	< ,5
Indeno[1,2,3,-c,d]pyrene	0	0	0,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	< ,5	0	0	0	7,8	7,3	0	0
Sum PAH-4 (LB)	0	0	0	0	0	0	0,5	0,0	0,0	0,0	0,0	2,8	2,0	0,0	0,0
Grenseverdi BaP	2														
Grenseverdi PAH-4	10														

LB = Lower bound, dvs at dersom det ikke er kvantifiserbart innhold av en forbindelse settes konsentrasjonen av forbindelsen lik null før summering

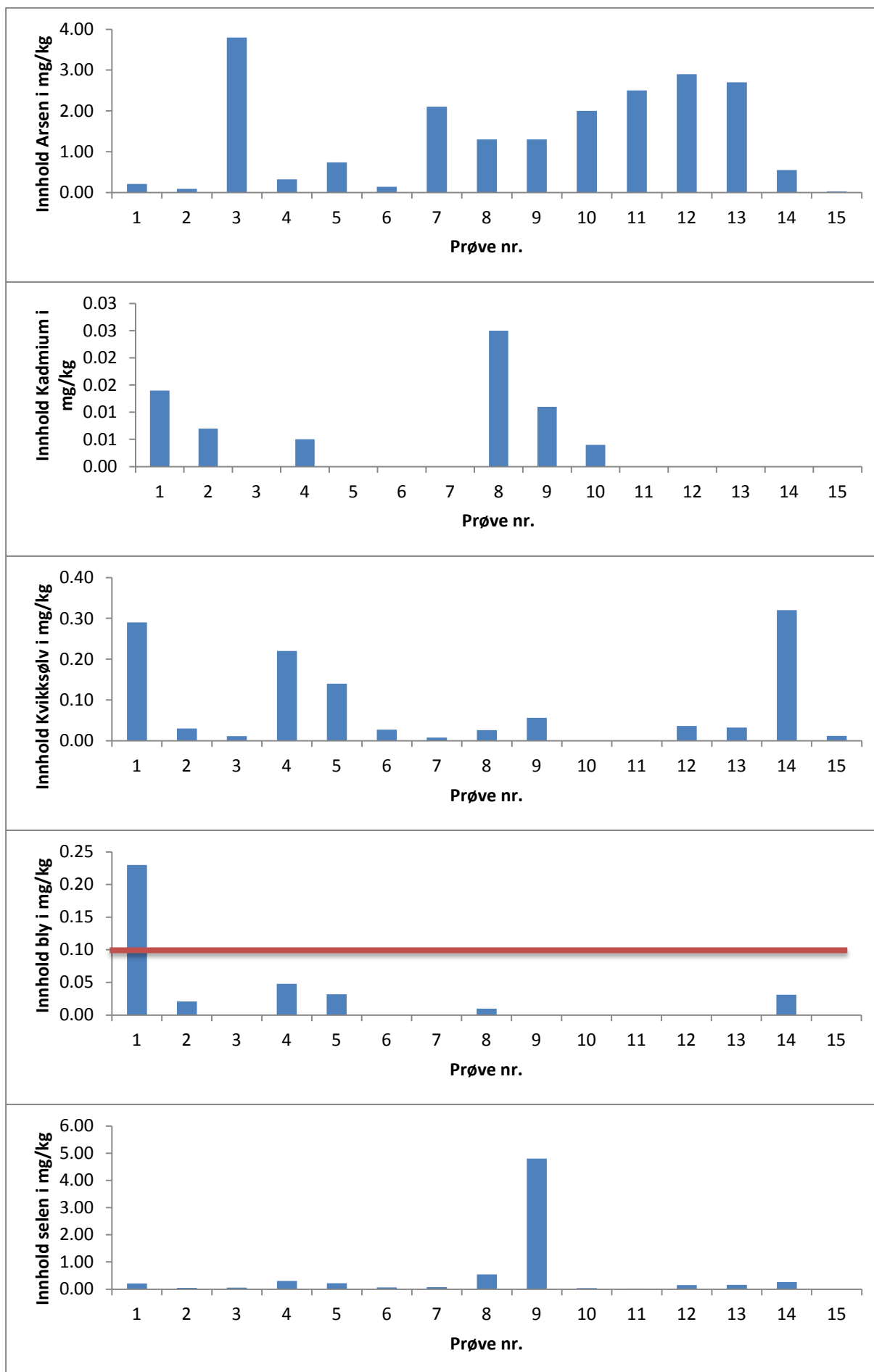
5.3 Elementer

Innholdet av elementene arsen, kadmium, kvikksølv, bly og selen i prøvene er gitt i Tabell 7 og vist grafisk i Figur 11.

Tabell 7: Innhold av elementer i mg/kg i de ulike prøvene sammenlignet med tidligere analyserte prøver av muskel

Element	Tidligere analysert hvalkjøtt, min-maks	Prøve															Grenseverdi
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	
Arsen	0,08-0,65	0,21	0,088	3,8	0,32	0,74	0,14	2,1	1,3	1,3	2	2,5	2,9	2,7	0,55	0,028	
Kadmium	0,002-0,036	0,014	0,007	< 0,005	0,005	< 0,004	< 0,002	< 0,004	0,025	0,011	0,004	< 0,004	< 0,004	< 0,004	< 0,004	< 0,004	0,10
Kvikksølv	0,045-0,49	0,29	0,03	0,011	0,22	0,14	0,027	0,008	0,026	0,056	< 0,004	< 0,004	0,036	0,032	0,32	0,012	
Bly	< 0,007-0,09	0,23	0,021	< 0,03	0,048	0,032	< 0,01	< 0,03	0,01	< 0,03	< 0,02	< 0,02	< 0,02	< 0,02	0,031	< 0,02	
Selen	0,06-0,49	0,21	0,047	0,055	0,3	0,22	0,063	0,075	0,54	4,8	0,042	0,023	0,15	0,16	0,26	0,015	

