

# **Bleking og vinterisering av råolje fra makrell restråstoff**

John-Erik Haugen, Lars Thoresen, Ane Meisland og Åge Oterhals





Nofima er et næringsrettet forskningsinstitutt som driver forskning og utvikling for akvakulturnæringen, fiskerinæringen og matindustrien.

Nofima har om lag 350 ansatte.

Hovedkontoret er i Tromsø, og forskningsvirksomheten foregår på fem ulike steder: Ås, Stavanger, Bergen, Sunndalsøra, Alta og Tromsø

**Hovedkontor Tromsø:**

Muninbakken 9–13  
Postboks 6122 Langnes  
NO-9291 Tromsø

**Ås:**

Osloveien 1  
Postboks 210  
NO-1433 ÅS

**Stavanger:**

Måltidets hus, Richard Johnsgate 4  
Postboks 8034  
NO-4068 Stavanger

**Bergen:**

Kjerreidviken 16  
Postboks 1425 Oasen  
NO-5844 Bergen

**Sundalsøra:**

Sjølseng  
NO-6600 Sunndalsøra

**Alta:**

Kunnskapsparken, Markedsgata 3  
NO-9510 Alta

**Felles kontaktinformasjon:**

Tlf: 02140  
E-post: [post@nofima.no](mailto:post@nofima.no)  
Internett: [www.nofima.no](http://www.nofima.no)

**Foretaksnr.:**

**NO 989 278 835**

# Rapport

<i>Tittel:</i> <b>Bleking og vinterisering av råolje fra makrell restråstoff</b>	ISBN 978-82-8296-642-9 (pdf) ISSN 1890-579X
<i>Title:</i> Bleaching and winterization of crude oil from mackerel residue	<i>Rapportnr.:</i> 37/2019
<i>Forfatter(e)/Prosjektleder:</i> John-Erik Haugen, Lars Thoresen, Ane Meisland og Åge Oterhals	<i>Tilgjengelighet:</i> <b>Åpen</b>
<i>Avdeling:</i> Mat og helse, Ernæring og ført teknologi	<i>Dato:</i> 3. mai 2019
<i>Oppdragsgiver:</i> Fiskeri- og havbruksnæringens forskningsfinansiering	<i>Ant. sider og vedlegg:</i> 37
<i>Stikkord:</i> Makrellolje, bleking, vinterisering, lipidoksidasjon, flyktige forbindelser	<i>Oppdragsgivers ref.:</i> 901370/Lars Lovund
<i>Sammendrag/anbefalinger:</i>	<i>Prosjektnr.:</i> 12191
<p>Syv kommersielle blekejordstyper fra tre leverandører er blitt screenet for effektivitet under bleking av råolje fra makrell restråstoff mht. reduksjon av farge, oksidasjonsnivå (PV, AV) og flyktige sekundære oksidasjonsprodukter. Det ble benyttet 2 % blekejord ved 70°C under vakuum i 30 minutter. Størst fargereduksjon (79 %) og reduksjon i peroksidtall (69 %) ble oppnådd med TONSIL Supreme 114F, mens CelaClear 105SF ga mest reduksjon i anisidintall (26 %), sekundære oksidasjonsprodukter, og en fargereduksjon på 50 %. Basert på en samlet vurdering mht. effekten på bleking og oksidasjon, ble TONSIL Supreme 114F valgt for videre uttesting i et 3-faktorielt optimaliseringsforsøk basert på variablene mengde blekejord (0,5-5 %), mengde aktivt kull (0,1-1,0 %) og bleketid (15-120 min). Mengde blekejord hadde størst effekt på de studerte variable, men effekten flatet ut ved doseringer over 3,5-4 %. Tilsetning av aktivt kull ga en uavhengig effekt på farge uten interaksjon med blekejord, men effekten var mye lavere relativt til mengde adsorbent. Det ble påvist marginal effekt av en økning i bleketid utover det laveste nivået som er anvendt i optimaliseringsforsøket (15 min).</p> <p>Råoljen og oleinfraksjonene er analysert med differensial skannekalorimetri (DSC). DSC viser at makrell råoljen består av 100% flytende fett ved 20 °C. Det er gjennomført innledende studier for uttesting av alternative betingelser for koldklaring (vinterisering) av makrellolje basert på tørrfraksjonering. Tørrfraksjonering ved 0 °C ga et utbytte av olein på 40% og det ble ikke produsert en olje som passerte AOCS Cold test. Men tørrfraksjonering ved 0 °C ga en olje som holdt seg flytende og klar ved 4 °C (kjøleskap temperatur). Utbyttet av PUFA i oleinfraksjonen var 31%. Det ble dokumentert en sammenheng mellom andelen fast fett i råoljen ved forskjellige temperaturer målt med DSC og utbytte av olein ved tørrfraksjonering ved de respektive temperaturene. Optimalisering av betingelser og utbytte har ikke vært mulig innenfor rammene av dette prosjektet.</p>	

*English summary/recommendation:*

Seven commercial bleaching soil from three suppliers have been screened for efficacy during bleaching of crude oil from mackerel residue with regard to color reduction, oxidation level (PV, AV) and volatile secondary oxidation products. 2% bleaching soil was used at 70 ° C under vacuum for 30 minutes. Largest color reduction (79%) and reduction in peroxide number (69%) were achieved with TONSIL Supreme 114F, while CelaClear 105SF produced the most reduction in anisidine number (26%), secondary oxidation products, and a color reduction of only 50%. Based on an overall assessment of the effect on bleaching and oxidation, TONSIL Supreme 114F was selected for further testing in a 3-factor optimization experiment based on the variables amount of bleaching soil (0.5-5%), activated charcoal (0.1-1.0%) and bleaching time (15-120 minutes). The amount of bleaching soil had the greatest effect on the variables studied, but the effect leveled off at doses above 3.5-4%. The addition of activated charcoal gave an independent effect on color without interaction with bleaching soil, but the effect was much lower relative to the amount of adsorbent. The marginal effect of an increase in bleaching time beyond the lowest level used in the optimization experiment was demonstrated (15 min).

The crude oil and olein fractions were analyzed by differential scanning calorimetry (DSC). DSC shows that the mackerel crude oil consists of 100% liquid fat at 20 ° C. Preliminary studies have been conducted to test alternative conditions for cold clearing (winterization) of mackerel oil based on dry fractionation. Dry fractionation at 0 ° C had a yield of 40% olein but did not pass the AOCS Cold test. But dry fractionation at 0 ° C gave an oil that remained liquid and clear at 4 ° C (refrigerator temperature). The yield of PUFA in the olein fraction was 31%. A relationship was documented between the proportion of solid fat in the crude oil at different temperatures measured with DSC and the yield of olein by dry fractionation at the respective temperatures. Optimization of conditions and yield has not been possible within the scope of this project.

# Innhold

<b>1</b>	<b>Bakgrunn, problemstilling</b> .....	<b>1</b>
1.1	Bakgrunn.....	1
1.2	Problemstilling.....	1
<b>2</b>	<b>Prøvemateriale</b> .....	<b>3</b>
<b>3</b>	<b>Labskala bleking</b> .....	<b>4</b>
3.1.1	Screening forsøk .....	4
3.1.2	3-faktorielt optimaliseringsdesign.....	5
<b>4</b>	<b>Vinterisering labskala</b> .....	<b>6</b>
4.1.1	Tørrfraksjoneringsforsøk .....	6
4.1.2	Flertrinns-tørrfraksjonering.....	6
<b>5</b>	<b>Målemetoder</b> .....	<b>7</b>
5.1.1	Spektrofotometriske målinger .....	7
5.1.2	Peroksid og anisidin tall (PV og AV).....	7
5.1.3	Gardner fargemåling .....	7
5.1.4	Flyktige forbindelser .....	8
5.1.5	Differensial scanning kalorimetri (DSC).....	8
5.1.6	Fettsyreprofil .....	8
<b>6</b>	<b>Resultater</b> .....	<b>9</b>
6.1	Bleking .....	9
6.1.1	Screening forsøk .....	9
6.1.2	Optimalisering av blekebetingelser .....	12
6.2	Vinterisering .....	21
6.2.1	Tørrfraksjoneringsforsøk .....	21
6.2.2	Flertrinns-tørrfraksjonering.....	21
6.2.3	Differensial skannekalorimetri (DSC) .....	22
6.2.4	Fettsyrer .....	23
<b>7</b>	<b>Konklusjon</b> .....	<b>25</b>
7.1	Bleking .....	25
7.2	Vinterisering .....	25
<b>8</b>	<b>Referanser</b> .....	<b>26</b>
<b>9</b>	<b>Vedlegg</b> .....	<b>27</b>
	Vedlegg 1 .....	27
	Vedlegg 2 .....	28
	Vedlegg 3 .....	29
	Vedlegg 4 .....	30
	Vedlegg 5 .....	31
	Vedlegg 6 .....	32

Vedlegg 7 .....	33
Vedlegg 8 .....	34
Vedlegg 9 .....	35
Vedlegg 10 .....	36
Vedlegg 11 .....	37

# 1 Bakgrunn, problemstilling

## 1.1 Bakgrunn

FHF har i løpet av de siste to årene arbeidet systematisk og målrettet med utvikling av kunnskap og teknologi for økt bearbeiding av makrell. Satsingen kalles «Pelagisk løft – økt bearbeiding av makrell». Bakgrunnen er at bare 2–4 % av landet makrell foredles til filét. Resten av de ca. 350.000 tonn eksporteres ut av landet rundfrosset. Næringen har, i samarbeid med FHF, etablert en pilotlinje på ett av de pelagiske anleggene (Selje).

Makrell er en art med stort fettinnhold og rik på essensielle fettsyrer som bl.a. EPA og DHA. Neste fase i «Pelagisk løft – økt bearbeiding av makrell» ser nærmere på hvilke muligheter som finnes for utnyttelse av restråstoffet fra filétproduksjon til produksjon av høyverdige olje- og proteinkomponenter til humant konsum og petfood-markedet. Arbeidet med å utnytte restråstoffet har utfordringer som krever betydelig FoU-innsats. Det er laget eget «veikart» for denne satsingen som danner grunnlaget for prioriteringene i 2018.

FHF ønsker på overordnet nivå å få gjennomført et prosjekt som skal raffinere et gitt kvantum råolje fra restråstoff av makrell. Raffineringen skal gjøres for å oppnå høykvalitetsprodukt for humant konsum av råolje fra restråstoff av makrell.

Råolje fra makrell restråstoff produsert ved bruk av Sintef sitt mobile prosessanlegg ble lagret hos Epax Norway uten tilsatt antioksidant danner råstoffet for dette prosjektet.

## 1.2 Problemstilling

Hovedmålet til prosjektet er å foredle råolje av restråstoff fra makrell til høykvalitetsprodukt for humant konsum.

### **Prosjektet har følgende delmål:**

1. Kartlegge *state-of-the-art* teknologi til raffinering av makrellolje
2. Kjemisk karakterisering av makrell råolje
3. Undersøke hvilke komponenter som forårsaker lukt/smak på makrellolje
4. Utvikle en koldklaringsprosess for å oppnå klar olje ved romtemperatur (med nøytral smak og lukt, lite farge og evt. tilsatt kunstig smak)
5. i) Uttesting i lab skala
6. ii) Uttesting i pilotskala
7. Gjennomføre sensoriske analyser for kartlegging av best egnet sluttprodukt for humant konsum
8. Beregne utbytte for produksjon av ulike produkttyper
9. Produktstabilitet mht harskning

Denne prosjektrapporten omhandler delmål 4. Det er blitt utført blekeforsøk med screening av 7 ulike kommersielle blekjordtyper for å identifisere den adsorbenten med best effekt på reduksjon og mht reduksjon av farge, peroksid- og anisidintall, etterfulgt av et 3-faktorielt designet forsøk for å komme frem til optimale prosessbetingelser.

I tillegg er det blitt gjennomført vinteriseringsforsøk (koldklaring) basert på tørrfraksjonering av råoljen for å fjerne stearinfraksjonen i oljen.



## 2 Prøvemateriale

Makrellråoljen ble produsert av makrellbiprodukter i SINTEFs forsøkskontainer ved Pelagias anlegg i Selje i oktober 2017. Den ble i desember fraktet i 1000 liters IBC-kontainere til Epax i Ålesund der den ble varmet til ca. 40°C før filtrering for å fjerne proteinrester som prosessen i Selje ikke hadde fjernet pga. tekniske problemer. Etter filtrering gjennom posefilter ble to kontainerne stående kjølig i produksjonslokalene før tilsetning av 1,2 mg/g mix tokoferol som antioksidant til den ene kontaineren. Dette ble gjort 29.1.2018. Begge containere ble videre satt på permanent lager som holder sval temperatur; ca. 10°C. På grunn av lavt syretall er råoljen ikke blitt avsyret.

En representativ prøve av dette materialet (id A18-041) ble analysert hos Nofima BioLab 29.1.2018. Prøven ble tatt fra kontaineren med tilsatt antioksidant. En antar at analyseverdiene vil være like ved fylletidspunktet for de to kontainerne. Resultatene var følgende (**Vedlegg 1**):

### **Prøve-id: A18-041 (uten antioxidant)**

- Anisidintall: 3,4
- Peroksidantall: 3,3 meq/kg
- Totox: 10,0 (Totox = PVx2 + AV)
- Syretall: 1,0 mg KOH/g

Det ble besluttet å bruke oljen fra kontaineren uten tilsatt mix-tokoferol for dette FHF-prosjektet. Før prøveuttak til NOFIMA, ble kontaineren varmet til ca. 40°C med bruk av «elektrisk magebelte» og oljen ble homogenisert med bruk av lanse med kraftig nitrogenblåsing i bunnen av kontaineren. Det ble tatt ut representative prøver til NOFIMA 3. mai 2018 (id: F18-167) som ble sendt til Nofima 29. mai 2018.

Fettsyresammensetning i råoljen er blitt analysert hos BioLab (Nofima) og resultatene er gjengitt i **Vedlegg 2**.

### 3 Labskala bleking

Hensikten med bleketrinnet er å fjerne fargestoffer, oksidasjonsprodukter, spormetaller, fosfolipidrester og rester av såpe og vann fra oljen. Fjerning av fargestoffene er meget viktig siden de ikke elimineres i de etterfølgende raffineringstrinnene. Den konvensjonelle metoden er å benytte adsorbenter i form av leirmineraler (blekejord) eller kull eller kombinasjon av begge, som blandes inn i oljen under omrøring, oppvarming og vakuum. Etter blekingen fjernes adsorbentene mekanisk fra oljen ved filtrering. Effekten av adsorbent er bestemt av type blekjord, hvordan den har blitt aktivert, dosering i oljen, vanninnholdet i oljen, bleketid og bleketemperatur.

