



## ÅRSRAPPORT 2003

# OVERVÅKNINGSPROGRAM FOR FÔRVARER TIL FISK OG ANDRE AKVATISKE DYR

**Kåre Julshamn, Anne-Katrine Lundebye  
Haldorsen, Marc H.G. Berntssen, Gro-Ingunn  
Hemre, Robin Ørnsrud, Rune Waagbø, Bjørn  
Tore Lunestad og Amund Måge**

**NIFES, Pb. 176 Sentrum, 5804 Bergen  
E-mail: [kju@nifes.no](mailto:kju@nifes.no)**

**NIFES, september 2004**

N I F E S

NASJONALT INSTITUTT  
FOR ERNÆRINGS- OG  
SJØMATFORSKNING

## FORORD

Den 7. november 2002 trådte en ny forskrift om fôrvarer i kraft i Norge. Denne er nå samkjørt med EU sin fôrlovgivning. Forskriften er fastsatt av Landbruksdepartementet og Fiskeridepartementet i fellesskap, og gjelder også fôrvarer til fisk. Inntil denne forskriften trådte i kraft, ble forskrift fastsatt av Fiskeridepartementet 18.mars 1999 håndhevet. Overvåkningsprogrammet "Fôrvarer til fisk og andre akvatiske dyr" inngår i Fiskeridirektoratets tilsyn med tilknyttede virksomheter i følge forskriften, og inkluderer stikkprøvekontroll med inspeksjon, uttak av prøver og analyse av prøvene, med spesielt fokus på trygghet og redelighet. Programmet har pågått siden 1996 og har tidligere vært konsentrert om fiskefôr (fullfôr). For 2003 ble også fôringredienser inkludert. Dette betyr at flere typer prøver ble prøvetatt og analysert, selv om det totale antall prøver blir som tidligere år, nemlig en prøve pr. 1000 tonn produsert fiskefôr.

Prøvetakingen ble utført i henhold til oppsatt prøvetakingsplan. Fiskeridirektoratets årlige tilsynsprogram anga fordeling av antall prøver og prøvetyper for de forskjellige virksomhetene. Fiskeridirektoratets regiondirektører var ansvarlig for tilsyn med virksomheter som faller inn under "Forskrift om fôrvarer til fisk" i sine regioner og således gjennomføring av ovennevnte prøvetakingsplan for fôrvarer til fisk og andre akvatiske dyr. Fiskeridirektoratets distriktslaboratorier i Svolvær, Tromsø og Ålesund har analysert mikrobiologiske analyser, samt protein og vanninnhold i prøver fra de fôrfabrikkene som sogner til laboratoriet. I tillegg har Fiskeridirektoratets laboratorium i Tromsø analysert fargestoffer i fôrene som ble tatt ut i Nord-Norge.

Teknisk ansvarlig for programmet ved Nasjonalt institutt for ernærings- og sjømatforskning (NIFES) har vært Nina Wollertsen. Trine Simonsen og Anne Karin Syversen var ansvarlig for prøveregistrering, prøvesplitting og prøveflyt til de forskjellige laboratorier, samt ansvarlig for bestemmelse av fargestoffer og antioksidanter. Ann-Cathrine Bårdsgjære, Tone Galluzzi, May Britt Iversen og Elise Midthun var ansvarlig for de mikrobiologiske analysene. Annette Bjordal, Dagmar Nordgård, Kjersti Kolås og Karstein Heggstad for analyser knyttet til pesticider, dioksin og dioksinlignende PCB, Laila Sedal for metallbestemmelsene, og Idun Kallestad, Kjersti Ask og Else Leirnes for bestemmelsene av vitaminer, fett, fettsyrer, protein og aske. Statens strålevern (Oslo) har ansvaret for bestemmelsene av technetium, Veterinærinstituttet i Oslo har utført GMO bestemmelsene og LabNett i Stjørdal har testet tilstedeværelse av kjøttbein- og blodmel i fiskefôrene.

## INNHOLD

<i>OVERVÅKNINGSPROGRAM FOR FÔRVARER TIL FISK OG ANDRE AKVATISKE DYR</i> .....	1
<b>FORORD</b> .....	<b>2</b>
<b>INNHOLD</b> .....	<b>3</b>
<b>INNLEDNING</b> .....	<b>4</b>
<b>EKSPERIMENTELT</b> .....	<b>6</b>
PRØVETAKINGSPLAN.....	6
ANALYSEPARAMETRE .....	7
ANALYSEMETODER.....	8
<i>Prøvepreparering og analyser av mikroorganismer i fôr</i> .....	9
<i>Analysemetoder-kjemi</i> .....	11
<b>RESULTATER MED KOMMENTARER</b> .....	<b>16</b>
FORBUDTE FÔRMIDLER .....	16
<i>Fôr og fôrmidler med gener som koder for antibiotikaresistens (ARG-GMO)</i> .....	16
<i>Prosessert animalsk protein (Kjøttbeinmel og blodmel)</i> .....	16
UØNSKEDE STOFFER.....	17
<i>Mikrobiologiske parametre</i> .....	17
<i>Organiske fremmedstoffer</i> .....	19
<i>Uorganiske fremmedstoffer</i> .....	23
<i>Radioaktive stoffer</i> .....	26
TILSETNINGSTOFFER .....	26
<i>Fargestoffer</i> .....	26
<i>Antioksidanter</i> .....	26
ESSENSIELLE STOFFER MED ØVRE GRENSEVERDIER .....	27
STOFFER SOM AV ULIKE ÅRSAKER KAN FÅ FREMTIDIG FOKUS OG HVOR MAN TRENGER BAKGRUNNSDATA.....	31
REDELIGHET- KONTROLL AV DEKLARERTE NÆRINGSSTOFFER .....	33
<i>Hovednæringsstoffer</i> .....	33
<i>Tilsetningsstoffer</i> .....	34
<i>Genmodifiserte fôrvarer</i> .....	34
<b>ANBEFALTE SATSNINGER</b> .....	<b>37</b>