Det var høyest innhold av arsen i oljeprøvene (prøve 3, 7-8, 10-13 og 16) og proteinpulveret (prøve 9). Innholdet i oljeprøvene kommer sannsynligvis fra arsenlipider. Innholdet av kadmium var lavt i alle prøvene og det var bare kvantifiserbart innhold i seks av prøvene. Høyeste innhold av kadmium var det i prøve 8 (0,025 mg/kg) som var det kommersielle kapselproduktet av hval. Kvikksølvinnholdet varierte fra under kvantifiseringsgrensen til 0,06 mg/kg i oljeprøvene. Høyest innhold var det i ekstraktene fra muskel det høyeste nivå var i tungfasen med 0,32 mg/kg. Dette er innenfor det intervallet som tidligere er funnet ved analyse av hvalkjøtt (0,045-0,49 mg/kg). Det er foreløpig ikke grenseverdier for innhold av kvikksølv i hvalkjøtt men grenseverdien i fisk er 0,5 mg/kg. Innholdet av bly var under grenseverdien for olje på 0,10 mg/kg i oljeprøvene (markert i rødt i Figur 11). Høyest blyinnhold var det i ekstrakt fra muskel og prøve 1 som var en tungfase av muskelektstrakt inneholdt 0,23 mg/kg. Det er foreløpig ikke grenseverdi i kjøtt fra marine pattedyr for bly men grenseverdien er 0,3 mg/kg i fisk. Innholdet av selen var høyest i proteinpulveret med 4,8 mg/kg (tørrvekt).



Figur 11: Grafisk oversikt over innhold av elementer i de ulike prøvene

5.4 Smittestoff

5.4.1 Koliforme bakterier

På grunn av begrenset prøvemengde var det ikke mulig å utføre denne analysen på alle prøvene i prosjektet. Det ble ikke påvist koliforme bakterier i prøvene 9, 10, 11, 12 og 13 som ble analysert i prosjektet.

5.4.2 *Salmonella*

På grunn av begrenset prøvemengde var det ikke mulig å utføre denne analysen på alle prøvene i prosjektet. Det ble ikke påvist *Salmonella* i prøvene 9, 10, 11, 12 og 13 som ble analysert i prosjektet.