#### 3.1.1 Screening forsøk

Syv kommersielle typer blekejord fra tre leverandører ble testet i labskala (**Tabell 1**). 100 g olje ble varmet til 70 °C i 30 minutter, 130 rpm, under vakuum (1 mBar) for fjerning av vann-rester i en 250 ml filtrerings glasskolbe. Deretter ble råoljen tilsatt 2 % blekejord under omrøring (130 rpm). Temperatur på oljen ble holdt på 70 °C under vakuum (1 mBar) og det ble benyttet en bleketid på 30 minutter. Deretter ble blekejorden filtrert fra oljen ved bruk av en vakuum nutch med Whatman 55 mm Ø, 6 µm filterpapir. Oljen ble filtrert med vakuum på 1 mBar. Nitrogengass ble tilført med svakt overtrykk gjennom slange på toppen av lokk og over bleket olje under filtreringen (**Figur 1**). Det ble utført to gjentak for hver type blekejord.



Figur 1 Apparat for filtrering av blekjord.

Effektiviteten til blekejorden ble bestemt mht. fargereduksjon ved bruk av spektrofotometrisk UV absorbansmåling og oksidasjonsprodukter (peroksid og anisidin tall og flyktige komponenter) i forhold til råoljen.

Tabell 1 Kommersielle blekejordtyper testet under screening.

Blekjord	Type	Leverandør
Perform	5000	OIL-DRI, USA
Perform	6000	OIL-DRI, USA
Select	350	OIL-DRI, USA
TONSIL SUPREME	114F	CLARIANT, USA
TONSIL SUPREME	112F	CLARIANT, USA
CelaClear	160	Engineered Clays, USA
CelaClear	105SF	Engineered Clays, USA

### 3.1.2 3-faktorielt optimaliseringsdesign

Råolje ble fordelt på 250 ml glasskolber, flushet med nitrogen og fryst ved -20 grader inntil blekeforsøk ble utført (1-3 uker). En flaske ble tint for hvert forsøk. Oljen ble tint i varmt vann til all råolje var flytende. Det ble veid inn 100 g råolje for hvert forsøk. I **Tabell 2** gjengis forsøksoppsettet, et 3-faktorielt CCD («central composite design») forsøk, der mengde blekejord, aktivt kull og bleketid varierer, i alt 19 forsøk. Forsøkene ble utført i randomisert rekkefølge og med fem gjentak av senterpunktet. Etter utført bleking, ble oljen filtrert under vakuum ved 9 mBar.

Tabell 2 Oversikt over forsøksoppsett med ulik mengde blekjord (BJ), aktivt kull (AK) og bleketid (BT).

Forsøk	BJ %	AK %	BT min
1	1,41	0,28	36,28
2	4,09	0,28	36,28
3	1,41	0,82	36,28
4	4,09	0,82	36,28
5	1,41	0,28	98,72
6	4,09	0,28	98,72
7	1,41	0,82	98,72
8	4,09	0,82	98,72
9	0,50	0,55	67,50
10	5,00	0,55	67,50
11	2,75	0,10	67,50
12	2,75	1,00	67,50
13	2,75	0,55	15,00
14	2,75	0,55	120,00
15	2,75	0,55	67,50
16	2,75	0,55	67,50
17	2,75	0,55	67,50
18	2,75	0,55	67,50
19	2,75	0,55	67,50

## 4 Vinterisering labskala

Vinterisering betyr separering av høyt og lavt-smeltende fraksjoner med den hensikt å produsere en olje som holder seg klar og flytende ved kjølelagring. Utrykket kommer av det fenomen at noen oljer delvis krystalliserer ved nedkjøling og en flytende fraksjon kan separeres. Denne prosessen kalles også tørrfraksjonering—fraksjonert krystallisering av oljen uten bruk av løsemidler. Den faste fraksjonen blir ofte kalt stearin selv om den ikke nødvendigvis inneholder mye stearinsyre og den flytende fraksjonen kalles olein (igjen uten at det har noen sammenheng med innholdet av oleinsyre). Vanligvis oppnår man faktisk en ganske beskjeden konsentrering av (fler)umettede fettsyrer i oleinfraksjonen og av mettede fettsyrer i stearinfraksjonen (1). En ofte brukt spesifikasjon på en vinterisert olje (*Cold test*), er at oljen holder seg klar og flytende i 3 eller 5,5 timer ved 0 °C (2).

Ved tørrfraksjonering er separasjonseffektiviteten (definert som prosent av stearin i den separerte fastfasen) begrenset fordi en del av oleinfraksjonen alltid vil følge med stearinfraksjonen i form av en flytende fase mellom krystallene. Det vil si at utbytte av olein også er begrenset. Det er forholdsvis enkelt å skille stearin og oleinfraksjonene ved sentrifugering og dekantering i labskala. I produksjonskala brukes ofte filterpresser, som kan være problematisk ved høye stearinnivå

### 4.1.1 Tørrfraksjoneringsforsøk

Råoljen ble nedkjølt gradvis fra 30 °C ( $T_1$ ) over 15 timer ned til 4 ulike temperaturer ( $T_2$ ) og holdt ved krystalliseringstemperaturen i 4 timer. Etter sentrifugering ble oleinfraksjonen dekantert.

### 4.1.2 Flertrinns-tørrfraksjonering

Hvis for mye stearin felles ut kan oljen bli ufiltrerbar. En løsning er å dele prosessen opp i flere trinn slik at mindre stearin felles ut i hver krystallisering. Råoljen ble nedkjølt fra 30 °C til 10 °C, 15 °C til 5 °C, og til slutt 10 °C til 0 °C med sakte omrøring og nitrogenatmosfære. Stearinfasen ble fjernet ved vakuumfiltrering mellom hvert trinn.

## 5 Målemetoder

### 5.1.1 Spektrofotometriske målinger

De spektrofotometriske målingene er utført på instrumentet SPECTROSTAR Nano fra BMG LabTech med UV/Vis Absorbans detektor. Absorbansen i oljeprøvene ble målt i forhold til en blank luftreferanseprøve, i samme type kyvette som oljeprøvene ble målt i. Det ble brukt engangs plastkyvetter (BRAND PS 1,5 ml semi-micro. 12,5 x 12,5 x 45 mm. Cat.No 759015). Følgende absorpsjonsbølglengder ble målt for karotenoider; 450, 460 og 474 nm.

### 5.1.2 Peroksid og anisidin tall (PV og AV)

PV og AV verdier er et mål på harskningsgrad/oksidasjon i en olje. Vi skiller mellom oljens primære oksidasjonsprodukter (PV) og de sekundære oksidasjonsprodukter (anisidintall, AV). Lave verdier betyr at man har liten oksidasjon i oljen og høye verdier betyr at man har mye oksidasjon i oljen. Oksidasjonsskalaen går fra 1- 70 for PV og 1-100 for AV. Det er ønskelig med så lave PV og AV verdier som mulig.

Bestemmelse av Peroksid tall ble utført i henhold til metoden AOCS Cd 8b- ved Nofima Biolab i Bergen. Denne metoden kan anvendes på vegetabiliske, marine og animalske oljer og fett med peroksid tall <70. Prinsippet for metoden er bestemmelse av forbindelser som oksiderer kaliumjodid ved betingelser gitt av metoden. Disse forbindelsene er antatt å være peroksider eller andre lignende produkter fra fettoksidasjon. Det ble analysert 5 gram med to gjentak per prøve.

Bestemmelse av Anisidintall ble utført etter metoden AOCS Cd 18-90 ved Nofima Biolab i Bergen. Anvendelsesområdet for denne metoden er for vegetabiliske, marine og animalske oljer og fett. Metoden kan ikke anvendes på oljer eller fett som er tilsatt smak av sitron, appelsin og «tuttifrutti». Disse tilsetningsstoffene interferer med analysen og gir sterkt forhøyede analyseresultat. Prinsippet for metoden er å bestemme reaksjonsproduktene som dannes mellom aldehyder (særlig 2-alkenaler) og p-Anisidin. Innholdet av reaksjonsproduktene bestemmes ved UV-absorpsjon. Anisidintall er definert som 100 ganger netto økning i absorpsjon v/350 nm, etter reaksjon mellom olje og p-Anisidin i en 1 % løsning av olje i isooktan. Det ble analysert 4 gram med to gjentak per prøve.

### 5.1.3 Gardner fargemåling

Gardner er en visuell basert fargestandard som man ved hjelp av en Lovibond komparator bestemmer fargen på oljen med. Det ble benyttet en kyvette med 10 mm lysvei ved sammenlikning mot standard farge- filtre fordi styrken på fargefilterne (Gardnerskalaen) er avstemt etter dette.

Gardner fargetall oppgis vanligvis i hele tall. Fargetall på 1 og 2 er en veldig lys olje og først ved et fargetall på 3, er det lett å se forskjell. To personer vurderte fargen på prøvene ved bestemmelse av fargetall. Prøver som ble vurdert til å ha litt mer farge enn 1, men nærmere 1 enn 2 ble vurdert til 1,3. Prøver som ble vurdert til nærmere 2 men ikke heilt 2 ble gitt en verdi på 1,7, dette for å prøve å skille mellom nyansene.

Det ble gjennomført Gardner fargemåling kun på de blekete makrelloljene fra det 3-faktorielle design forsøket.

#### 5.1.4 Flyktige forbindelser

Det ble analysert flyktige forbindelser ved bruk av en automatisert dynamisk headspace termisk desorpsjon (Gerstel DHS-TDU-MPS., Gerstel GmbH & Co. KG, Mühlheim, Tyskland) gasskromatografi massespektrometri (HS-GC/MS) for å undersøke effekten av bleking på reduksjon av flyktige forbindelser i råoljen.

Forut for den gasskromatografiske analysen ble de flyktige komponentene samlet opp på en adsorbent etter følgende prosedyre: 1 g olje ble overført til et 20 ml prøveglass, flushet med nitrogen og korket med skrukork med teflon pakning, og overført på prøveveksleren til analyseinstrumentet (HS-GC/MS). Prøven ble inkubert ved 70 °C i 10 minutter. Flyktige forbindelser ble deretter samlet opp på adsorbentør med aktivt kull (Tenax GR, kornstørrelse 60/80 mesh, Alltech Associates Inc., Deerfield, IL, USA) i 2 minutter med 100 ml/min, totalt 200 ml gassvolum. Flyktige forbindelser ble overført til en gasskromatograf (Agilent 6890 GC, Agilent, Palo Alto, CA, USA) ved termisk desorpsjon med en Agilent 5973 Masseselektiv detektor (et kvadrupol basert massefilter) i elektron ionisasjon (EI) modus ved 70 eV ionisasjonsenergi og måling av positive ionefragmenter. Forbindelsene ble separert på en polar DB-WAXetr gasskromatografi kolonne fra J & W Scientific/Agilent (0,25 mm i.d., 0,5 µm film, 30 m). Helium (99,9999 %) ble brukt som bærerergass.

Integrasjonen av toppareal og foreløpig identifisering av forbindelser ble utført med HP Chemstation programvare (G1701CA versjon C.00.00, Agilent Technologies). Identifikasjon av forbindelsene ble bekreftet ved sammenligning av de målte massespektraene av GC-toppene med de rene standarder i henhold til NIST014 massespektralbiblioteket (versjon 2, 2005, Agilent).

#### 5.1.5 Differensial scanning kalorimetri (DSC)

I differensial skannekalorimetri (DSC) måles temperaturen og entalpien ved faseoverganger, kjemiske reaksjoner, og andre endo- og eksotermiske prosesser. DSC kan gi et raskt estimat av andelen fast (stearin) og flytende fett (olein) i oljer over et stort temperaturområde med ett eksperiment (3). Hvis man antar at den spesifikke smelteentalpien er konstant over hele smeltekurven, er området under kurven opp til temperaturen av interesse delt på området under hele kurven, lik andelen fast fett i oljen ved den temperaturen. Det kan diskuteres hvorvidt DSC gir et reelt bilde av fast fett fraksjonen for oljer med høy andel av PUFA (4, 5). Det bør også påpekes at det kan bli en viss variasjon i fast fett estimatene avhengig av hvordan man integrerer DSC smeltekurvene (manuell versus programstyrt). Uansett kan metoden gi et godt estimat av minimumstemperaturen der oljen er 100% flytende.

#### 5.1.6 Fettsyreprofil

Fettsyreprofilen viser til fettsyresammensetningen som finnes i oljen det måles på. Bestemmelse av fettsyreprofilen ble utført etter metoden AOCS Ce 1b-89 Fettsyresammensetning, ved Nofima Biolab i Bergen. Denne metoden kan anvendes på marine, vegetabiliske og animalske oljer og fett. Prinsippet for metoden er at fettsyrene i prøven, bundet i lipider eller frie, esterifiseres til metylestere og analyseres ved bruk av gasskromatografi og flammeionisasjonsdeteksjon (FID). Kvantifisering av de ulike fettsyrene er basert på bruk av 23:0 - fettsyremetylester som intern standard og til beregning av empirisk responsfaktor. Fettsyrer blir kvantifisert i absolutte mengder av fettsyrer i prøve, beregnet som fettsyremetylestere. Det ble analysert 20-35 mg olje av hver prøve.