## INNLEDNING

Den 7. november 2002 trådte en ny forskrift om fôrvarer i kraft (Fôrvareforskriften). Forskriften er fastsatt av Landbruksdepartementet og Fiskeridepartementet i fellesskap, og gjelder derfor også fôrvarer til fisk. Fôrvareforskriften bygger i stor grad på EU-rettsakter (forordninger, direktiver, beslutninger/vedtak og anbefalinger) som Norge gjennom EØS-avtalen har forpliktet seg til å følge. Forskriften er et viktig dokument som alle aktører i oppdrettsnæringen må forholde seg til da den beskriver krav til fôrvarer til fisk, krav som stilles til import av slike varer og hvordan omsetningen skal skje. Forskriften gir også retningslinjer om hvordan myndighetene skal kontrollere at regelverket blir fulgt, både med hensyn til prøvetaking og analyser. I tillegg til Fôrvareforskriften, er det også annet regelverk som regulerer fôrvareområdet. Dette regelverket har som formål å hindre overføring av smittsomme sykdommer og innbefatter regelverk knyttet til f. eks. import av fôrvarer av animalsk opprinnelse, avfallshåndtering og bruk av biprodukter i fôr.

På fôrområdet skal det offentlige regelverk sikre mattrygghet, høy kvalitet på produktene og at det skjer en redelig handel. Ansvaret for at regelverket blir etterfulgt ligger imidlertid hos virksomhetene. I 2003 var Fiskeridirektoratet tilsynsmyndighet vedrørende fôrvarer til fisk og akvatiske dyr, mens myndigheten ble overført det nye Mattilsynet frå 01.01.2004. Tilsynsmyndigheten har som oppgave å sikre at virksomhetene tar sitt ansvar på alvor og følger det offentlige regelverket. Dette fremgår av ovennevnte forskrift.

Tilsynsmyndigheten driver tilsyn med fiskefôrvirksomhetene etter en tredelt modell:

- Godkjenning og registrering av virksomheten og virksomhetens egenkontrollsystem
- Revisjon av virksomhetens egenkontrollsystem
- Stikkprøvekontroll med inspeksjon og uttak av prøver til analyse

Overvåkningsprogrammet "Fôrvarer til fisk og andre akvatiske dyr" faller inn under det 3. punktet i denne modellen. Dette programmet har pågått siden 1996 og har tidligere vært konsentrert om ferdige fiskefôrblandinger (fullfôr). For 2003 ble også fôrmidler (råvarer/ingredienser) inkludert. Dette betyr at flere typer prøver ble prøvetatt og analysert mens det totale antallet prøver var tilsvarende som tidligere år, nemlig en prøve pr. 1000 tonn produsert fiskefôrblending.

I dette året ble det fokusert på analyser av stoffer som er knyttet til mattrygghet og det ble således satt inn mindre ressurser på å sikre redelighet. Dette betyr at uønskede stoffer, forbudte fôrmidler, forbudte tilsetningsstoffer og hygiene var prioriterte områder fremfor innhold av for eksempel protein, vann og fett. I tillegg var det fra EU sin side fokusert på dioksiner og TSE (overførbare spongioforme encephalopatier)-problematikk med spesifikke krav til antall analyser for 2003.

I 2003 utførte Fiskeridirektoratets inspektører prøvetakingen hos fôrprodusentene etter en egen prøvetakingsplan. Inspektørene har hatt adgang til bedriftenes fôrvarelager. Det har vært tatt ut prøver av fôrvarer (både fôrblandinger og fôrmidler) vederlagsfritt. I forbindelse med importkontroll er ett fullfôr fra EØS, samt fiskemel fra tredjeland kontrollert, men disse resultatene er ikke inkludert i denne rapporten.

Ikke alle analyseresultatene er gitt i denne rapporten, men rapporten summerer opp de viktigste resultatene som er funnet.

## EKSPERIMENTELT

### Prøvetakingsplan

NIFES og Fiskeridirektoratets laboratorier mottok til sammen 676 prøver for kontroll av fullfôr og fôringredienser i 2003. Antall prøver som ble tatt ut baserte seg på produksjonsstatistikk fra fôrprodusentene i 2002. Dette er noe lavere enn det antallet som ble tatt ut i 2002. Dette tallet er nok ikke samsvarende med antall prøver som ble tatt ut, men skyldes at det ikke har vært god oversikt over alle innkomne og analyserte prøver. Følgende fôringredienser ble tatt ut: ensilasje, fiskemel, fiskeolje, vegetabilsk olje, mais, hvete, soya og mineralmix.

Det ble tatt ut fôrprøver fra 9 fabrikker som eies av fire fôrfirma. Antall fôrprøver og fôringredienser som ble tatt ut er vist i Tabell 1.