6 Konklusjon

Resultatene i prosjektet har vist at oljene må raffineres og renses pga forhøyet innhold av organiske fremmedstoff, spesielt PCB₆, som det ble innført ny grenseverdi for i marine oljer i 2012. Siden det ferdige kapslete produktet ikke var rensert før kapsling var det fortsatt over grenseverdi. Innholdet av ulike fettsyrer i prøvene ble dokumentert og sammenligning av resultatene med tidligere analysert hvalolje viste at fettprofilen er svært lik mellom de ulike typene hvalolje men at den tidligere analyserte oljen muligens hadde et noe høyere innhold av omega-3 fettsyrer sammenlignet med oljene som ble analysert i dette prosjektet. Resultatene for balenin viser at denne forbindelsen finnes i forhøyede nivå i ekstrakt fra bein og i prøver av muskel. Den er ikke funnet i kvantifiserbare mengder i de fettrike prøvene som forventet ut fra at balenin er hovedsakelig vannløselig. Resultatene for både PAH og elementer var lave og uproblematisk i forhold til gjeldende grenseverdier. Det ble ikke påvist verken koliforme bakterier eller *Salmonella* i de prøvene som ble analysert i løpet av prosjektet.

7 Videre arbeid

I en eventuell forlengelse av prosjektet er det nødvendig å videreutvikle metoden for baleninbestemmelse videre, samt validere og kvalitetssikre metoden slik at kvantitative tall for balenininnhold kan fremskaffes i framtiden. Autentisering av hvaloljene er spesielt aktuelt med hensyn på å dokumentere sporbarhet på produktet, slik at hvalolje kan skilles fra andre omega-3 produkter som for eksempel fiskeoljer, men også omega-3 holdige planteoljer. Dette kan gjøres ved å dokumentere innholdet av ulike fettsyrer i representative prøver for ulike oljer og gjøre en multivariat databehandling av disse resultatene slik at oljene kan skilles fra hverandre i en matematisk modell. I tillegg kan det være aktuelt å gjøre posisjonsspesifikk bestemmelse av hvor de ulike fettsyrene sitter i forhold til hverandre i triacylglyseridet siden det som nevnt tidligere har vist seg at fiskeoljer har mer EPA/DHA i posisjon 2, mens oljer fra marine pattedyr har mer EPA/DHA i posisjon 1 og 3 på triacylglyseridet. Slik posisjonsspesifikk bestemmelse vil gi økt robusthet til den matematiske modellen og autentiseringen. For å dokumentere de postulerte helsemessige gunstige effektene av balenin som blant annet antioksidant og regulering av glukosenivå i blodet, samt å evaluere eventuelle negative effekter, er det i første omgang nødvendig å foreta et dose-respons forsøk på både hann og hunn mus siden kjønn kan ha en betydning. Her er det viktig å finne gode endepunkt for forsøket slik at eventuelle positive og negative effekter blir avdekket før humane spiseforsøk kan initieres i fremtiden.