## 6 Resultater

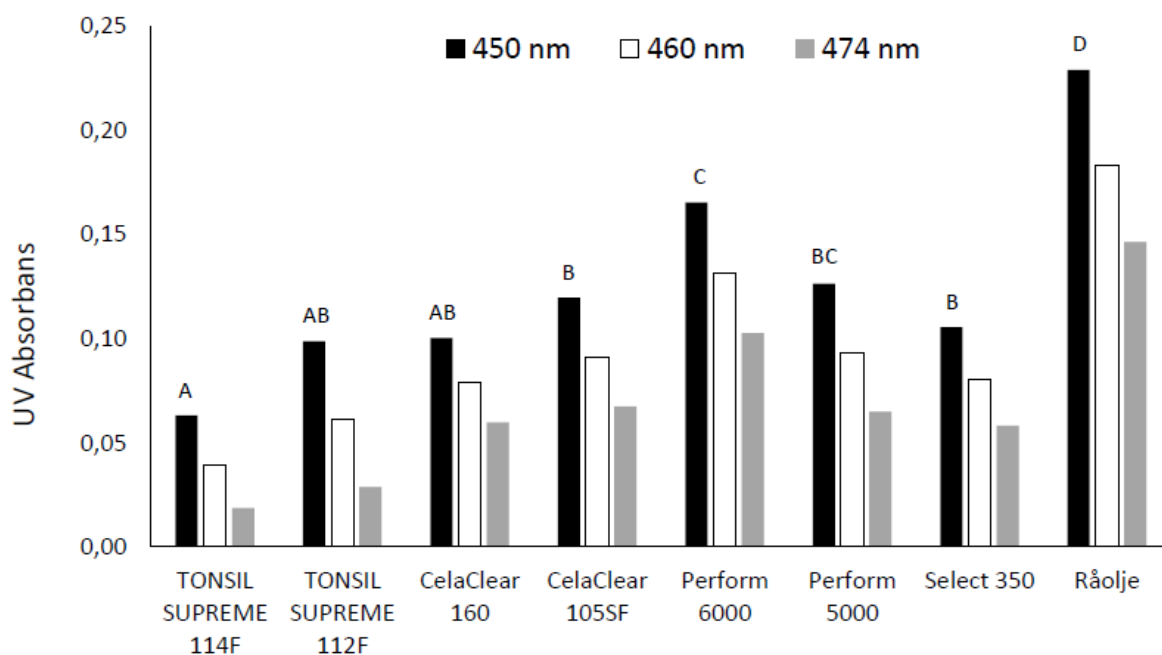
### 6.1 Bleking

#### 6.1.1 Screening forsøk

Det ble innledningsvis gjennomført en screening av effekten av 7 ulike kommersielle blekejordtyper basert på duplikate tester. Etter gjennomført bleking og fjerning av blekejord ved filtrering, ble det utført spektrofotometriske målinger, måling av peroksid- og anisidintall og flyktige forbindelser.

#### Spektrofotometriske målinger

UV absorbansverdiene for karotenoidbølglengdene i oljene etter bleking og filtrering sammen med råoljen er gjengitt i **Figur 1**. Samtlige blekejordstyper ga en signifikant bedring i farge målt basert på absorbans. Blekejord med lavest endring av karotenoid absorbans (28 %), dvs minst fjerning av karotenoider, ble i dette forsøket Perform 6000. Best blekeeffekt (79 %) ble oppnådd med TONSIL Supreme 114F, men effekten er ikke signifikant bedre sammenlignet med SUPREME 112F og CelaClear.



Figur 2 Karotenoid absorbans i makrell råolje etter bleking og filtrering. Forskjellig bokstav over søyler for 450 nm angir signifikant forskjell ( $p < 0,05$ ) mellom prøvene.

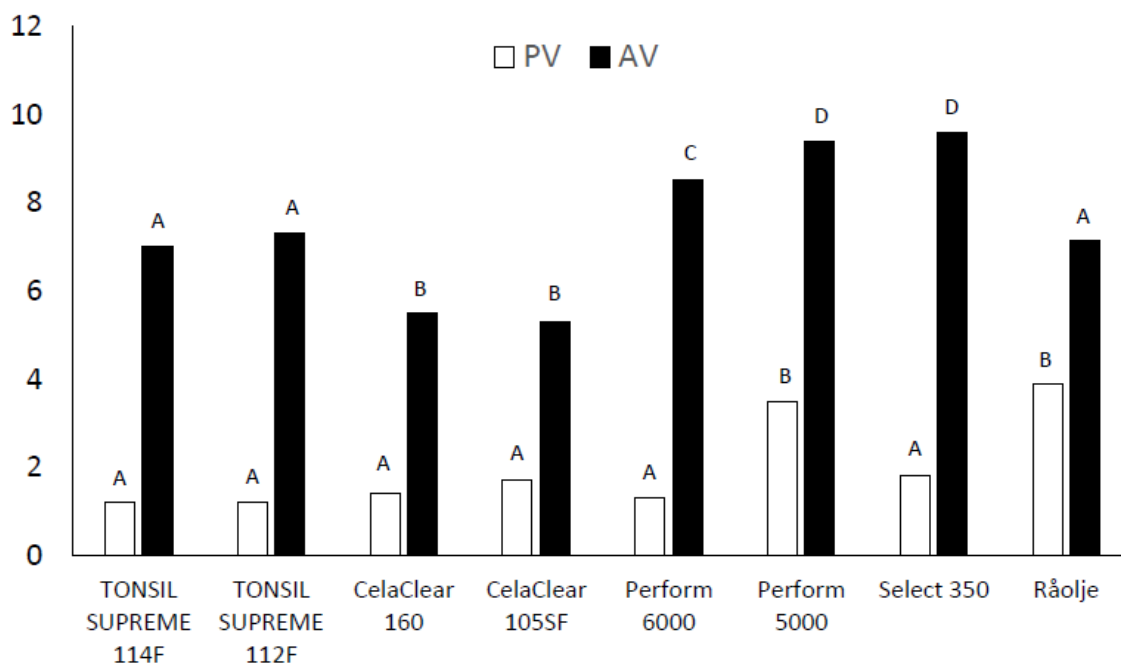
Det ble tatt bilde av oljene (**Figur 2**) etter blekeforsøkene, samt råoljen for å vise fargeforskjellene på oljene etter bleking. Råoljen, vist til venstre i figuren, har tydelig sterkere gul farge sammenlignet med de blekede oljene til høyre for råoljen. Ut fra visuell vurdering, ser det ut til at Tonsil Supreme 114 F er den blekejorden som kommer ut best i dette forsøket. Dette stemmer også godt overens med absorbansmålingene, der Tonsil Supreme 114 F hadde størst reduksjon i absorbans.



Figur 3 Foto av råolje og blekede oljer behandlet med hhv syv ulike blekejordtyper.

### PV og AV

Figur 4 viser målte PV og AV verdier i råoljen og de blekede filtrerte oljene. TOTOX verdiene er gjengitt i Figur 5. PV verdien på makrell råoljen har økt noe (fra 2,1 til 4,0) fra den ble mottatt, til råoljen ble analysert på nytt i forbindelse med blekeforsøkene (Vedlegg 1), som kan skyldes at den hadde blitt oppbevart en tid ved 4 °C forut for blekeforsøkene. TONSIL-produktene ga størst reduksjon i peroksidtall (69 %), men forskjellene er små og ikke signifikant bedre enn de andre med unntak av Perform 5000.

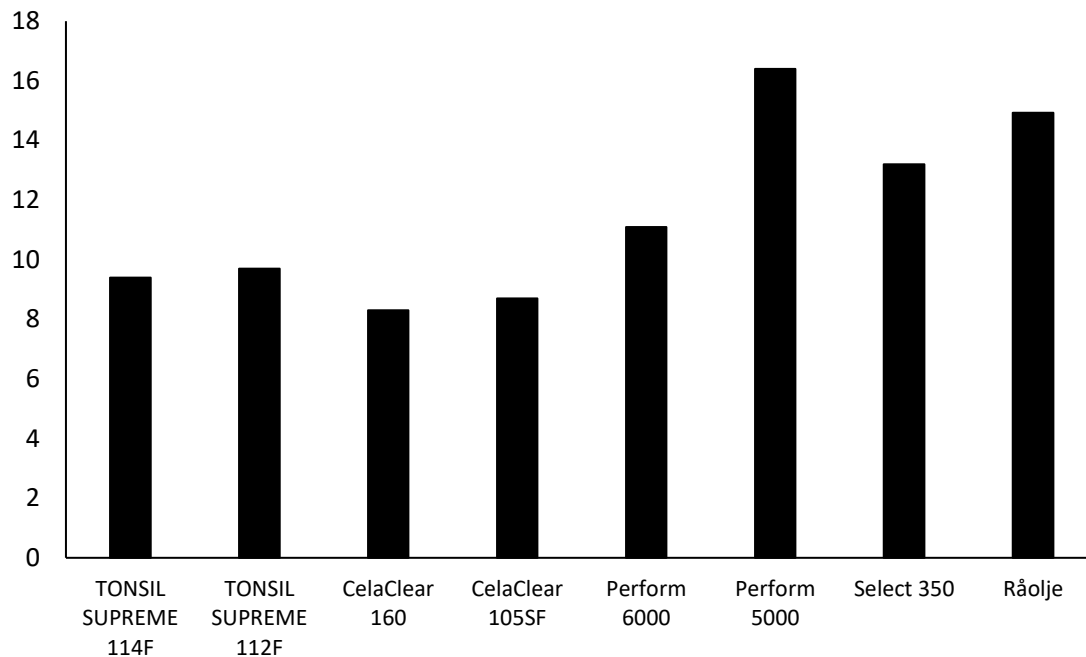


Figur 4 PV (mEq/kg) og AV verdier målt i bleket filtrert makrell råolje. Forskjellig bokstav over søyler for hhv. PV og AV angir signifikant forskjell ( $p < 0,05$ ) mellom prøvene.



CelaClear-produktene ga en signifikant og størst reduksjon i anisidintall, (26 %). Perform 6000, Perform 5000 og Select 350 ga en signifikant økning i anisidintall, mens ingen signifikant endring kunne påvises med TONSIL SUPREME 114F og 112F i forhold til råoljen.

TOTOX verdiene (2xPV+AV) er gjengitt i **Figur 5**. Alle oljene bortsett fra oljen behandlet med Perform 5000 viser en nedgang i TOTOX verdi. Best effekt viste CelaClear, etterfulgt av TONSIL med de laveste TOTOX verdier, mens Perform 5000 og Select 350 ga de høyeste TOTOX verdiene.



Figur 5 TOTOX verdier i bleket og filtrert makrell råolje.

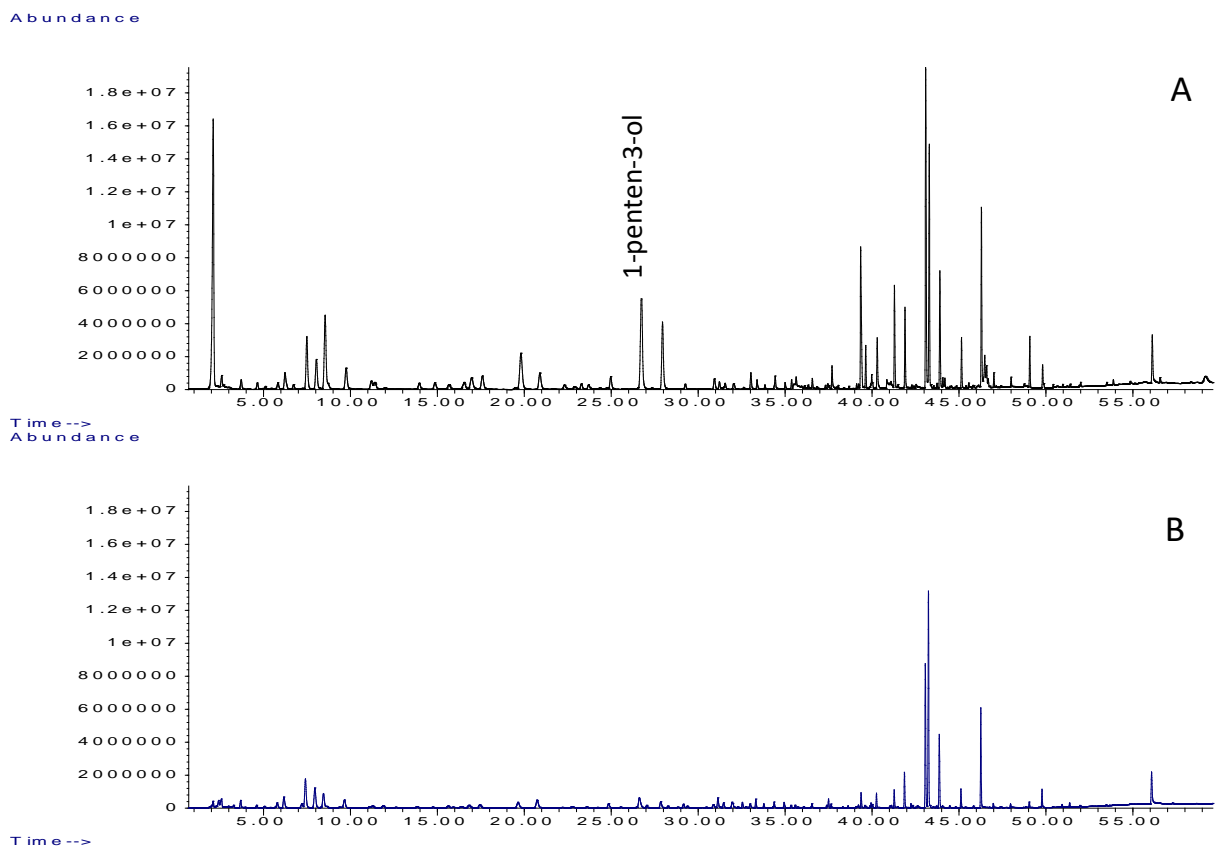
Ved screening av de ulike blekjordtypene ble det målt relativt høye verdier av PV og AV etter blekeprosessen (ingen nedgang i PV og AV verdier). Under gjennomføring av bleking i labskala er det vanskelig unngå helt at oljen kan bli eksponert for oksygen. Dette kan være en mulig forklaring på de observerte relativt høye PV og AV verdier etter bleking og filtrering. For å bedre dette, ble det i forbindelse med det påfølgende designerte forsøket (avsnitt 6.1.2) gjort noen tekniske forbedringer for å redusere oksygeneksponering av oljen: Det ble satt på et «gummilokk» med kontinuerlig nitrogentilførsel slik at det ble opprettholdt et nitrogen overtrykk ved overføring av bleket olje til filterapparat (Figur 1).

### Flyktige forbindelser

Under de anvendte blekebetingelser, ble mengden flyktige komponenter redusert med opptil 70 % i forhold til råoljen (Figur 6). I råoljen ble det som tidligere rapportert (Rapport K52/2018, *Komponenter i råolje fra makrell restråstoff som bidrar til lukt og smak*) funnet mest hydrokarboner, derav flest enumettede hydrokarboner, etterfulgt av alkoholer, syrer, aldehyder, sulfider/tioler, ketoner, furaner og aromater. De fleste påviste hydrokarboner, aldehyder, ketoner, syrer (C2-C5), furaner og enkelte av alkoholene er sekundære oksidasjonsprodukter fra peroksidering av de flerumettede omega-3 og omega-6 fettsyrene som finnes i råoljen. I tillegg kan noen av de flyktige syrene også stamme fra bakterievekst i råstoffet, som også sulfidene kan indikere, som dannes fra både bakteriell nedbrytning av svovelholdige aminosyrer i råstoffet eller termisk kjemiske reaksjoner under råstoffbehandlingen.