Tabell 1. Oversikt over prøver fra fiskefôrfabrikkene

Fabrikk	Fôr	Ensi- lasje	Fiske- mel	Fiske- Oje	Vegetabilsk olje	Mais	Hvete	Soya	Mineral Mix	Prosess og miljø
Biomar, Karmøy	52		3	1	1	1	2	2		9
Biomar, Myre	55									
Ewos, Bergneset	71		11			1	3	3		13
Ewos, Flørø	123		9			3	4	4		31
Ewos, Halsa	54								1	6
Polarfeed*	6									2
Skretting, Averøy	113	2	11	1	4	5	4	3	1	44
Skretting, Stavanger	31		1							4
Skretting, Stokmarknes	88					1				2
SUM	593	2	35	2	5	11	13	12	4	111

\* Produksjonen opphørte sommeren 2003

**Analyseparametre**

Tabell 2. Analyseparametre, utførende analyselaboratorier og antall analyser som ble utført i 2003

<b>Parameter</b>	<b>Laboratorium</b>	<b>Antall analyser Utført</b>
<b>I. Forbudte fôrmidler</b>		
Kjøttbeinmel	LabNett, Stjørdal	102
Blodmel	LabNett, Stjørdal	102
ARG-GMO	Veterinærinstituttet, Oslo	27
<b>II. Uønskede stoffer</b>		
<b>A. Mikrobiologiske parametre</b>		
<i>Salmonella</i> sp.	NIFES eller regionlaboratoriene	660
<i>Enterobacteriaceae</i>	NIFES eller regionlaboratoriene	660
Mugg	NIFES eller regionlaboratoriene	660
Aflatoxin	Veterinærinstituttet	28
<b>B. Organiske fremmedstoffer</b>		
PCB <sub>7</sub>	NIFES	30
DDT og metabolitter	NIFES	30
Dioksin og dioksinlignende PCB	NIFES	62
Polybromerte flammehemmere	NIFES	22
<b>C. Uorganiske stoffer</b>		
Arsen	NIFES	60
Kadmium	NIFES	60
Kvikksølv	NIFES	60
Bly	NIFES	60
Technetium	Statens strålevern	10
<b>III. Tilsetningsstoffer</b>		
Astaxanthin	NIFES eller regionlaboratoriene	53
Cantaxanthin	NIFES eller regionlaboratoriene	43
Etoxyquin	NIFES	34
<b>IV. Essensielle stoffer med øvre grenseverdier</b>		
Mangan	NIFES	60
Kobolt	NIFES	60
Kobber	NIFES	60
Sink	NIFES	60
Selen	NIFES	60
Molybden	NIFES	60
Vitamin A	NIFES	20
Vitamin D	NIFES	20
<b>V. Stoffer med fremtidig fokus</b>		
Bor	NIFES	40
Vanadium	NIFES	40
Krom	NIFES	40
Fettsyresammensetning	NIFES	8
<b>VI. Redelighetskontroll av deklareerte stoffer</b>		
GMO	Veterinærinstituttet, Oslo	38
Aske	NIFES eller regionlaboratoriene	58
Fett	NIFES eller regionlaboratoriene	45
Protein	NIFES eller regionlaboratoriene	60
Vann	NIFES eller regionlaboratoriene	78

Tabell 2 viser hvilke parametre som har inngått i analyseprogrammet for 2003 og antall utførte analyser for de enkelte parametre. De parametre som ble analysert i fullfôr er i første rekke hentet fra listene i Fôrforskriften over forbudte fôrmidler (ARG-GMO, kjøttbeinmel, blodmel), uønskede stoffer (mikroorganismer, tungmetaller, organiske miljøgifter med mer.), tilsetningsstoffer (astaxanthin, cantaxanthin, etoxyquin) og regelverk knyttet til krav til deklarerer. Det ble imidlertid også inkludert flere stoffer som for eksempel polybromerte flammehemmere og dioksinlignende PCB. Alle fôrprøver ble analysert for mikrobiologiske komponenter. I tillegg ble fôringredienser analysert for mikroorganismer og spesielt utvalgte kjemiske komponenter.

Det er også foretatt analyser for å kontrollere redelighet i forhold til deklarererte verdier. Videre er det gjennomført analyser av næringsstoffer som fôrindustrien har fokusert på og som myndighetene har ønsket å skaffe seg informasjon om. Det gjelder spesielt innhold og variasjon av enkelte næringsstoffer i fullfôr.

Bestemmelse av næringsstoffer (vann, aske, protein og fett), tilsetningsstoffer (pigmentene astaxanthin og cantaxanthin samt antioksidanten etoxyquin), uønskede stoffer (DDT og dets metabolitter, PCB<sub>7</sub>, dioksin og dioksinlignende PCB og technetium) ble utført fortløpende og analyseresultatene ble rapportert til Sjømatavdelingen ved Fiskeridirektoratet. Bestemmelse av spormetaller (bor, kobolt, krom, kobber, mangan, selen, sink og vanadium) og tungmetaller (arsen, bly, kadmium og kvikksølv) ble rapportert til Sjømatavdelingen to ganger dette året, mens bestemmelse av dioksin, GMO, ARG-GMO og kjøtt- og beinmel ble rapportert kun en gang. De fleste analysene ble utført av Nasjonalt institutt for ernærings- og sjømatforskning (NIFES), unntatt bestemmelsene av GMO og ARG-GMO som ble utført ved Veterinærinstituttet (Oslo), kjøttbeinmel ved LabNett AS sitt laboratorium i Stjørdal, og technetium som ble sendt Statens strålevern, Oslo, for analyse. I tillegg ble en del analyser av mikrobiologiske parametre og næringsstoffinnhold utført ved Fiskeridirektoratets distriktslaboratorier.

### **Analysemetoder**

Prøvene som ble tatt ut fra de forskjellige fôrfabrikkene ble sendt til Nasjonalt institutt for ernærings- og sjømatforskning (NIFES) i egnet emballasje. Prøvene ble først testet for salmonella før prøvene ble malt til fint pulver, splittet og overført til tette flasker og fordelt til de aktuelle laboratoriene for analyser.