8 Referanser

- (1) Nagai, K., Nijjima, A., Yamano, T., Otani, H., Okumra, N., Tsuruoka, N., Nakai, M., & Kiso, Y. (2003) *Exp. Biol. Med.* **228**, 1138-1145
- (2) Sauerhofer, S., Yuan, G., Braun, G.S., Deinzer, M., Neumaier, M., Gretz, N., Floege, J., Kriz, W., van der Woude, F., & Moeller, M.J. (2007) *Diabetes* **56**, 2425-2432
- (3) Bjorkkjaer, T., Araujo, P., Madland, T.M., Berstad, A., & Froyland, L. (2009) *Prostaglandins Leukot. Essent. Fatty Acids* **81**, 425-432
- (4) Osterud, B., Elvevoll, E.O., Brox, J., Anderssen, T., Eliassen, L.T., Halvorsen, H., Hogmo, P., Kvernmo, H., Lia, K., Lund, T., Olsen, J.O., Olsen, R.L., Engstad, C.S., & Vognild, E. (1999) *Thromb. Haemost.*, 111-111
- (5) Vognild, E., Elvevoll, E.O., Brox, J., Olsen, R.L., Barstad, H., Aursand, M., & Osterud, B. (1998) *Lipids* **33**, 427-436
- (6) Bjørkkjær, T. (2009) Impact of marine oils in inflammatory bowel disease and psoriatic arthritis. in *National Institute of Nutrition and Seafood Research (NIFES)*, Vol. Dissertation for the degree philosophiae doctor (PhD), University of Bergen, Bergen, p 64
- (7) Christensen, M.S., & Hoy, C.E. (1996) *Lipids* **31**, 341-344
- (8) Christensen, M.S., Mortimer, B.C., Hoy, C.E., & Redgrave, T.G. (1995) *Nutr. Res.* **15**, 359-368
- (9) Yoshida, H., Kumamaru, J., Mawatari, M., Ikeda, I., Imaizumi, K., Tsuji, H., & Seto, A. (1996) *Biosci. Biotechnol. Biochem.* **60**, 1293-1298
- (10) Brunborg, L.A.B. (2006) Seal blubber and meat in human nutrition. in *National Institute of Nutrition and Seafood Research (NIFES)*, Vol. Dissertation for the degree philosophiae doctor (PhD), University of Bergen, Bergen, p 64
- (11) Small, D.M. (1991) *Annu. Rev. Nutr.* **11**, 413-434
- (12) Akesson, B., Gronowitz, S., Herslof, B., & Ohlson, R. (1978) *Lipids* **13**, 338-343
- (13) Brockerh.H, Hoyle, R.J., Hwang, P.C., & Litchfie.C (1968) *Lipids* **3**, 24-&
- (14) Wanasundara, U.N., & Shahidi, F. (1997) *J. Food Lipids* **4**, 51-64
- (15) Yamada, S., Kawashima, K., Baba, K., Oku, T., & Ando, S. (2009) *Comp. Biochem. Physiol. B-Biochem. Mol. Biol.* **152**, 282-286
- (16) Harris, C.I., & Milne, G. (1980) *Biochem. Soc. Trans.* **8**, 552-552
- (17) Carnegie, P.R., Hee, K.P., & Bell, A.W. (1982) *J. Sci. Food Agric.* **33**, 795-801
- (18) IUPAC (Ed) (1997) *Compendium of Chemical Terminology, 2nd ed. (the "Gold Book")*, Blackwell Scientific Publications, Oxford
- (19) Wolff, J., Horisaka, K., & Fales, H.M. (1968) *Biochemistry* **7**, 2455-&
- (20) Sewell, D.A., Harris, R.C., Marlin, D.J., & Dunnett, M. (1992) *J. Physiol.-London* **455**, 447-453
- (21) Abe, H., & Okuma, E. (1991) *Nippon Suisan Gakkaishi* **57**, 2101-2107
- (22) Baran, E.J. (2000) *Biochem.-Moscow* **65**, 789-797
- (23) Petroff, O.A.C., Hyder, F., Rothman, D.L., & Mattson, R.H. (2001) *Epilepsia* **42**, 543-548
- (24) Guiotto, A., Calderan, A., Ruzza, P., & Borin, G. (2005) *Curr. Med. Chem.* **12**, 2293-2315
- (25) Kohen, R., Yamamoto, Y., Cundy, K.C., & Ames, B.N. (1988) *Proc. Natl. Acad. Sci. U. S. A.* **85**, 3175-3179
- (26) Boldyrev, A., Bulygina, E., Leinsoo, T., Petrushanko, I., Tsubone, S., & Abe, H. (2004) *Comp. Biochem. Physiol. B-Biochem. Mol. Biol.* **137**, 81-88
- (27) Bragadóttir, M. (2001) *Endogenous antioxidants in fish*
- (28) Mei, L., Cromwell, G.L., Crum, A.D., & Decker, E.A. (1998) *Meat Sci.* **49**, 55-64
- (29) Leinsoo, T.A., Abe, H., & Boldyrev, A.A. (2006) *J. Evol. Biochem. Physiol.* **42**, 570-574