Flere av de påviste esterne kan også være bakterielle sekundære metabolitter. Typiske markører for lipid oksidasjon i marine oljer ble funnet, som propanal, 1-penten-3-ol, 1-penten-3-on, tr, tr-heptadienal og 2-etylfuran. De blekede oljene viste en høy korrelasjon mellom anisidintall og typiske flyktige markører for lipidoksidasjon, f.eks. 1-penten-3-ol ( $r=0,98$ ,  $p<0,0001$ ).

**Figur 6** viser effekten av bleking ved sammenligning av et gasskromatogram av råoljen med en bleket og filtrert råolje. Blekingen viser en tydelig reduksjon i flyktige komponenter og flyktige sekundære lipid oksidasjonsprodukter (eks. 1-penten-3-ol) fra flerumettede omega-3 fettsyrer i marine oljer. Resultatene viste høyere nivå av flyktige sekundære lipid oksidasjonsprodukter i oljer med høyere anisidintall, og lavere nivå i oljer med lavere anisidintall, som forventet.



**Figur 6** Gasskromatogram av makrell råolje (A) og råolje bleket med CelaClear 160 (B).

### 6.1.2 Optimalisering av blekebetingelser

Resultatene fra screening av adsorbenter ble diskutert med EPAX/Pelagia, og ut fra en samlet vurdering av effekt på bleking og oksidasjon, ble Tonsil Supreme 114F valgt ut for bruk i et 3-faktorielt optimaliseringsforsøk for å definere optimale blekebetingelser (**Tabell 2**). I optimaliseringsforsøket ble det valgt å anvende industrielt relevante nivåer av blekejord, aktiv kull og bleketid. Det aktive kullet som ble benyttet var NORIT SA 4 PAH-HF levert fra Brenntag. Dett er en type kull som er laget for fjerning av persistente organiske miljøgifter (POP'r) i oljen og ikke fargestoffer.

Resultater fra måling av Fargetall, PV, AV, TOTOX, absorbans (450 nm) og flyktige sekundære lipid oksidasjonsprodukter er gjengitt i **Tabell 3**.

Basert på responsflatemodellering ble det funnet signifikante modeller som beskriver effekten av de anvendte prosessvariable (**Tabell 4**). Forklart varians varierte fra 47 til 93%. For alle modellene ble det funnet en ikke-signifikant «lack of fit».

*Tabell 3 Resultater på fargetall, PV, AV, TOTOX, Absorbans (450 nm) og flyktige sekundære oksidasjonsprodukter.*

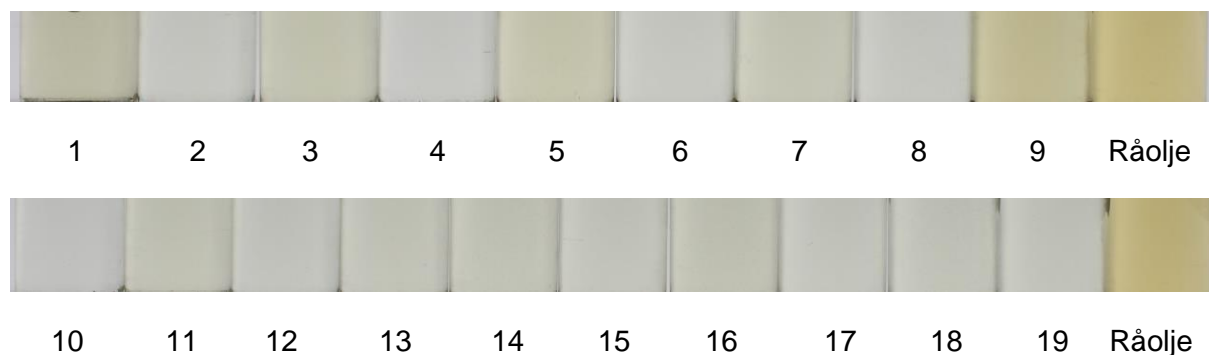
Forsøk	Fargetall	PV	AV	TOTOX	Abs 450 nm	1-penten-3-ol Areal	2-etylfuran Areal	2-heksenal Areal
1	2,30	2,2	8,7	13,1	0,1336	6302945	7886329	4511865
2	0,70	1,3	3,8	6,4	0,0112	2180899	2392919	3259357
3	2,30	3,1	9,5	15,7	0,0757	8870939	10102215	5455919
4	0,70	1,5	3,7	6,7	0,0027	2435305	3346116	2209870
5	2,70	1,9	11,8	15,6	0,0790	6852356	9952145	7923845
6	1,00	1,6	2,3	5,5	0,0102	1631695	1664425	921763
7	1,70	1,8	6,7	10,3	0,0540	4692731	10960770	6054660
8	1,30	1,7	3,5	6,9	0,0180	2997195	3881761	2119129
9	3,70	2,6	8,7	13,9	0,1733	12798968	13620507	4043236
10	1,00	1,9	3,0	6,8	0,0004	1643322	2829018	1440243
11	1,70	1,8	6,9	10,5	0,0754	1629004	3725517	5160385
12	1,00	1,6	3,7	6,9	0,0146	1612527	3469926	2521739
13	1,30	1,1	7,9	10,1	0,0304	5154076	6326983	5278532
14	1,30	1,6	4,4	7,6	0,0585	2754230	4250098	3594293
15	1,30	2,6	5,5	10,7	0,0267	5138250	5540737	4265895
16	2,00	1,7	7,0	10,4	0,0835	3480767	5784814	6215924
17	1,70	1,2	4,1	6,5	0,0219	3265521	6155224	3252256
18	1,30	1,6	5,9	9,1	0,0391	2657444	5905896	4478363
19	1,30	2,0	5,4	9,4	0,0257	3619063	7718437	3768771
Crude	4,70	4,7	7,3	16,7	0,2584	14775964	5915422	5114682

Tabell 4 Responsflatemodeller basert på 3-faktorielt forsøksdesign (Tabell 2). Ikke-signifikante variable er fjernet i modelleringen.

	PV			Reduksjon			
	Fargetall	(mekv perokid/kg)	AV	450 nm (%)	1-penten-3-ol (areal)	2-etylfuran (areal)	2-heksenal (areal)
Intercept	4,114	3,193	12,185	16,266	11446790	12430177	4222942
BJ (%)	-1,450	-0,675	-1,804	29,667	-5941998	-5172113	
BJ (%)^2	0,165			-3,119	720175	485378	
AK (%)				19,526	13525986	13397785	
AK (%)^2					-9637522	-10697177	
BT (min)							42198
BT (min)^2		-0,142E-3					
BJ (%)*AK (%)							
BJ (%)*BT (min)		0,671E-2					-16411
AK (%)*BT (min)			-0,351E-1		-35230		
R <sup>2</sup>	0,83	0,47	0,77	0,82	0,90	0,93	0,60
Lack of fit	0,53	0,87	0,32	0,76	0,36	0,44	0,49

### Absorbansmålinger

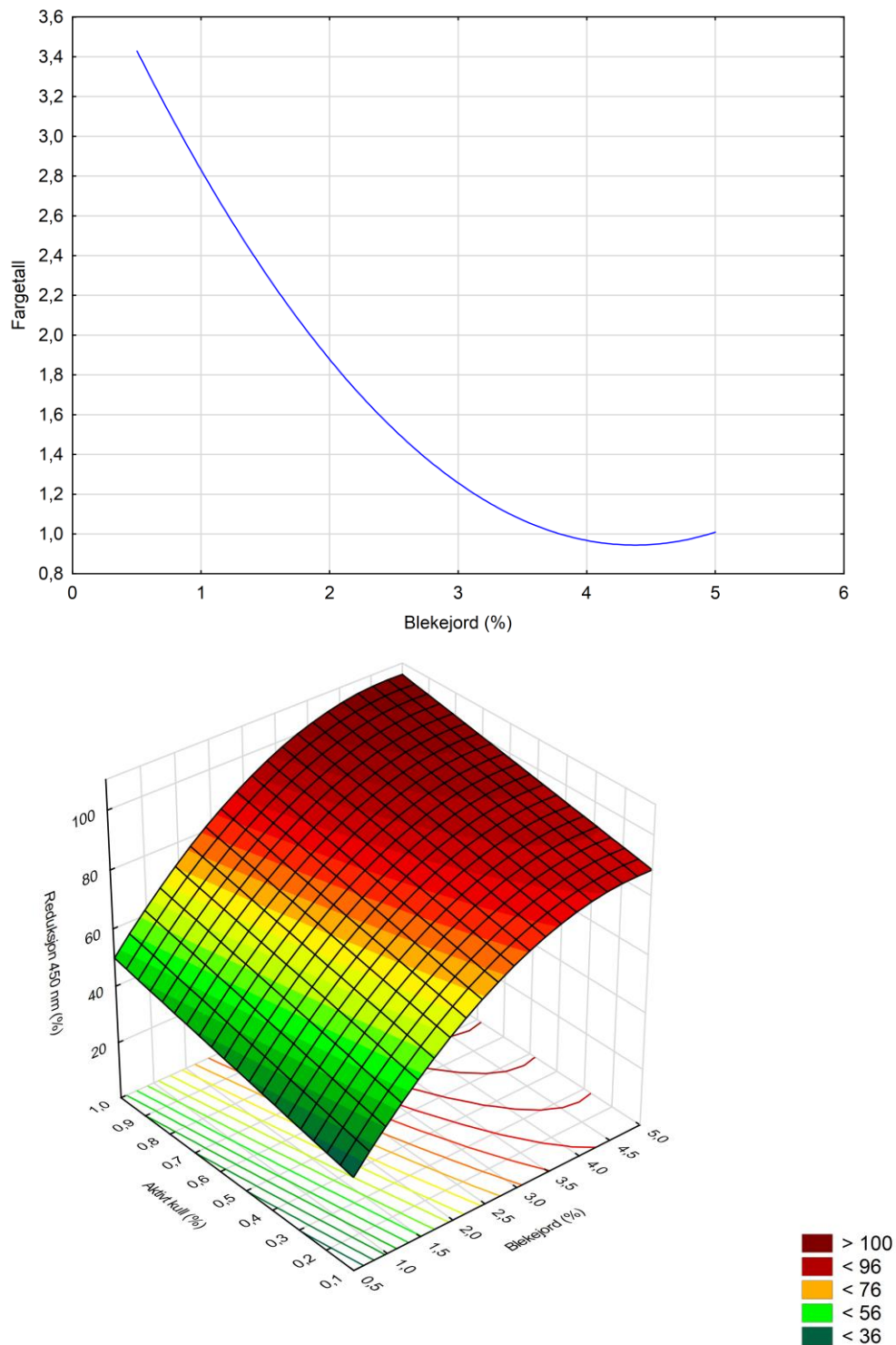
Fargetall og UV absorbans måleverdiene ved 450 nm er gitt i **Tabell 3**. Måleverdiene for de andre to karotenoid bølglengdene (460 og 474 nm) viste samme fordeling mellom prøvene, men 10-25 % lavere enn for 450 nm. Det er funnet god overenstemmelse mellom absorbans-målingene og fargetall ( $r=0,95$   $p<0,0001$ ) og fargen på bildene (**Figur 7**).



Figur 7 Foto av råolje og blekede oljer behandlet med TONSIL Supreme 114F og aktivt kull. Tallene svarer til forsøksbetingelsene gjengitt i **Tabell 2**.

Blekeeffekt målt basert på fargetall viste en reduksjon fra 4,7 i råoljen ned til 0,7 ved de beste eksperimentelle betingelser (Forsøk 2 og 4; **Tabell 2**). Kun mengde blekejord ble funnet å gi en signifikant blekeeffekt basert på måling av fargetall (**Figur 8**). Måling av absorbans ved 450 nm gir et mer sensitivt mål på fjerning av pigmenter og her er det funnet effekt også av aktivt kull tilsetning, men uten noen interaksjon med blekejord. Økende mengde blekejord gir som forventet størst effekt ved lave nivå for deretter å flate ut ved rundt 4% dosering og 85% reduksjon av absorbans. Ytterligere

effekt er kun oppnådd i kombinasjon med aktivt kull. Den additive effekten av aktivt kull er lineær og tilsvarer 20% reduksjon av adsorbans ved 450 nm ved 1% dosering (**Tabell 2**). Det er ikke funnet noen effekt av bleketid innenfor det studerte variasjonsområdet (15 – 120 minutter). Dette bekrefter at adsorpsjon av pigmenter skjer meget raskt og at det oppnås en likevekt mellom adsorbent og løst pigment i løpet av under 15 minutter.



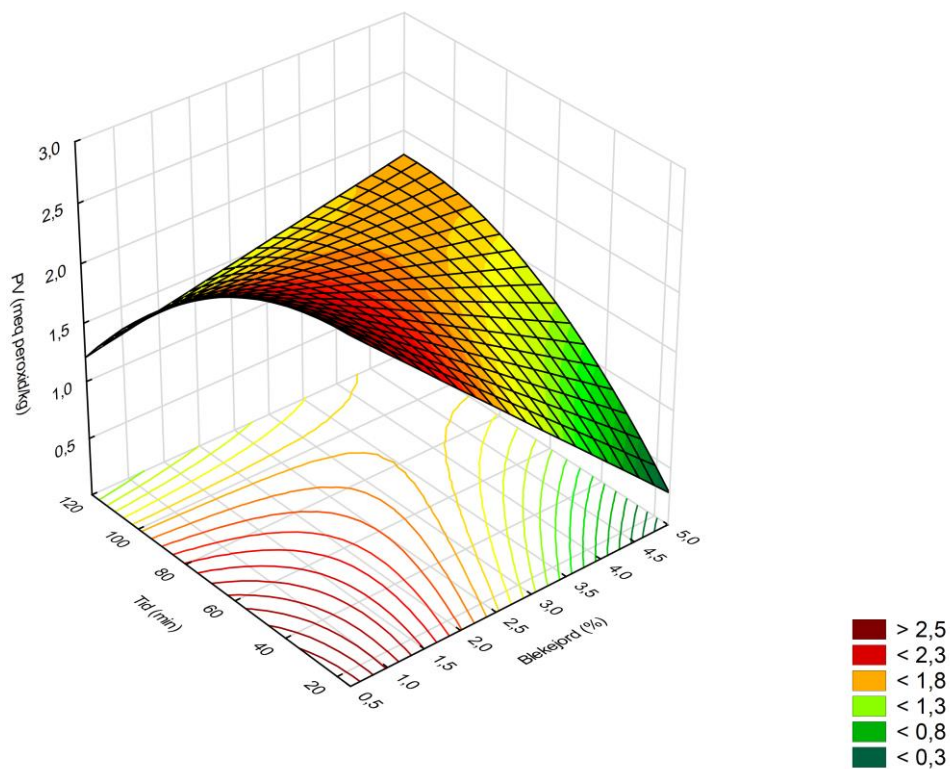
Figur 8 Responsplateplott for effekt på fargetall (øverst) og reduksjon av farge målt ved 450 nm (nederst). Responsflatemodellene er gitt i **Tabell 4**.