### Prøvepreparering og analyser av mikroorganismer i fôr

I dette overvåkningsprogrammet er fôrprøver undersøkt med tanke på *Salmonella* og mengden bakterier i familien *Enterobacteriaceae*, samt muggsopp.

Blant *Salmonella*-bakteriene finnes det over 2500 varianter (serotyper). Avhengig av hvilken type som er involvert kan *Salmonella*-bakteriene gi infeksjon hos menneske som varierer i styrke fra symptomløshet til alvorlig mage-tarminfeksjon med feber og blodig diaré. I Norge har vi årlig omlag 1500 registrerte tilfeller av *salmonellose*, hvorav omlag 75% er ervervet utenlands. Matvarer er den viktigste smitekilden for *salmonellose*, og varer som inneholder *Salmonella* – bakterier kan følgelig ikke omsettes. Når *Salmonella* påvises i fôr eller ingredienser til fôr er spesielle serovarianter overrepresentert. Serotyper som oftest blir påvist i fôr er *S. Agona*, *S. Senftenberg*, *S. Livingstone*, *S. Bloemfontain*, *S. Johannesburg*, *S. Lexington*, *S. Anatum*, *S. Cerro*, *S. Worthington*, *S. Lille* og *S. Oranienburg*. Disse serotypene er ikke blant de som oftest gir sykdom hos mennesker. Når disse *Salmonella* serotypene påvises i fôr, kan en ikke se bort fra at det representerer et mulig smittepotensial for konsumenter av fisk (via miljø) og de som måtte håndtere fôret, men hovedgrunnen til at disse er med i overvåkningsprogrammet er at en ikke ønsker spredning til miljøet.

Påvisning av *Salmonella*-bakterier gjennomføres i fem trinn: Innveiling av 25 gram prøve til foroppformering i generell buljong, oppformering i selektiv buljong, platespredning på agar, biokjemisk undersøkelse og verifisering ved referanselaboratorium. Dette er en kvalitativ metode. Prosedyren som er benyttet i denne sammenheng baserer seg på siste utgave av NMKL metode nr. 71, ”*Salmonella*. Påvisning i livsmedel”.

Bakterier tilhørende familien *Enterobacteriaceae* er normalt forekommende tarmbakterier og kan overføres til vann og næringsmidler ved fekal forurensning. Vanlige typer bakterier i familien *Enterobacteriaceae* er *Salmonella* spp., enkelte typer av *Escherichia coli* og *Yersinia enterocolitica*.

Påvisning av *Enterobacteriaceae* i fôr er basert på en kvantitativ undersøkelse. En fôrprøve på 10 gram blir homogenisert med 90 ml fortynningsvann og en fortynningsserie blir satt opp. En definert mengde fra en passende prøvefortynning blir støpt inn i et selektivt næringsmedium. Etter inkubering danner bakterier i familien *Enterobacteriaceae* kolonier med karakteristisk utseende som telles og deretter undersøkes videre biokjemisk. Prosedyren som er benyttet i denne

sammenheng baserer seg på siste utgave av NMKL metode nr. 144, ” *Enterobacteriaceae*. Bestämning i livsmedel och foder”.

Tilstedeværelse av muggsopp i fôr kan gi en indikasjon på feilhåndtering eller feil lagring av både råvarer og det ferdige fôret. Muggsopp trives best i næringsmidler med lav vannaktivitet ( $a_w < 0,80$ ) og flere arter kan vokse i et bredt temperaturintervall. pH optimum for muggsopp varierer mellom 3,5 og 6,5. Forekomst av muggsopp gir risiko for mykotoksinndannelse. De viktigste mykotoksinproduserende slektene er *Penicillium*, *Aspergillus* og *Fusarium*. De fleste mykotoksiner er stabile ovenfor varme og kjemisk behandling og de kan være svært giftige selv i små mengder.

Påvisning av muggsopp i fôr er basert på en kvantitativ undersøkelse. En fôrprøve på 10 gram blir homogenisert med 90 ml fortynningsvann og en fortynningsserie blir satt opp. En definert mengde fra en passende prøvfortynning blir støpt inn i et selektivt næringsmedium. Etter inkubering danner muggsoppen kolonier med karakteristisk utseende som telles. Prosedyren som er benyttet i denne sammenheng baserer seg på siste utgave av NMKL metode nr. 98, ”Mögel och jäst. Bestämning i livsmedel”.

Analysemetoder-kjemiMetaller

Tabell 3. Konsentrasjonen av bor, vanadium, krom, mangan, kobolt, kobber, sink, selen, arsen, kadmium, kvikksølv og bly (gjennomsnitt ± standardavvik) i sertifisert standardmateriale (Tort-2, National Council of Canada)

Spormetall	Antall analyser	Gjennomsnitt (mg/kg)	Standardavvik (mg/kg)	RSD (%)	Sertifisert verdi <sup>a)</sup> (mg/kg)
Bor	5	5,2	0,8	16	
Vanadium	10	1,9	0,3	16	1,64±0,19
Krom	5	0,7	0,2	23	0,77±0,15
Mangan	5	13,4	0,3	2,5	13,6±1,2
Kobolt	3	0,53	0,03	6	0,51±0,09
Kobber	5	112	3	2,8	106±10
Sink	5	209	6	2,8	180±6
Selen	2	5,2	0,8	15	5,6±0,7
Arsen	5	24,1	0,8	3,3	21,6±1,8
Kadmium	5	27,6	0,8	2,7	26,7±0,6
Kvikksølv	5	0,29	0,02	7,4	0,27±0,06
Bly	5	0,33	0,02	4,6	0,35±0,13