- (30) Breck, O., Bjerkas, E., Campbell, P., Rhodes, J.D., Sanderson, J., & Waagbo, R. (2005) *J. Fish Dis.* **28**, 357-371
- (31) Breck, O., Rhodes, J., Waagbo, R., Bjerkas, E., & Sanderson, J. (2003) *Invest. Ophthalmol. Vis. Sci.* **44**, U261-U261
- (32) Waagbo, R., Trösse, C., Koppe, W., Fontanillas, R., & Breck, O. (2010) *Br. J. Nutr.* **104**, 1460-1470
- (33) Remø, S.C., Hevrøy, E.M., Olsvik, P.A., Fontanillas, R., Breck, O., & Waagbø, R. (2013) *Br. J. Nutr. in press*
- (34) Remø, S.C., Olsvik, P.A., Torstensen, B.E., Amlund, H., Breck, O., & Waagbo, R. (2011) *Exp. Eye Res.* **92**, 414-424
- (35) Julshamn, K., & Frantzen, S. *Årsrapport 2009 Miljøgifter i fisk og fiskevarer En rapport om dioksiner og dioksinlignende PCB, PCB 7, arsen, kadmium, kvikksølv, bly og selen i oljer til humant konsum*
- (36) Julshamn, K., Frantzen, S., Valdersnes, S., & Lunestad, B.T. *Årsrapport 2010 Miljøgifter og mikroorganismer i fisk og fiskevarer - en rapport om dioksiner og dioksinlignende PCB, PCB 7 polybromerte flammehemmere (PBDE), perfluorerte alkylstoffer (PFAS), tungmetaller og Salmonella i oljer til humant konsum, brisling og brislingprodukterfersk*
- (37) Julshamn, K., Øygard, J., & Måge, A. *Rapport 2007 for Kartleggingsprosjektene: Dioksiner, dioksinlignende PCB og andre PCBer i fiskevarer og konsumferdige fiskeoljer, bromerte flammehemmere og andre nye miljøgifter i sjømat og tungmetaller i sjømat*
- (38) Måge, A., Bjelland, O., Olsvik, P., Nilsen, B., & Julshamn, K. *Miljøgifter i fisk og fiskevarer 2011: Kvikksølv i djupvassfisk og skaldyr frå Hardangerfjorden samt miljøgifter i marine oljer*
- (39) Julshamn, K., Valdersnes, S., Nilsen, B., & Måge, A. (2012) *Årsrapport 2011 Mattilsynet Fremmedstoffer i villfisk med vekt på kystnære farvann: Delrapport II-Undersøkelser av hval*, 1-20
- (40) Satarug, S., Garrett, S.H., Sens, M.A., & Sens, D.A. (2010) *Environ. Health Perspect.* **118**, 182-190
- (41) M. Tryland, B.T.L., T. Nesbakken, L. Robertson, E. Skjerve, D. Grahek-Ogden (2011) *Human pathogens in marine mammal meat - opinion of the Panel on Biological Hazards Doc. no.: 08-108-final ISBN 978-82-8259-018-1*
- (42) Grau, F.H. (Ed) (1989) *Salmonella: Physiology, pathogenicity and control.*, Australian Institute of Food Science and Technology., Alexandria
- (43) Lunestad, B.T., & Borlaug, K. (2009) *Journal of Aquaculture Feed Science Nutrition* **1**, 73-77
- (44) Lunestad, B.T., Nesse, L., Lassen, J., Svihus, B., Nesbakken, T., Fossum, K., Rosnes, J.T., Kruse, H., & Yazdankhah, S. (2007) *Aquaculture* **265**, 1-8
- (45) Commission regulation (EC) No 1881/2006 of 28 December 2006 setting maximum levels for certain contaminants in foodstuffs. in *Official Journal of the European Union*, Vol. L364, pp 5-24
- (46) Directive 2002/32/EC of the European Parliament and of the Council of 7 May 2002 on undesirable substances in animal feed in *Official Journal of the European Union*, Vol. L140, pp 10-21