### PV og AV verdier

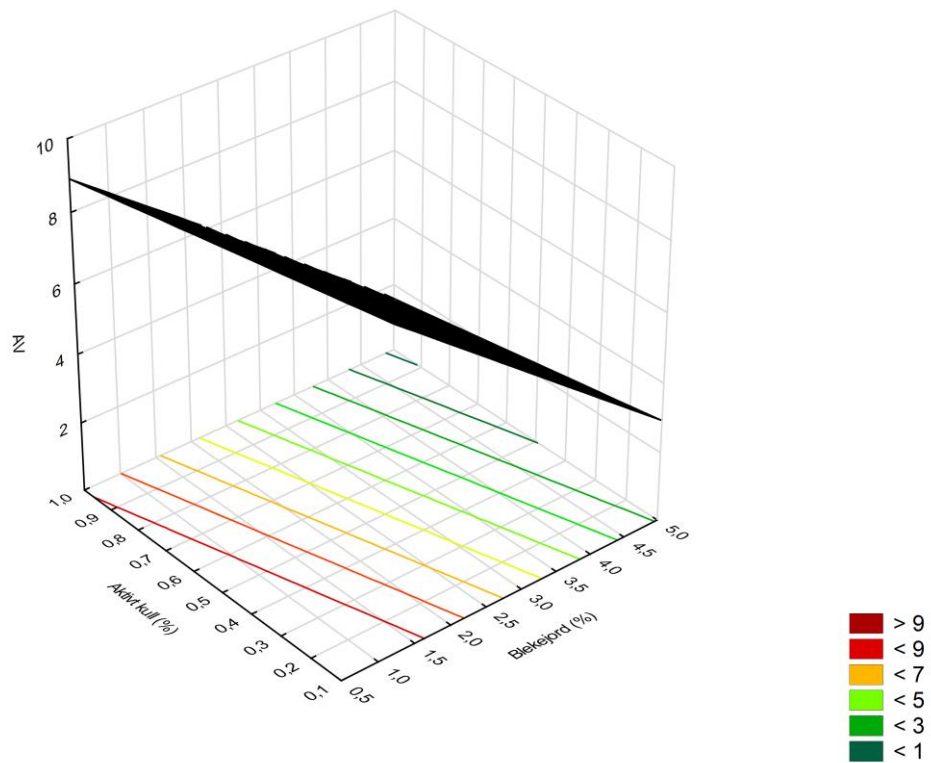
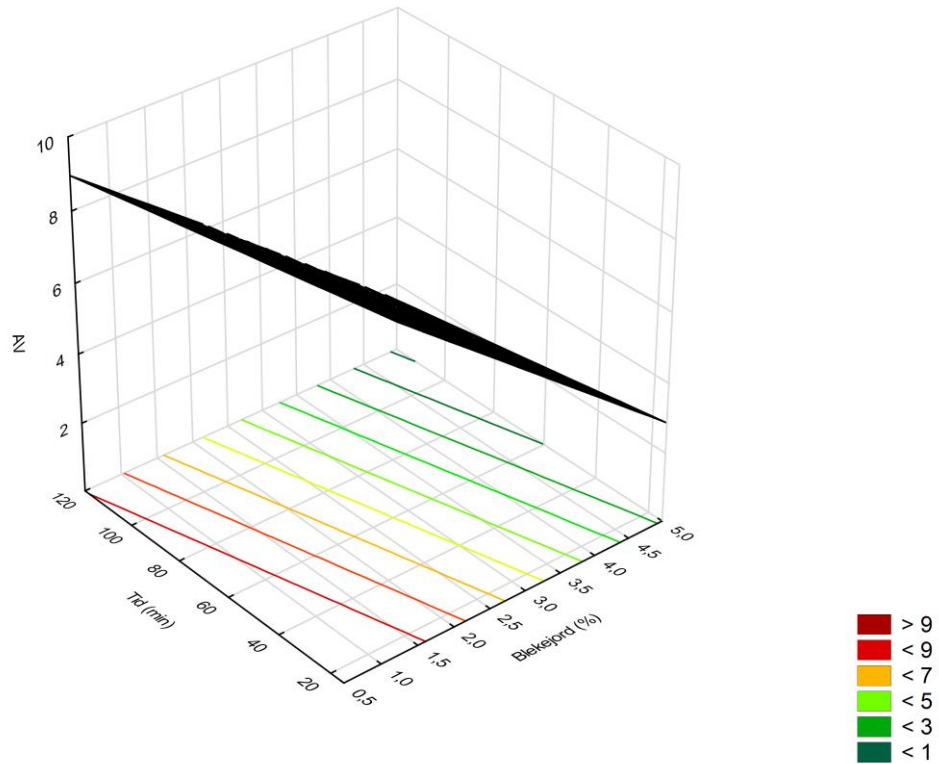
Bleking ved bruk av TONSIL Supreme 114F har gitt en positiv effekt på reduksjon av PV i oljen (**Tabell 3, Figur 9**).

Nivået er i alle forsøkene betydelig redusert i forhold til råoljen (4,7 mekv. peroksid/kg) med det laveste eksperimentelle nivå på 1,1 (forsøk 13; **Tabell 2**). Bleketiden viser en kurvatur som er vanskelig å forklare, men indikerer at det ikke er noen effekt av å øke bleketiden utover det laveste nivå på 15 minutter som er anvendt i dette forsøksdesignet. Generelt ble det oppnådd en relativt dårlig modell for PV ( $R^2 = 0,47$ ; Tabell 3) og en detaljert tolkning av resultater bør derfor gjøres med forsiktighet.

Et tilvarende bilde er oppnådd for AV. Økende mengde blekejord gir en reduksjon i AV, men de eksperimentelle resultatene viser nivå både over og under råoljen (AV = 7,3, **Tabell 2**). Dette kan delvis forklares med at spalting av peroksider som gir opphav til sekundære oksidasjonsprodukter. Aktivt kull og bleketid kommer ut med en signifikant interaksjon i modellen, men effekten av disse variablene på AV er marginal som vist i **Figur 10**.



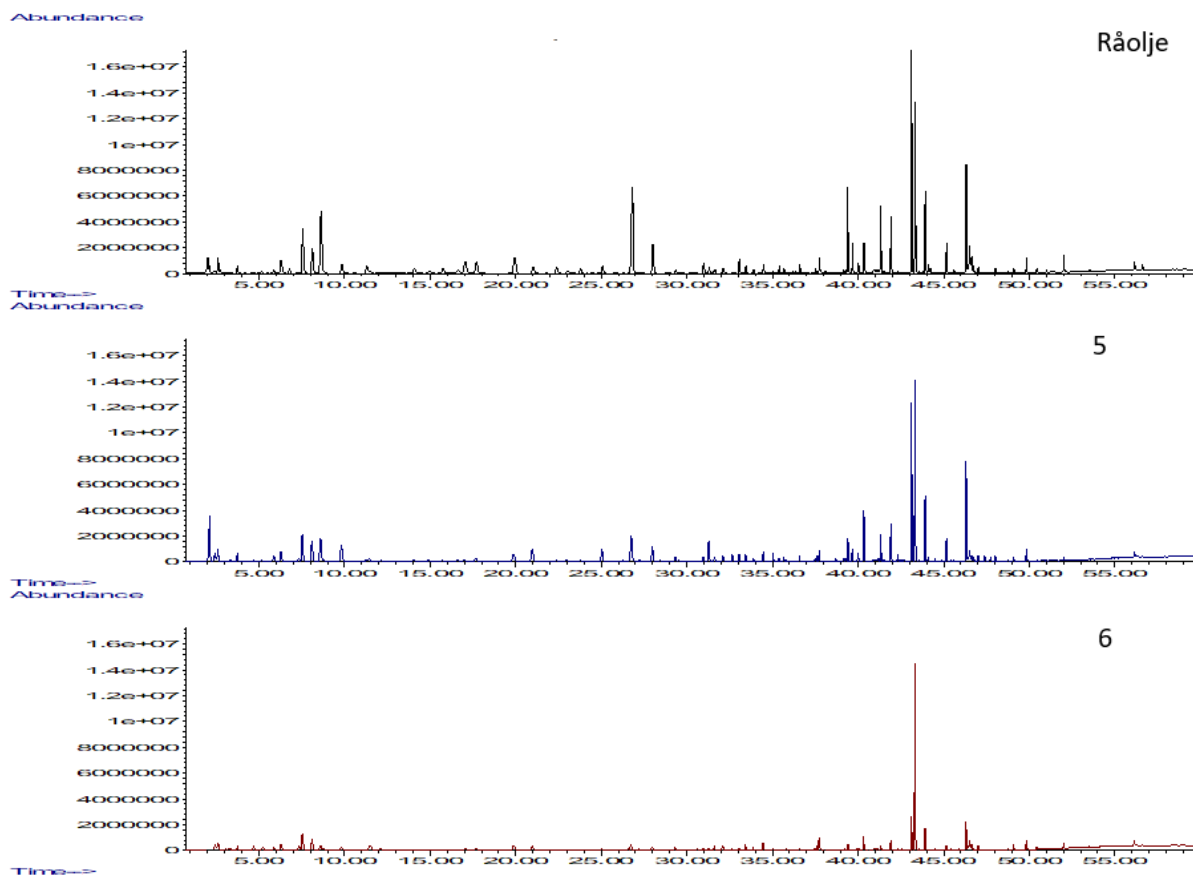
Figur 9 Responflatemodell for PV i oljen etter bleking. Responflatemodellen er gitt i **Tabell 4**.



Figur 10 Responsflateplott for AV-nivå i oljen ett bleking. Nivå av tredje variabel i plottene er lik senterpunkt i designet (Tabell 2). Responsflatemodellene er gitt i Tabell 4.

### Flyktige forbindelser

De flyktige forbindelsene var dominert av sekundære lipid oksidasjonsprodukter, som er i samsvar med hva som ble funnet under screeningen (avsnitt 3.1.1) som viste størst andel av flyktige sekundære lipid oksidasjonsprodukter. Tilsvarende som i screeningforsøket er det funnet høye nivå av flyktige sekundære lipid oksidasjonsprodukter i oljer med høyt anisidintall, og lave nivå i oljer med lavt anisidintall. **Figur 11** viser gasskromatogram fra råoljen og oljer fra blekeforsøk nr. 5 og 6 som viste henholdsvis høyest (nr. 5) og lavest (nr. 6) anisidintall (hhv. 11,8 og 2,3; **Tabell 3**). Kromatogrammene visere en betydelig reduksjon i flyktige forbindelser som er en effekt av at de blir adsorbent til blekejorden og fjernet ved filtrering. Mengden flyktige oksidasjonsprodukter viste også en høy signifikant korrelasjon med anisidintall: 2-heksenal ( $r=0,90$ ,  $p<0,0001$ ), 1-penten-3-ol ( $r=0,83$ ,  $p<0,0001$ ) og 2-etylfulan ( $r=0,84$ ,  $p<0,0001$ ).



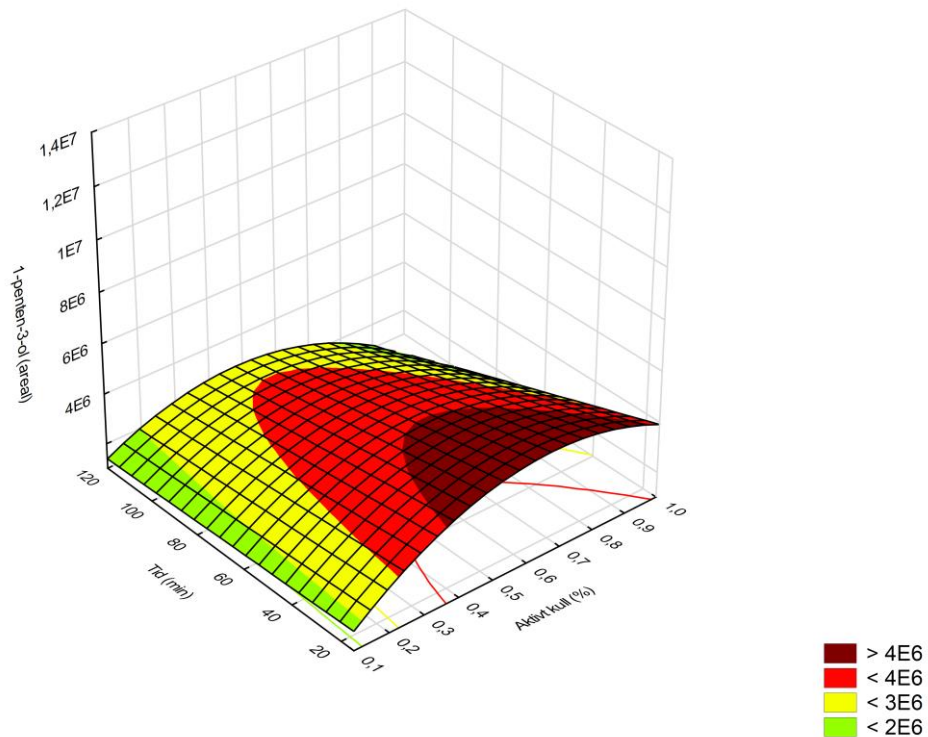
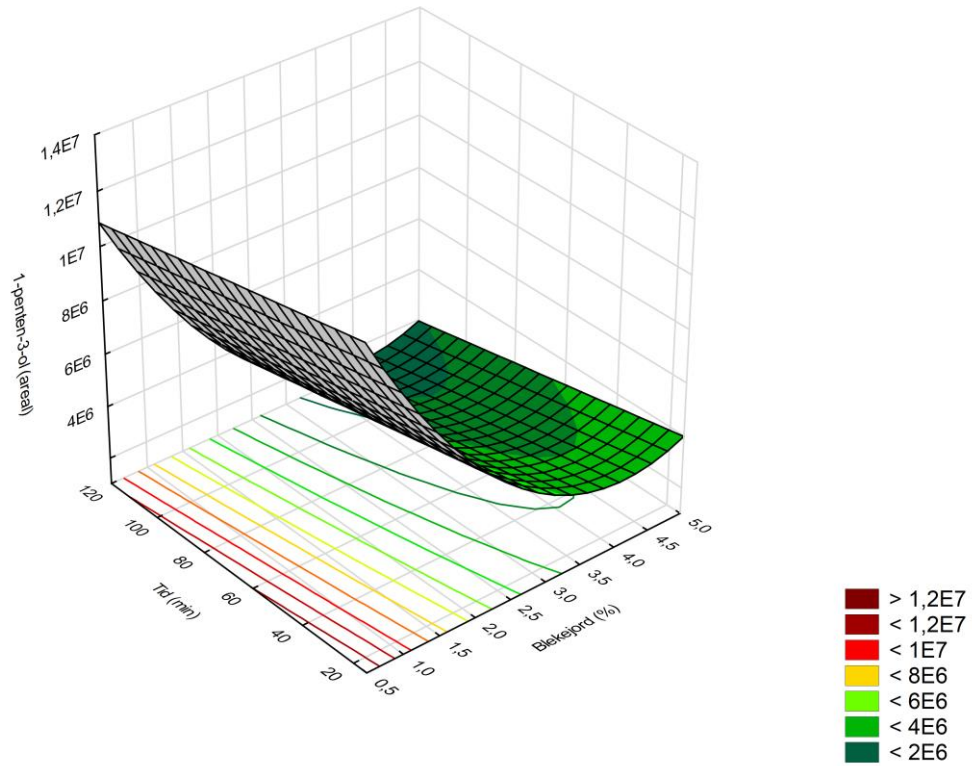
Figur 11 Gasskromatogram av makrell råolje og to blekede oljer fra forsøk 5 og 6.