<sup>a)</sup> Gjennomsnitt og 95% konfidens intervall

Det ble veiet inn to paralleller fra hvert prøvemateriale til bestemmelse av metaller. Alle målingene ble utført med bruk av Agilent 7500c induktiv koplet plasma-massespektrometer (ICP-MS) med Hewlett Packard-PC. Før sluttbestemmelsen ble prøvene dekomponert i ekstra ren salpetersyre og hydrogenperoksid og oppvarmet i mikrobølgeovn (Milestone-MLS-1200 microwave oven). Det ble anvendt kvantitativ ICP-MS til bestemmelse av metallene: krom, kobber, sink, arsen, sølv, kadmium, kvikksølv og bly (metaller som EU har prioritert), og rodium ble anvendt som intern standard for å korrigere for eventuell drift i instrumentet. Riktighet og presisjon for spormetallbestemmelsene ble utført ved å analysere sertifisert referansemateriale (SRM) fra National Research Council (Ottawa, Canada), nemlig Tort-2 (hepatopankreas av

hummer). Dette er ett av standard referansematerialene som er kommersielt tilgjengelig på markedet.

Gjennomsnitt og relativ standardavvik, samt de sertifiserte referanseverdiene er viste i Tabell 3. God riktighet bedømmes når analysert verdi faller innenfor konsentrasjonsområdet for sertifisert verdi  $\pm 95\%$  konfidensintervall.

For alle de analyserte grunnstoffene lå analyserte verdier stort sett innenfor de sertifiserte konsentrasjonsområdene. Det betyr at både systematisk feil og tilfeldige feil for de forskjellige bestemmelsene var under kontroll.

### PCB

Prøvene ble først ekstrahert med aceton og dernest med en blanding av aceton og heksan. Heksanfasen ble tatt vare på, den ble behandlet med svovelsyre for fjerning av fett. Etter vasking og tørring, ble heksan fjernet og erstattet med isooktan. Prøven ble så konsentrert og var klar for analyse på koblet gasskromatograf/massespektrometer (GC/MS). I gasskromatografen skjer den analytiske atskillelsen av de enkelte stoffer i prøven, mens massespektrometeret sørger for identifisering og mengdebestemmelse av de enkelte komponenter. PCB<sub>7</sub> består av følgende kongener: PCB 28, 52, 101, 118, 138, 153 og 180.

Kvalitetssikring av analysemetodene ble gjort ved å analysere sertifiserte referansematerialer sammen med prøvene. I tillegg ble blindprøver inkludert for å kontrollere at bakgrunnen for de forskjellige kongenerne var tilfredsstillende. Alle analysene gav akseptable resultater vedrørende riktighet og presisjon (repererbarhet), samt at blindprøvene var under kontroll. Metoden for klorerte hydrokarboner ble prøvd i en europeisk ringtest med utmerket resultat.

### Dioksin (PCDD/PCDF), non-ortoPCB og mono-orto-PCB

Metoden er en tilpasning til US-EPA (Environmental Protection Agency) sine metoder nr 1613 og 1668. Prøven ble homogenisert og deretter ble fettinnholdet bestemt. En mengde tilsvarende ca. tre gram fett ble veiet inn, og en blanding av <sup>13</sup>C merkete kongener ble tilsatt prøven som interne standarder før prøven ble frysetørket. Porøsitetsmiddel (hydromatrix) ble tilsatt før ekstraksjon med hexan under hevet trykk og temperatur i en ASE 300 (Accelerated Solvent Extractor). I opprensingen ved hjelp av Power-Prep (FMS-USA) ble fettet først fjernet ved nedbryting på svovelsur silica. Deretter skjedde det en suksessiv kromatografisk opprensing ved inn og

utkopling av tre kolonner: "Multi layered silica", basisk alumina og aktivt kull. Mobilfasen ble skiftet suksessivt: Heksan, 2 % DCM i heksan, 50 % DCM i heksan, etylacetat og til slutt "backflush" med toluen. PCDD/PCDF og non-orto PCB (NO-PCB) ble eluert i toluenfraksjonen. Mono-orto PCB (MO-PCB) ble eluert i en DCM/heksan fraksjon. Etter inndamping av aktuell fraksjon til 10 µl ble to <sup>13</sup>C merkete kongenere tilsatt som "recovery standards" før analyse på høyoppløselig GC/MS (HRGC/HRMS). Metoden kvantifiserer til sammen 17 kongenere av PCDD/PCDF, fire kongenere av NO-PCB -77, 81, 126 og 169 og åtte kongenere av MO-PCB - 105, 114, 118, 123, 156, 157, 167 og 189.

Riktighet er bestemt ved gjenvinningsforsøk og ved deltagelse i ringtester. Både riktighet, som angir de systematiske feilene, og presisjonen, som angir de tilfeldige feilene, var under kontroll.