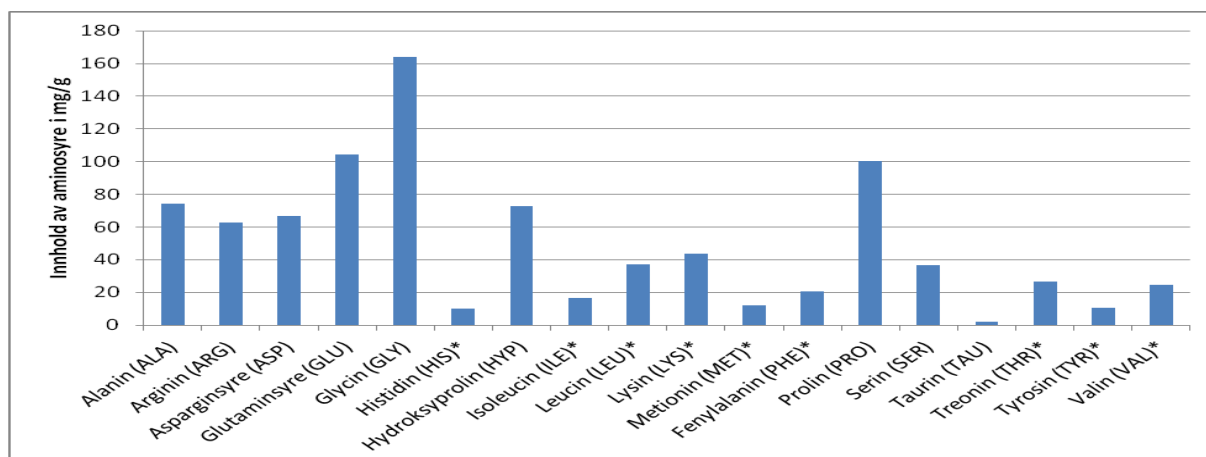
9 Vedlegg – Aminosyreprofil i proteinpulver fra hval (prøve 9)

Aminosyresammensetning i en prøve av proteinpulver fra hval ble bestemt ved hjelp av en NS/EN ISO/IEC 17025 akkreditert metode ved NIFES og er vist i Tabell 8 og i Figur 12. Metodeprinsippet består av tilsetning av Norvalin som internstandard i prøven, etterfulgt av syrehydrolyse i 6 M saltsyre. Etter at saltsyren er fjernet blir aminosyrene derivatisert ved hjelp av AccQ-Tagtm reagens. Prøven blir analysert ved hjelp av UPLC og UV-deteksjon. Aminosyrene blir kvantifisert ved anvendelse av internstandard og regresjonsanalyse.

Tabell 8: Innhold av ulike aminosyrer i proteinpulver fra hval

Aminosyre	mg/g
Alanin (ALA)	74,0
Arginin (ARG)	62,8
Asparbinsyre (ASP)	66,6
Glutaminsyre (GLU)	104,5
Glycin (GLY)	164,2
Histidin (HIS)*	9,8
Hydroksyprolin (HYP)	72,5
Isoleucin (ILE)*	16,8
Leucin (LEU)*	37,0
Lysin (LYS)*	43,4
Metionin (MET)*	12,1
Fenylalanin (PHE)*	20,8
Prolin (PRO)	100,4
Serin (SER)	36,7
Taurin (TAU)	2,1
Treonin (THR)*	26,5
Tyrosin (TYR)*	10,4
Valin (VAL)*	24,6

Sammensetningen av aminosyrene er som forventet fra kjøtt av hval, som tidligere har vist seg å ha et høyere arginin/histidin-forhold sammenlignet med de fleste andre kjøtt som f.eks laks, lam, kalv og svin som typisk har forholdstall mellom 2 til 3. I denne spesielle prøven var arginin/histidin-forholdet 6,4.



Figur 12: Grafisk oversikt over aminosyreinnhold i proteinpulveret fra hval