For reduksjon av 1-penten-3-ol er det funnet en betydelig effekt av økende aktivt kull dosering (Figur 12). Nivået er redusert fra  $1,5 \times 10^7$  i råoljen til  $10^6$  – nivåer etter bleking. Også her er det funnet marginal effekt av økt bleketid. Aktivt kull har gitt en svakt negativ effekt, men marginalt sammenlignet med blekejord. Det er funnet en svak interaksjon mellom aktivt kull og bleketid, men denne er marginal. Det er derfor lite å oppnå ved bruk av lang bleketid på reduksjon av 1-penten-3-ol i oljen.

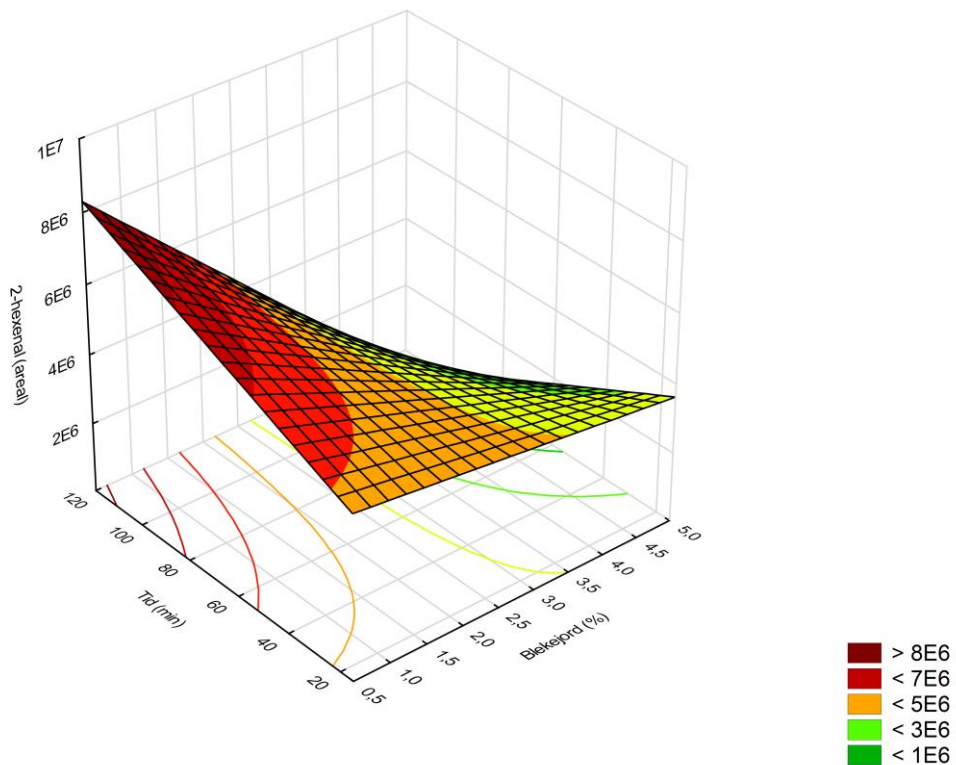
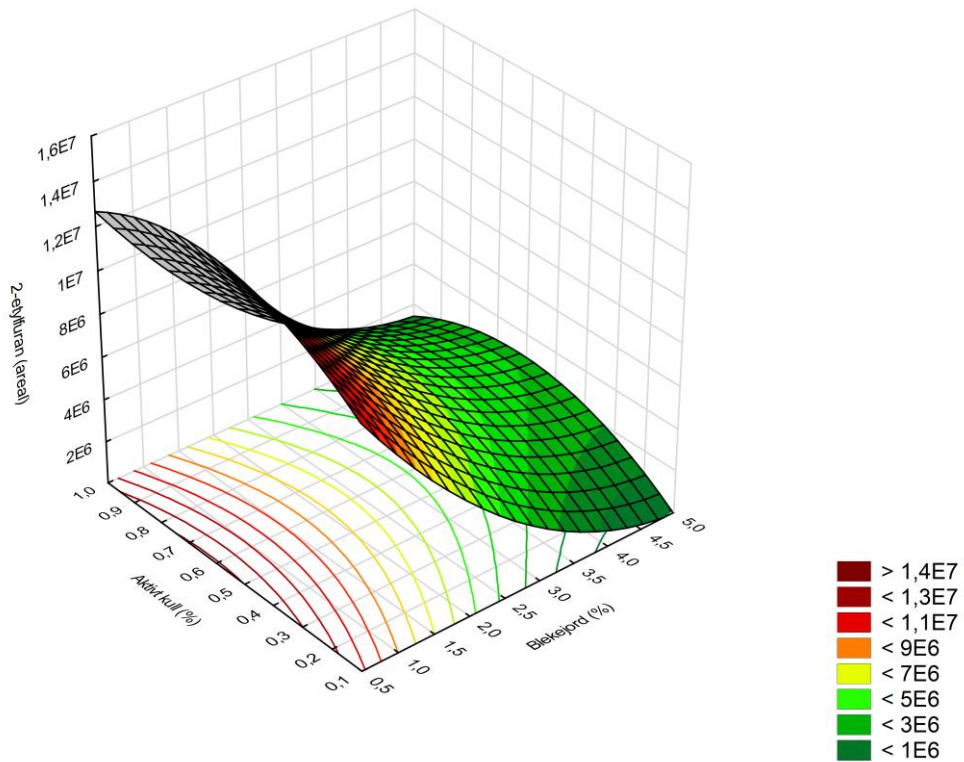
Bleke-trinnet har også hatt effekt på reduksjon av 2-etylfulan og 2-hexenal (Figur 13), men for begge disse flyktige komponentene er det funnet nivå både over og under det som er observert i råoljen.

Økende nivå blekejord har gitt en reduksjon, mens bleketid over 15 minutter er av mindre betydning.





Figur 12 Responsflateplott for 1-penten-3-ol (areal) i oljen etter bleking. Nivå av tredje variabel i plottene er lik senterpunkt i designet (Tabell 2). Responsflatemodellene er gitt i **Tabell 4**.



Figur 13 Responsflateplott for 2-etyluran (øverst) og 2-hexenal (nederst) i oljen etter bleking. Nivå av tredje variabel i plottene er lik senterpunkt i designet (Tabell 2). Responsflatemodellene er gitt i Tabell 4.

## 6.2 Vinterisering

### 6.2.1 Tørrfraksjoneringsforsøk

Fire krystalliseringsstemperaturer ble forsøkt i labskala. Råoljen (ca 27 g) ble gradvis nedkjølt fra 30 °C ( $T_1$ ) til  $T_2$  over 15 timer uten omrøring og holdt ved krystalliseringsstemperaturen ( $T_2$ ) i 4 timer. Etter sentrifugering ble oleinfraksjonen dekantert fra. Som ventet går utbytte av olein nedover i takt med  $T_2$ . I tillegg går separasjonseffektiviteten ned slik at mer olein blir liggende igjen i stearinen (se **Tabell 5** og avsnitt om DSC nedenfor).

Tabell 5 Utbytte ved tørrfraksjonering av makrellolje F17-368.

Startmateriale	$T_1$ (°C)	$T_2$ (°C)	Utbytte olein	Utbytte stearin	Andel flytende fett i oljen ved $T_2$ (DSC)
26,46 g	30	15	25,65 g (97%)	0,68 g (2,6%)	95%
26,88 g	30	10	18,91 g (70%)	7,65 g (28,5%)	85%
26,97 g	30	5	13,55 g (50%)	13,14 g (48,7%)	73%
26,90 g	30	0	10,64 g (40%)	16,18 g (60,1%)	62%

Tørrfraksjonering i 10x skala ga omtrent likt utbytte: 261,1 g råolje var nedkjølt fra 30 °C til 5 °C med sakte omrøring og nitrogendekning over 15 timer (1.67 °C/time) og holdt ved 5 °C i 4 timer. Etter vakuumfiltrering i kjølerom (5 °C) gjennom glass-sinter filtertrakt ble utbytte 117,8 g stearin (45%) og 123,7 g olein (47%). Etter tørrfraksjonering ved 0 °C var det ikke praktisk å filtrere den tykke massen med glass-sinter filtertrakt selv om sentrifugering etterfulgt av dekantering var mulig.

Det var gjort ett forsøk på å vurdere effekten av lengre nedkjølingstid: Tørrfraksjonering var utført fra 30 °C til 5 °C over 75 timer (0.33 °C/time). Vurdert visuelt ga dette større krystaller sammenlignet med bruk av nedkjølingshastighet på 1.67 °C/time. Det ble gjort innledende forsøk på å kvantifisere denne forskjellen med bruk av mikroskopi uten at vi lyktes med dette. Etablering av slik metodikk vil kreve mer tid enn det som har vært til rådighet innenfor dette prosjektet.

### 6.2.2 Flertrinns-tørrfraksjonering

Dersom mye stearin felles ut kan oljen bli vanskelig å filtrere. En løsning er å dele prosessen opp i flere trinn slik at mindre stearin felles ut i hver krystallisering. Dette prinsippet ble testet ut ved å kjøle ned råoljen i tre trinn: 1) fra 30 °C til 10 °C; 2) fra 15 °C til 5 °C; og 3) fra 10 °C til 0 °C, med sakte omrøring og nitrogenatmosfære. Stearinfasen var fjernet ved vakuumfiltrering mellom hvert trinn. Resultatene er gjengitt i **Tabell 6**. Sammenlagt utbytte av olein var 39%, omtrent som ved ett-trinns tørrfraksjonering ved 0 °C (40%). Filtrering var derimot ikke praktisk mulig ved bruk av en ett-trinns fraksjonering ved 0 °C og olein ble her skilt fra ved bruk av sentrifugering.

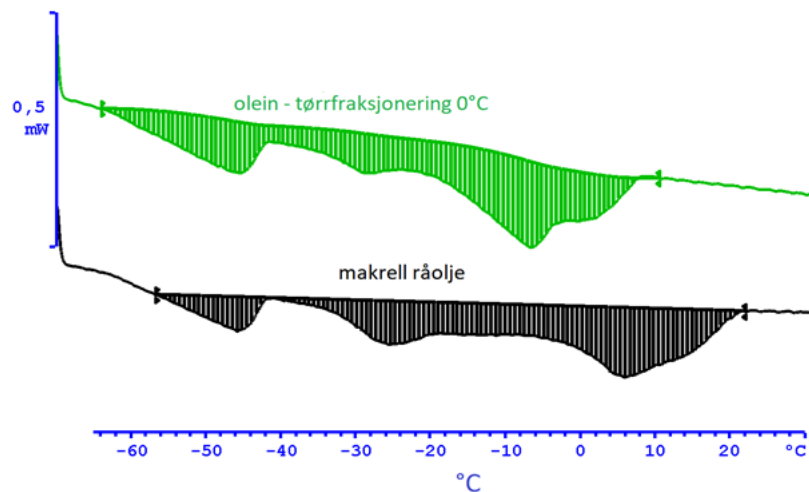
Tabell 6 Utbytte ved bruk av flertrinns tørrfraksjonering.

Trinn	$T_1$ (°C)	$T_2$ (°C)	Utbytte olein	Akkumulert utbytte olein	Utbytte stearin
1	30	10	231 g (66%)	66 %	102 g (29%)
2	15	5	182 g (79%)	52 %	28 g (12%)
3	10	0	137 g (75%)	39 %	27 g (15%)

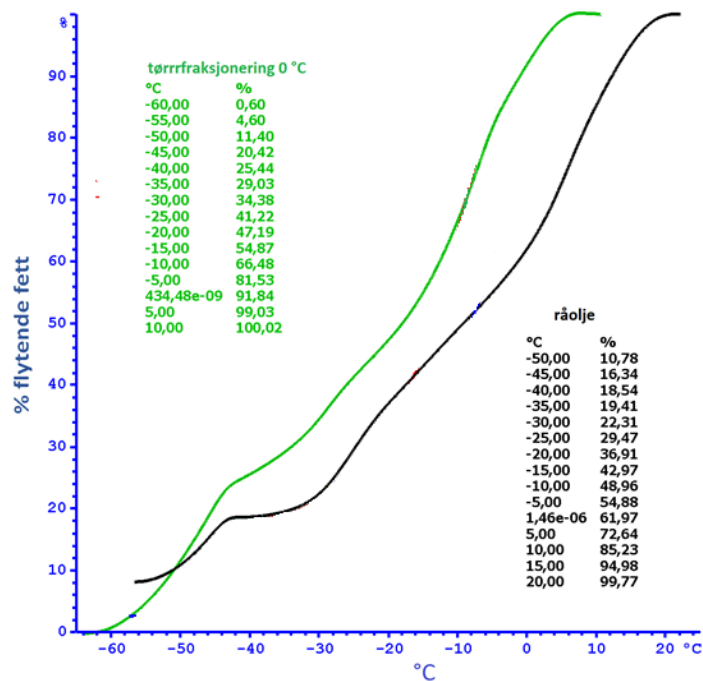
### 6.2.3 Differensial skannekalorimetri (DSC)

I DSC analysene ble prøvene (ca 7 mg) kjølt ned fra 40 °C til -70 °C (1 °C/min), holdt ved -70 °C i 5 minutter, og så varmet fra -70 °C til 40 °C (1 °C/min). Kurvene i **Figur 14** viser bare smeltekurvene (den siste gradienten fra -70 °C til 40 °C). Arealet under (egentlig over, siden endotermiske kurver per konvensjon er tegnet med toppene pekende nedover) kurvene tilsvarende integralene i **Figur 15** er farget inn.