#### *Polybromerte flammehemmere (BFR)*

De homogeniserte prøvene ble ekstrahert med heksan og diklormetan og tilsatt intern standard (PCB-207). Prøvene ble så ekstrahert i en ASE 300 (Accelerated Solvent Extractor). Ekstraktet ble rensset for fett ved at det ble nedbrutt med konsentrert svovelsyre på silica gel. Rensset ekstrakt ble så analysert på Thermo Quest Trace GC 200/Trace DSQ massespektrometer. Prøveløsningene ble injisert i kolonnen ved hjelp av prøveveksler (Thermo Quest CE Instruments AS 3000). Analysen på GC/MS skjedde i SIM mode ved negativ kjemisk ionisering. Kvantifiseringen av de seks polybromerte difenyleter (PBDE) kongenere skjedde ved bruk av intern standard og en seks punkts ekstern kalibreringskurve. Følgende PBDE ble bestemt: PBDE-28, 47, 99, 100, 153 og 154. Riktighet ble bestemt ved gjenvinningsforsøk for de seks kongenere og resultatene lå mellom 80 og 110%. Foreløpig har gjenvinningsforsøk vært eneste måte å bestemme systematiske feil på, siden det verken finnes sertifiserte standard referansematerialer eller har vært utført organiserte ringtester (prestasjonsprøvinger). Presisjonen, som intern reproduserbarhet, har vært bestemt til mellom 15 og 25 % for de forskjellige kongenere.

#### *Retinol (vitamin A<sub>1</sub> og A<sub>2</sub>)*

Prøvene ble forsåpet, og det uforsåpbare materialet ble ekstrahert. Vitamin A-formene ble bestemt med HPLC (normalfase) ved hjelp av UV-detektor. Innholdet av A<sub>1</sub> og A<sub>2</sub> ble beregnet ved hjelp av ekstern kalibrering (standardkurve). Metoden er validert og akkreditert, og bygger på CEN (Comité Européen de Normalisation) prEN 12823-1 (1999), Foodstuffs – Determination of vitamin A by high performance liquid chromatography- Part 1: Measurement of all-trans-retinol and 13-cis-retinol.

### Vitamin D

Prøvene ble forsåpet og det uforsåpbare materialet ble ekstrahert. Prøvene ble så rensset på en preparativ HPLC kolonne, fraksjonen som inneholdt D<sub>2</sub> og D<sub>3</sub> ble samlet (normal fase). Denne fraksjonen ble injisert på en analytisk HPLC kolonne (omvendt fase). Vitamin D<sub>3</sub>/D<sub>2</sub> ble bestemt ved hjelp av UV detektor. Innholdet ble beregnet ved hjelp av intern standard (kravene til anvendelse av intern standard ble funnet å være oppfylt). Metoden er validert og akkreditert og bygger på CEN prEN 12821 (1999). Foodstuffs – Determination of vitamin D by high performance liquid chromatography - Measurement of cholecalciferol (D<sub>3</sub>) and ergocalciferol (D<sub>2</sub>). Merknad: Hvis vitamin D<sub>3</sub> skal bestemmes brukes vitamin D<sub>2</sub> som intern standard. Hvis vitamin D<sub>2</sub> skal bestemmes, brukes vitamin D<sub>3</sub> som intern standard. Hvis begge isomerene er til stede må prøven analyseres to ganger.

### Astaxanthin og canthaxanthin

Fettet i prøvene ble ekstrahert med varmt vann/acetone og eter. Fraksjonen ble vasket med vann, og eterfasen ble isolert. Løsemiddelet ble dampet av, og prøven ble løst i heptan. Blandingen ble analysert på normalfase HPLC og detektert spektrofotometrisk ved 470 nm.

### Etoxyquin

Prøvene ble beskyttet mot oksidasjon initiert av lys, oksygen eller overgangsmetaller ved at det ble tilsatt pyrogallol, ascorbinsyre og EDTA i reaksjonsblandingen. Deretter ble prøvene hydrolysert i en blanding av etanol, NaCl og NaOH ved 100 grader Celsius. Det uforsåpbare materialet ble ekstrahert med heksan, dampet inn og løst i 0,1% ascorbinsyre i acetonitril. Etoxyquin (EQ), deetylert etoxyquin og etoxyquin dimer ble kvantifisert ved bruk av "reverse" fase HPLC og fluoescensdeteksjon. Innholdet ble beregnet ved bruk av ekstern kalibreringskurve basert på forholdet mellom mengde standard i 0,1% ascorbinsyre i acetonitril og respons. Metoden har en bestemmelsesgrense på 0,2 microgram/kg tørt materiale.

### Enkeltfettsyre i totalfett (mettede, enumettede og flerumettede cis fettsyre)

Enkelt-fettsyrene ble separert med gassvæskerkromatografi og bestemt ved bruk av flammeionisasjonsdetektor. Dette ble gjort etter at fettene ble ekstrahert fra prøven med bruk av kloroform/metanol. Fettfasen ble filtrert, inndampet til tørrhet, forsåpet og metylert før fettsyrestrene ble separert og detektert. Metoden er validert og akkreditert.

### Totalfett (syreekstraksjon)

Prøvene ble pre-ekstrahert med petroleumbensin på Soxtec apparatur. Ekstraktet ble dampet inn og inndampingsresten ble veid. For å få ut eventuelt bundet fett, ble prøvene hydrolysert i kokende HCl. Oppløsningen ble avkjølt, og syren ble filtrert av. Prøven ble tørket i varmeskap. Fettet ble ekstrahert med petroleumbensin på Soxtec. Inndampingsresten ble veiet. Totalt fettinnhold (g/100g) ble beregnet ut fra summen av de to inndampingsvektene og innveid prøvemengde. Metoden er validert og akkreditert og prinsippet for metoden bygger på EU-direktiv 84/4 EØF, De Europeiske Fellesskapers Tidende nr L 15/28, 18.1.84, metode B. I tillegg ble følgende anvendt: Tecator application note AN 301,REV 3.0 "Solvent Extraction using the Soxtec System" og Tecator application note ASN 3427, "The extraction of total fat in feed."