Integrering av smeltekurvene ble brukt til å estimere fastfettandelen i råoljen og fraksjoneringsproduktene (se **Figur 14**). Det viser at råoljen inneholder 100% flytende fett ved 20 °C (i samsvar med hva man observerer—at råoljen er flytende og gjennomsiktig ved 20 °C) og 48% fast fett ved 0 °C. Olein fra tørrfraksjonering ved 0 °C har en fastfettandel på 8% ved 0 °C. Dette bekreftes med at noe stearin felles ut når denne oljen blir plassert i isbad. Koldklaring noen grader under null kan derfor være nødvendig for å klare denne testen.



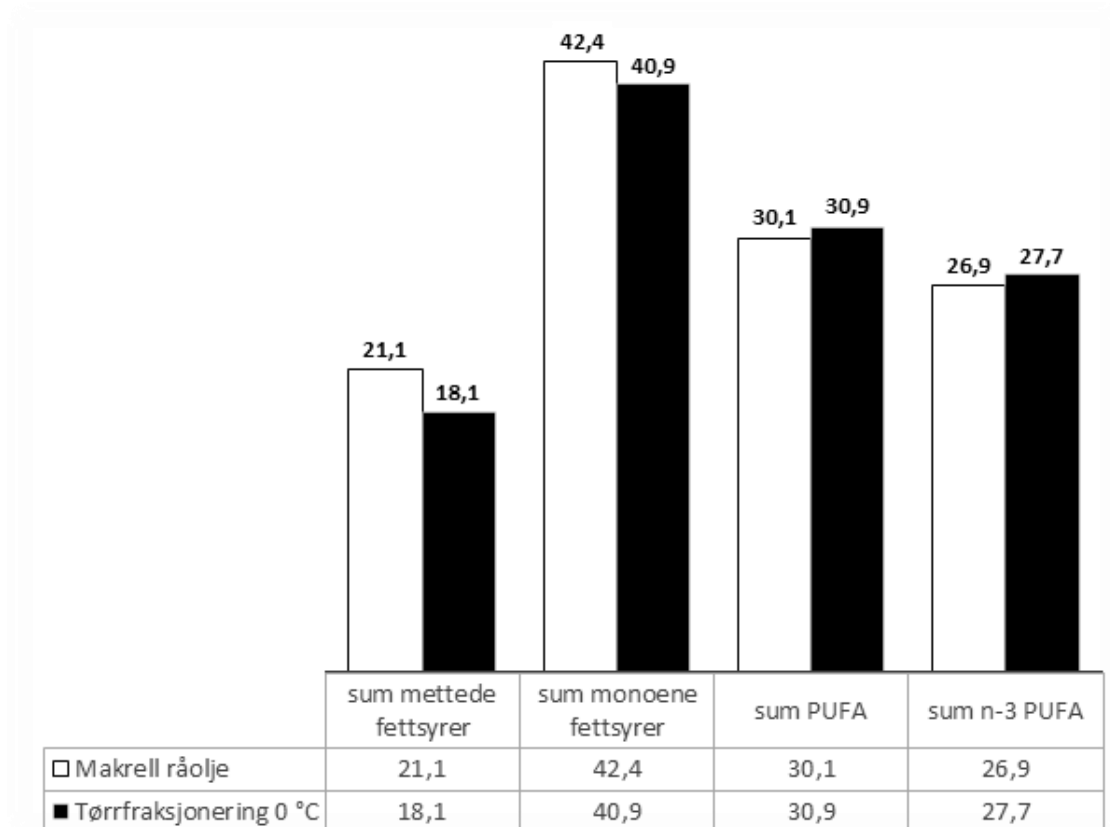
Figur 14 DSC smeltekurver for oleinfraksjonen og råoljen.



Figur 15 Integrering av smeltekurver viser flytende fett andel i oleinfraksjoner og råoljen.

#### 6.2.4 Fettsyrer

Som man ser av **Figur 16** og **Tabell 7**, får man en liten oppkonsentrering av PUFA og en liten reduksjon av mettet fett ved tørrfraksjonering. Resultater fra fettsyreanalysene fra vinteriseringsforsøkene er gjengitt i **Vedlegg 7-11**. Fordi så mye stearin felles ut (eller så mye olein blir igjen i stearinfraksjonen) ved tørrfraksjonering ved 0 °C, får man et utbytte av olein på 40% og et utbytte av PUFA på 31%. Det vil si at mer en halvparten av PUFA ender opp i stearinfraksjonen.



Figur 16 Fettsyrefordeling (vektprosent) i makrell råoljen og vinteriserte oljer

Tabell 7 Fettsyrefordeling i makrell råolje og fraksjoneringsprodukter.

Fettsyrer	Makrellråolje	Tørrfraksjonering olein 0 °C	Tørrfraksjonering stearin 0 °C
Mettede	21,1	18,1	22,9
Monoene	42,4	40,9	42,0
Flerumettede	30,1	30,9	26,7
n-3 flerumettede	26,9	27,7	23,8
EPA + DHA	18,2	18,8	16,1
Utbytte (%)	100,0	39,6	60,1

## 7 Konklusjon

### 7.1 Bleking

Syv ulike kommersielle blekemidler fra tre leverandører er blitt testet ut på råolje fra makrell restråstoff med en dosering på 2 % blekejord, ved 70 °C i 30 min under vakuüm. Tonsil Supreme 114F gav best blekeeffekt på den testede makrell råoljen, med 79 % fargereduksjon, mens Perform 6000 gav minst effekt med 28 % fargereduksjon.

Analyse av primære og sekundære oksidasjonsprodukter (PV, AV og flyktige sekundære oksidasjonsprodukter) ble målt i råoljen og bleket olje. Resultatene viste at TONSIL blekejord ga lavest PV, mens CelaClear ga lavest AV og flyktige sekundære oksidasjonsprodukter.

Ut fra en samlet vurdering av effekten av bleking og oksidasjon, ble TONSIL 114F valgt ut for videre testing basert på et 3-faktorielt design med variablene mengde blekjord, aktivt kull og bleketid. Resultatene viste at blekeeffekten økte med mengden blekjord, men flatet ut ved nivåer over 3,5-4%. Tilsetning av aktivt kull ga en uavhengig effekt uten interaksjon med blekejord, men effekten var mye lavere relativt til mengde adsorbent. Det ble påvist marginal effekt av en økning i bleketid utover det laveste nivået som er anvendt i optimaliseringsforsøket (15 min).

### 7.2 Vinterisering

Forskjellige temperaturer under vinterisering (koldklaring) ved bruk av tørrfraksjonering er undersøkt. Tørrfraksjonering ved 0 °C ga et utbytte av olein på 40% og det ble ikke produsert en olje som passerte AOCS Cold test. Men tørrfraksjonering ved 4 °C ga en olje som holdt seg flytende og klar ved 4 °C (kjøleskap temperatur). Utbyttet av PUFA i oleinfraksjonen var 41%.

Vinteriseringsforsøkene er utført på råolje fra makrell restråstoff. Det kan muligens forventes en bedre dannelse av store krystaller og enklere filtrering ved bruk av en avsyret og bleket olje. Dette gjøres normalt i industriell skala og må verifiseres gjennom nye forsøk. Det har ikke vært rom innenfor rammen av dette prosjektet å gjennomføre en optimalisering av betingelsene for vinterisering. Dette vil omfatte ytterligere testing av ulike nedkjølingshastigheter. Filtreringshastighet bør også undersøkes basert på den teknikk som anvendes industrielt, dvs. filterpresse.

## 8 Referanser

1. V. T. Crexi, M. L. Monte, L. A. d. S. Soares, L. A. A. Pinto, Production and refinement of oil from carp (*Cyprinus carpio*) viscera. *Food Chemistry* 119, 945-950 (2010).
2. Cold Test For Fats And Oils. *American Oil Chemists Society Official Method Cc 11-53*, (2017).
3. "Metler Toledo Thermal Analysis UserCom 11," *Thermal Analysis User Com* (11, 2000).
4. I. Tolstorebrov, T. M. Eikevik, M. Bantle, A DSC study of phase transition in muscle and oil of the main commercial fish species from the North-Atlantic. *Food Res Int* 55, 303-310 (2014).
5. A. L. Márquez, M. P. Pérez, J. R. Wagner, Solid Fat Content Estimation by Differential Scanning Calorimetry: Prior Treatment and Proposed Correction. *Journal of the American Oil Chemists' Society* 90, 467-473 (2013).



## 9 Vedlegg

### Vedlegg 1

### Råolje kvalitetsparametre

Epax Norway AS  
Postboks 2047

6028 Ålesund

Att: Beate Stokkereit



Nofima BioLab  
Kjerreidviken 16  
NO-5141 Fyllingsdalen  
Tlf +47 55 50 12 00  
www.nofima.no



Org. nr. NO 989 278 835 VAT

Fyllingsdalen, 06.02.2018

Ref.: 2018/0608/2

#### ANALYSEBEVIS

Mottaksdato: 31.01.2018  
Analyse av: Prøve merket Makrellolje, A18-041  
Ref:

Analysert: 05.02.2018 - 06.02.2018

#### Analyseresultater

Prøvenummer BioLab Kundens merking		2018-00608-01 A18-041		
A07 Frie fettsyrer	%	0,5		
A13 Vann (Karl Fischer)	%	0,11		
A11 Smuss	%	0,02		
A09 Anisidintall		3,4		
A10 Peroksidantall	meq peroksid/kg olje	3,3		

Jarle Wang-Andersen  
Leder BioLab

Resultatene gjelder kun de analyserte prøver. De kan ikke gjengis i utdrag uten vårt samtykke.

Vennligst kontakt oss hvis opplysninger om analyseusikkerhet ønskes tilsendt.

Metodereferanser for akkrediterte analyser: <http://nofima.no/forskningsanlegg/biolab>

## Vedlegg 2

### Fettsyresammensetning makrell råolje

Epax Norway AS  
Postboks 2047

6028 Ålesund

Att: Beate Stokkereit



Nofima BioLab  
Kjerreidviken 16  
NO-6141 Fyllingsdalen  
Tlf +47 55 50 12 00  
www.nofima.no

Org. nr. NO 989 278 835 VAT

Fyllingsdalen, 05.02.2018

Ref.: 2018/0608/0

#### ANALYSEBEVIS

Mottaksdato: 31.01.2018  
Analyse av: Prøve merket Makrellolje, A18-041  
Ref:

Analysert: 01.02.2018 - 05.02.2018

#### Analyseresultater

Prøvenummer BioLab		2018-00608-01		
Kundens merking		A18-041		
A68 14:0	g/100g	6,7		
A68 16:0	g/100g	12,3		
A68 18:0	g/100g	1,8		
A68 20:0	g/100g	0,2		
A68 22:0	g/100g	0,1		
A68 16:1 n-7	g/100g	3,7		
A68 18:1 (n-9)+(n-7)+(n-5)	g/100g	12,3		
A68 20:1 (n-9)+(n-7)	g/100g	10,1		
A68 22:1 (n-11)+(n-9)+(n-7)	g/100g	15,3		
A68 24:1 n-9	g/100g	1,0		
A68 16:2 n-4	g/100g	0,4		
A68 16:3 n-4	g/100g	0,1		
A68 18:2 n-6	g/100g	1,6		
A68 18:3 n-6	g/100g	0,2		
A68 20:2 n-6	g/100g	0,3		
A68 20:3 n-6	g/100g	0,1		
A68 20:4 n-6	g/100g	0,4		
A68 22:4 n-6	g/100g	0,1		
A68 18:3 n-3	g/100g	1,3		
A68 18:4 n-3	g/100g	4,3		
A68 20:3 n-3	g/100g	0,2		
A68 20:4 n-3	g/100g	1,1		
A68 20:5 n-3	g/100g	7,4		
A68 21:5 n-3	g/100g	0,5		
A68 22:5 n-3	g/100g	1,3		
A68 22:6 n-3	g/100g	10,8		

Jarle Wang-Andersen  
Leder BioLab

Resultatene gjelder kun de analyserte prøver. De kan ikke gjengis i utdrag uten vårt samtykke.  
Vennligst kontakt oss hvis opplysninger om analyseusikkerhet ønskes tilsendt.  
Metodereferanser for akkrediterte analyser: <http://nofima.no/forskningsanlegg/biolab>

## Vedlegg 3

### Fettsyresammensetning makrell råolje

Epax Norway AS  
Postboks 2047

6028 Ålesund

Att: Beate Stokkereit



Nofima BioLab  
Kjereldviken 18  
NO-5141 Fyllingsdalen  
Tlf +47 55 50 12 00  
www.nofima.no

Org. nr. NO 989 278 835 VAT

Fyllingsdalen, 05.02.2018

Ref.: 2018/0608/1

#### ANALYSEBEVIS

Mottaksdato: 31.01.2018  
Analyse av: Prøve merket Makrellolje, A18-041  
Ref:

Analysert: 01.02.2018 - 05.02.2018

#### Analyseresultater

Prøvenummer BioLab Kundens merking		2018-00608-01 A18-041		
A68 Sum mettede fettsyrer	g/100g	21,1		
A68 Sum monoene fettsyrer	g/100g	42,4		
A68 Sum PUFA (n-6) fettsyrer	g/100g	2,7		
A68 Sum PUFA (n-3) fettsyrer	g/100g	26,9		
A68 Sum PUFA fettsyrer totalt	g/100g	30,1		
A68 Sum identifiserte fettsyrer	g/100g	93,6		

Fettsyresultatene er beregnet som fettsyremetylestere.

Jarle Wang Andersen  
Leder BioLab

Resultatene gjelder kun de analyserte prøver. De kan ikke gjengis i utdrag uten vårt samtykke.  
Vennligst kontakt oss hvis opplysninger om analyseusikkerhet ønskes tilsendt.  
Metodereferanser for akkrediterte analyser: <http://nofima.no/forskningsanlegg/biolab>

## Vedlegg 4

### PV og AV i bleket makrell råolje (screening)



Nofima BioLab  
Kjerreidviken 16  
NO-5141 Fyllingsdalen  
Tlf +47 55 50 12 00  
www.nofima.no

Prosjekt 12191

Org. nr. NO 989 278 835 VAT

Att: John-Erik Haugen

Fyllingsdalen, 06.12.2018

#### **ANALYSEBEVIS**

Ref.: 2018/7903/0

Mottaksdato: 30.11.2018  
Analyse av: Prøver merket makrellolje  
Ref:

Analysert: 03.12.2018 - 06.12.2018

#### **Analyseresultater**

Journalnr.:	Prøvemerkning:	A09 Anisid.t	Peroks.t mEkv/Kg
2018-07903-01	1A	6,9	1,3
2018-07903-02	1B	7,1	1,0
2018-07903-03	2A	7,3	1,1
2018-07903-04	2B	7,2	1,2
2018-07903-05	3A	5,4	1,5
2018-07903-06	3B	5,6	1,3
2018-07903-07	4A	4,9	1,5
2018-07903-08	4B	5,6	1,9
2018-07903-09	6A	8,5	1,4
2018-07903-10	6B	8,5	1,1
2018-07903-11	7A	9,2	3,6
2018-07903-12	7B	9,5	3,3
2018-07903-13	8A	9,5	1,8
2018-07903-14	8B	9,7	1,7

  
Jarle Wang Andersen  
Leder BioLab

## Vedlegg 5

### PV og AV i 2 blekete og 3 råoljer.

Prosjekt 12191



Nofima BioLab  
Kjerreidviken 16  
NO-5141 Fyllingsdalen  
Tlf +47 55 50 12 00  
www.nofima.no

Org. nr. NO 989 278 835 VAT

Att: John-Erik Haugen

Fyllingsdalen, 02.01.2019

Ref.: 2018/8223/0

### ANALYSEBEVIS

Mottaksdato: 18.12.2018  
Analyse av: Prøver merket makrellolje  
Ref:

Analysert: 02.01.2019

### Analyseresultater

Journalnr.:	Prøvemerkning:	A09 Anisid.t	A10 Peroxs.t mEkv/Kg
2018-08223-01	3A 27.11.18	5,5	<2,0
2018-08223-02	7A 20.11.18	9,2	5,7
2018-08223-03	Crude 12.11.18	7,5	11
2018-08223-04	Crude 26.11.18	6,9	4,1
2018-08223-05	Crude 29.11.18	7,0	3,9

  
Anne Mari Tveit  
Oppdragskoordinator

## Vedlegg 6

### PV og AV i bleket makrell råolje og råolje (3-faktor forsøk)



Nofima BioLab  
Kjerreidviken 16  
NO-5141 Fyllingsdalen  
Tlf +47 55 50 12 00  
www.nofima.no

Prosjekt 12191

Org. nr. NO 989 278 835 VAT

Att: John-Erik Haugen

Fyllingsdalen, 15.02.2019

Ref.: 2019/0857/0

#### ANALYSEBEVIS

Mottaksdato: 12.02.2019  
Analyse av: 20 prøver merket makrellolje  
Ref:

Analysert: 13.02.2019 - 15.02.2019

#### Analyseresultater

Journalnr.:	Prøvemerkning:	A09 Ansid.t	A10 Peroks.t mEkv/Kg
2019-00857-01	1	8,7	2,2
2019-00857-02	2	3,8	<2,0
2019-00857-03	3	9,5	3,1
2019-00857-04	4	3,7	<2,0
2019-00857-05	5	11,8	<2,0
2019-00857-06	6	2,3	<2,0
2019-00857-07	7	6,7	<2,0
2019-00857-08	8	3,5	<2,0
2019-00857-09	9	8,7	2,6
2019-00857-10	10	3,0	<2,0
2019-00857-11	11	6,9	<2,0
2019-00857-12	12	3,7	<2,0
2019-00857-13	13	7,9	<2,0
2019-00857-14	14	4,4	<2,0
2019-00857-15	15	5,5	2,6
2019-00857-16	16	7,0	<2,0
2019-00857-17	17	4,1	<2,0
2019-00857-18	18	5,9	<2,0
2019-00857-19	19	5,4	2,0
2019-00857-20	C1	7,3	4,7

  
Anne Mari Tveit  
Oppdragskoordinator

## Vedlegg 7

### Råoljekvalitetsparametre

Epax Norway AS  
Postboks 2047

6028 Ålesund

Att: Beate Stokkerei



Nofima BioLab  
Kjensidviken 16  
NO-5141 Fyllingsdalen  
Tlf +47 55 50 12 00  
www.nofima.no

Org. nr. NO 989 278 835 VAT

Fyllingsdalen, 05.02.2018

Ref.: 2018/0608/1

### ANALYSEBEVIS

Mottaksdato: 31.01.2018  
Analyse av: Prøve merket Makrellolje, A18-041  
Ref:

Analysert: 01.02.2018 - 05.02.2018

#### Analyseresultater

Prøvenummer BioLab Kundens merking		2018-00608-01 A18-041		
A68 Sum mettede fettsyrer	g/100g	21,1		
A68 Sum monoene fettsyrer	g/100g	42,4		
A68 Sum PUFA (n-6) fettsyrer	g/100g	2,7		
A68 Sum PUFA (n-3) fettsyrer	g/100g	26,9		
A68 Sum PUFA fettsyrer totalt	g/100g	30,1		
A68 Sum identifiserte fettsyrer	g/100g	93,6		

Fettsyreresultatene er beregnet som fettsyremetylestere.

Jarle Wang-Andersen  
Leder BioLab

Resultatene gjelder kun de analyserte prøver. De kan ikke gjengis i utdrag uten vårt samtykke.  
Vennligst kontakt oss hvis opplysninger om analyseusikkerhet ønskes tilsendt.  
Metodereferanser for akkrediterte analyser: <http://nofima.no/forskningsanlegg/biolab>

## Vedlegg 8

### Fettsyreanalyse av oleinfraksjon fra tørrfraksjonering ved 0 °C



Nofima BioLab  
Kjerreidviken 16  
NO-5141 Fyllingsdalen  
Tlf +47 55 50 12 00  
www.nofima.no

Org. nr. NO 989 278 835 VAT

Prosjekt 12191

Fyllingsdalen, 06.12.2018

Att: Lars

Ref.: 2018/7906/0

#### ANALYSEBEVIS

Mottaksdato: 03.12.2018

Analysert: 04.12.2018 - 06.12.2018

Analyse av: Prøve merket makrellolje LATH-1-11 olein (0 grader C)

Ref:

#### Analyseresultater

Prøvenummer BioLab Kundens merking		2018-07906-01 11-olein0gr.C		
A68 14:0	g/100g	5,7		
A68 16:0	g/100g	10,6		
A68 18:0	g/100g	1,7		
A68 20:0	g/100g	0,1		
A68 22:0	g/100g	<0,1		
A68 16:1 n-7	g/100g	3,8		
A68 18:1 (n-9)+(n-7)+(n-5)	g/100g	12,4		
A68 20:1 (n-9)+(n-7)	g/100g	9,5		
A68 22:1 (n-11)+(n-9)+(n-7)	g/100g	14,4		
A68 24:1 n-9	g/100g	0,8		
A68 16:2 n-4	g/100g	0,4		
A68 16:3 n-4	g/100g	0,1		
A68 18:2 n-6	g/100g	1,6		
A68 18:3 n-6	g/100g	0,2		
A68 20:2 n-6	g/100g	0,3		
A68 20:3 n-6	g/100g	0,1		
A68 20:4 n-6	g/100g	0,4		
A68 22:4 n-6	g/100g	0,1		
A68 18:3 n-3	g/100g	1,3		
A68 18:4 n-3	g/100g	4,4		
A68 20:3 n-3	g/100g	0,2		
A68 20:4 n-3	g/100g	1,1		
A68 20:5 n-3 (EPA)	g/100g	7,6		
A68 21:5 n-3	g/100g	0,5		
A68 22:5 n-3	g/100g	1,4		
A68 22:6 n-3 (DHA)	g/100g	11,2		

Jarle Weng-Andersen  
Leder BioLab

Resultatene gjelder kun de analyserte prøver. De kan ikke gjengis i utdrag uten vårt samtykke.

Vennligst kontakt oss hvis opplysninger om analyseusikkerhet ønskes tilsendt.

Metodereferanser for akkrediterte analyser: <http://nofima.no/forskningsanlegg/biolab>



## Vedlegg 9

### Fettsyreanalyse av oleinfraksjon fra tørrfraksjonering ved 0 °C

Prosjekt 12191



Nofima BioLab  
Kjerreidviken 16  
NO-5141 Fyllingsdalen  
Tlf +47 55 50 12 00  
www.nofima.no

Org. nr. NO 989 278 835 VAT

Att: Lars

Fyllingsdalen, 06.12.2018

Ref.: 2018/7906/1

#### ANALYSEBEVIS

Mottaksdato: 03.12.2018

Analysert: 04.12.2018 - 06.12.2018

Analyse av: Prøve merket makrellolje LATH-1-11 olein (0 grader C)

Ref:

#### Analyseresultater

Prøvenummer BioLab Kundens merking		2018-07906-01 11-olein0gr.C		
A68 Sum mettede fettsyrer	g/100g	18,1		
A68 Sum monoene fettsyrer	g/100g	40,9		
A68 Sum PUFA (n-6) fettsyrer	g/100g	2,7		
A68 Sum PUFA (n-3) fettsyrer	g/100g	27,7		
A68 Sum PUFA fettsyrer totalt	g/100g	30,9		
A68 omega-6/omega-3 forhold		0,10		
A68 Sum EPA + DHA	g/100g	18,8		
A68 Sum identifiserte fettsyrer	g/100g	89,9		
* A68 Sum uidentifiserte fettsyrer	g/100g	6,3		

Analysert merket med \* omfattes ikke av akkrediteringen.

Fettsyreresultatene er beregnet som fettsyremetylestere.

Jarle Wang-Andersen  
Leder BioLab

Resultatene gjelder kun de analyserte prøver. De kan ikke gjengis i utdrag uten vårt samtykke.

Vennligst kontakt oss hvis opplysninger om analyseusikkerhet ønskes tilsendt.

Metodereferanser for akkrediterte analyser: <http://nofima.no/forskningsanlegg/biolab>

## Vedlegg 10

### Fettsyreanalyse av stearinfraksjon fra tørrfraksjonering ved 0 °C

Prosjekt 12191



Nofima BioLab  
Kjerreidviken 16  
NO-5141 Fyllingsdalen  
Tlf +47 55 50 12 00  
www.nofima.no

Org. nr. NO 989 278 835 VAT

Att: Lars

Fyllingsdalen, 06.12.2018

Ref.: 2018/7907/0

#### ANALYSEBEVIS

Mottaksdato: 03.12.2018

Analysert: 04.12.2018 - 06.12.2018

Analyse av: Prøve merket makrellolje LATH-1-11 stearin (0 grader C)

Ref:

#### Analyseresultater

Prøvenummer BioLab		2018-07907-01		
Kundens merking		11-stearin0gr		
		.C		
A68 14:0	g/100g	7,2		
A68 16:0	g/100g	13,4		
A68 18:0	g/100g	2,0		
A68 20:0	g/100g	0,2		
A68 22:0	g/100g	0,1		
A68 16:1 n-7	g/100g	3,5		
A68 18:1 (n-9)+(n-7)+(n-5)	g/100g	11,7		
A68 20:1 (n-9)+(n-7)	g/100g	10,1		
A68 22:1 (n-11)+(n-9)+(n-7)	g/100g	15,6		
A68 24:1 n-9	g/100g	1,1		
A68 16:2 n-4	g/100g	0,3		
A68 16:3 n-4	g/100g	0,1		
A68 18:2 n-6	g/100g	1,5		
A68 18:3 n-6	g/100g	0,2		
A68 20:2 n-6	g/100g	0,3		
A68 20:3 n-6	g/100g	0,1		
A68 20:4 n-6	g/100g	0,4		
A68 22:4 n-6	g/100g	<0,1		
A68 18:3 n-3	g/100g	1,2		
A68 18:4 n-3	g/100g	3,8		
A68 20:3 n-3	g/100g	0,1		
A68 20:4 n-3	g/100g	1,0		
A68 20:5 n-3 (EPA)	g/100g	6,6		
A68 21:5 n-3	g/100g	0,4		
A68 22:5 n-3	g/100g	1,2		
A68 22:6 n-3 (DHA)	g/100g	9,5		

Jarle Wang-Andersen  
Leder BioLab

Resultatene gjelder kun de analyserte prøver. De kan ikke gjengis i utdrag uten vårt samtykke.

Vennligst kontakt oss hvis opplysninger om analyseusikkerhet ønskes tilsendt.

Metodereferanser for akkrediterte analyser: <http://nofima.no/forskningsanlegg/biolab>

## Vedlegg 11

### Fettsyreanalyse av stearinfraksjon fra tørrfraksjonering ved 0 °C

Prosjekt 12191



Nofima BioLab  
Kjerreidviken 16  
NO-5141 Fyllingsdalen  
Tlf +47 55 50 12 00  
www.nofima.no

Org. nr. NO 989 278 835 VAT

Fyllingsdalen, 06.12.2018

Att: Lars

Ref.: 2018/7907/1

#### ANALYSEBEVIS

Mottaksdato: 03.12.2018

Analysert: 04.12.2018 - 06.12.2018

Analyse av: Prøve merket makrellolje LATH-1-11 stearin (0 grader C)

Ref:

#### Analyseresultater

Prøvenummer BioLab		2018-07907-01		
Kundens merking		11-stearin0gr		
		.C		
A68 Sum mettede fettsyrer	g/100g	22,9		
A68 Sum monoene fettsyrer	g/100g	42,0		
A68 Sum PUFA (n-6) fettsyrer	g/100g	2,5		
A68 Sum PUFA (n-3) fettsyrer	g/100g	23,8		
A68 Sum PUFA fettsyrer totalt	g/100g	26,7		
A68 omega-6/omega-3 forhold		0,10		
A68 Sum EPA + DHA	g/100g	16,1		
A68 Sum identifiserte fettsyrer	g/100g	91,6		
* A68 Sum uidentifiserte fettsyrer	g/100g	6,5		

Analysert merket med \* omfattes ikke av akkrediteringen.

Fettsyresultatene er beregnet som fettsyremetylestere.

Jarle Wang-Andersen  
Leder BioLab

Resultatene gjelder kun de analyserte prøver. De kan ikke gjengis i utdrag uten vårt samtykke.

Vennligst kontakt oss hvis opplysninger om analyseusikkerhet ønskes tilsendt.

Metodereferanser for akkrediterte analyser: <http://nofima.no/forskningsanlegg/biolab>