### Protein

Nitrogeninnholdet i prøven ble bestemt ved at den biologiske prøven ble forbrent i et brennkammer og nitrogengassens varmeledningsevne ble målt. Proteininnholdet i prøven ble beregnet ved å multiplisere nitrogeninnholdet med faktoren 6,25. Analysemetoden er validert og akkreditert med bruk av Perkin Elmer, PE 2410 Series II Nitrogen Analyser (Dumas and Liebig metode). Metoden er funnet i overensstemmelse med klassisk Kjeldahl metode. Metoden krever at prøven er godt homogenisert. I tillegg er det viktig å være klar over metodens kritiske punkter. Dette gjelder spesielt hvilke proteinfaktor som skal anvendes ut fra målt nitrogenkonsentrasjon.

### Aske

Askeinnholdet ble bestemt gravimetrisk ved foraskning av homogen prøve i programmerbar muffelovn ved 550 °C til konstant vekt. Med askeinnholdet forstås den uorganiske resten som er tilbake etter at vann og alt organisk materiale er fjernet. Metoden er validert og akkreditert og er basert på NMKL metode nr.173, 2. utgave 2003.

### Vann (tørrstoff)

Tørrstoffinnholdet ble bestemt gravimetrisk ved tørking av finmalt homogen prøve i varmeskap ved 104°C til konstant vekt. Metoden som ble anvendt er validert og akkreditert i henhold til NMKL metode nr.23, 3.utgave, 1991.

## RESULTATER MED KOMMENTARER

### Forbudte fôrmidler

#### Fôr og fôrmidler med gener som koder for antibiotikaresistens (ARG-GMO)

Ti fôrprøver er analysert. Intakte gener som kodet for antibiotikaresistens ble ikke påvist i fôr, men segmenter av antibiotikaresistensgener på ca 100 basepar (bp) størrelse ble funnet i en av fôrprøvene. Foreløpig har man ikke klart i forskning å påvise DNA-aktivitet dersom segmentene er mindre enn 200 bp, slik at fragmenter på 100 bp med svært liten sannsynlighet vil være i stand til å utøve antibiotikaresistens.

#### Soya

Ti prøver av soya råvare er analysert, hvorav to inneholdt intakt antibiotikaresistentgen av type CAT, mens rester (100 bp) av antibiotikaresistensgener ble påvist i 7 prøver. Laboratoriet har sannsynliggjort at funnene av CAT er fra bakterier og ikke fra genmodifisert materiale.

#### Mais

Ni prøver ble analysert og ingen prøver inneholdt antibiotikaresistens, verken intakte eller 100 bp markører som det ble undersøkt for.

#### Hvete

Ti prøver ble analysert. Ni av ti prøver var frie for antibiotikaresistens. I én prøve ble det påvist både intakt og 100bp markørgen for antibiotikaresistens (aad). Men som for soya er dette funnet koblet til bakterier og ikke til genmodifisert materiale.

#### Prosessert animalsk protein (Kjøttbeinmel og blodmel)

Prosesserte animalske proteiner er med noen unntak forbudt å bruke i fôr til produksjonsdyr, fisk inkludert. I 2003 ble det til sammen undersøkt 102 prøver for kjøttbeinmel og blodmel, av disse prøvene var det 70 prøver av fullfôr resterende i hovedsak fiskemel. Det ble ikke påvist bein- eller blodmel i noen av prøvene.



## Uønskede stoffer

### Mikrobiologiske parametre

I løpet av 2003 ble til sammen 660 prøver av fôrblandinger undersøkt med mikrobiologisk metodikk. Resultatene er vist i Tabell 5 og oppsummert under.

Gjeldende forskrift oppgir mikrobiologiske grenseverdier for muggsopp, *Enterobacteriaceae* og *Salmonella*. For muggsopp oppgir forskriften øvre grense basert på undersøkelse av en prøve til 1000/g for fôrblandinger og 10 000/g for fôrmidler av animalsk opprinnelse. For *Salmonella* og *Enterobacteriaceae* er grenseverdien henholdsvis 0 og 300/g for både fôrblandinger og fôrmidler av animalsk opprinnelse.

### Mugg

Av totalt 564 undersøkte prøver av fôrblandinger hadde 15, eller 2,7 % et celletall for mugg som var høyere enn forskriftens generelle grenseverdi på 1000/g.

### Enterobacteriaceae

I 2003 ble det funnet 2 prøver med et innhold av bakterier i familien *Enterobacteriaceae* som var høyere enn forskriftens øvre grenseverdi på 300 KDE/per gram fullfôr. Dette utgjør omlag 0,4 % av de undersøkte prøvene. I 2002 og 2001 var tilsvarende verdier på henholdsvis 4 og 7 %. Det er også en anbefalt øvre grense på 10 KDE/g. Til sammen 33 av prøvene undersøkt i 2003 hadde et innhold av bakterier i familien *Enterobacteriaceae* som lå mellom 10–300 KDE/g fullfôr.

### Salmonella

*Salmonella* bakterier ble påvist i to av de 660 prøvene av fullfôr som ble undersøkt i 2003. I begge tilfeller ble serotypen bestemt til *Salmonella* Senftenberg.

Da denne rapporten kun skal omhandle den offentlige kontrollen, kan data som industrien selv har generert ikke tas med. For en oversikt over resultater fra disse undersøkelsene henvises det til en egen rapport utarbeidet av Norsk zoonosesenter, den såkalte *zoonoserapporten* ([www.zoonose.no](http://www.zoonose.no)).

I tillegg til fullfôr som beskrevet tidligere, er også et mindre antall prøver av fôringredienser og miljøprøver fra bedriftene undersøkt i 2003. Undersøkelsene beskrevet her er utført av Fiskeridirektoratets laboratorier og NIFES. Til sammen 35 prøver av norskprodusert fiskemel, 44 prøver av importert mais, soya eller rapsfrø, samt 118 miljøprøver fra norske bedrifter er undersøkt med tanke på forekomst av *Salmonella*. Ingen av de undersøkte prøvene av norskprodusert fiskemel eller importerte vegetabiliske ingredienser var positive for *Salmonella* bakterier. Imidlertid var syv av de 118 undersøkte miljøprøvene positive for *Salmonella* (*S. Senftenberg*, *S. Montevideo* og *S. Agona*).

Generelt viser de mikrobiologiske analysene en bedret hygiene blant fôrproduzentene.

Tabell 4. Resultater for fôrprøver undersøkt med hensyn på *Salmonella*, *Enterobacteriaceae* og mugg i 2003. Verdiene i tabellen er antallet prøver som var positive for *Salmonella* eller oversteg grenseverdiene som er oppgitt i parentes

Fabrikk		Salmonella	Enterobacteriaceae		Mugg
			(10-300/g)	(>300/g)	(> 1000/g)
<b>Ewos</b>					
Halsa	(n= 54 )	0	2	0	1
Bergneset	(n=71)	0	8	1	6
Florø	(n=123 )	0	17	0	3
<b>Skretting</b>					
Averøy	(n=114)	0	1	1	3
Stavanger	(n=31)	0	1	0	2
Stokmarknes	(n=88)	0	2	0	0
<b>Biomar</b>					
Myre	(n=55)	0	0	0	0
Karmøy	(n=52)	2	2	0	0
<b>Polarfeed</b>					
Øksfjord	(n=6)	0	0	0	0

#### Aflatoksin

Det ble analysert 28 prøver av ulike fôrmidler for aflatoksin B<sub>1</sub> og B<sub>2</sub>. Det ble funnet aflatoksin B<sub>1</sub> over deteksjonsgrensen på 0,25 µg/kg i ni av de analyserte råvarene, men ingen verdier var høyere enn grensen på 50 µg/kg gjeldende i Norge (eller grensen på 20 µg/kg gjeldene i EU fra oktober 2003).

## Organiske fremmedstoffer

### DDT

Det ble analysert 20 fôrprøver, 5 prøver av fiskemel, 2 prøver av ensilasje, en prøve av fiskeolje og en prøve av vegetabilsk olje for DDT og dets metabolitter i 2003. Resultatene for sum DDT varierte fra 5 til 49 µg/kg fullfôr med et gjennomsnitt på 23 µg/kg fullfôr (Tabell 5). I 2002 varierte konsentrasjonen fra 5 til 31 µg/kg fullfôr med et gjennomsnitt på 21 µg/kg fullfôr. Tabell 5 viser at sum DDT i fiskemel varierte fra 3,9 til 17 µg/kg med et gjennomsnitt på 7,2 µg/kg og at sum DDT i ensilasje varierte fra 11 til 13 µg/kg. Sum DDT i fiskeolje viste et innhold på 27 µg/kg, mens sum DDT i vegetabilsk olje innholdt 5 µg/kg.

Konsentrasjonen av pp-DDE utgjør mer enn 50% av sum DDT i fullfôr, fiskemel, ensilasje og fiskeolje, men andelen pp-DDE i vegetabilsk olje utgjorde mindre enn 10% av sum DDT. pp-DDT utgjorde ca. 20% i de produktene som inneholder fisk, mens andelen pp-DDT i vegetabilskolje var 80% av sum DDT. pp-DDE er ansett som en av de mest alvorlige "hormonhermerne" i vårt miljø. Den øvre grenseverdien for sum DDT er satt til 50 µg/kg fullfôr. Det fremgår av resultatene at ingen av prøvene hadde et DDT-innhold over dagens grenseverdi. Resultatene for 2002 og 2003 lå noe lavere enn resultatene for de foregående årene (1999-2001).

*Tabell 5. Innholdet av DDT og dets metabolitter (µg/kg) i fullfôr, fiskemel, fiskeensilasje og oljer.*

*Konsentrasjonsområdet er gitt i parentes*

<b>Prøver</b>	<b>op-DDT (µg/kg)</b>	<b>pp-DDT (µg/kg)</b>	<b>op-DDD (µg/kg)</b>	<b>pp-DDD (µg/kg)</b>	<b>op-DDE (µg/kg)</b>	<b>pp-DDE (µg/kg)</b>	<b>Sum DDT (µg/kg)</b>
Fiskefôr (n=20)	0,64 (0,05-1,1)	2,9 (0,35-6,3)	1,7 (0,30-3,1)	5,2 (1,0-13,4)	0,47 (0,19-1,1)	12,4 (2,5-27)	22,8 (4,6-49)
Fiskemel (n=5)	0,17 (0,03-0,47)	0,53 (0,10-0,90)	0,30 (0,15-0,56)	1,5 (0,33-1,0)	0,12 (0,07-0,20)	4,5 (2,5-11)	7,2 (3,9-17)
Ensilasje (n=2)	0,09 (0,08-0,10)	0,48 (0,43-0,53)	0,85 (0,82-0,88)	3,6 (3,2-3,9)	0,15 (0,14-0,17)	6,7 (6,2-7,4)	12,0 (11-13)
Fiskeolje (n=1)	1,4	3,2	1,5	5,7	0,77	14,8	27,3
Vegetabilsk olje (n=1)	0,12	4,1	0,08	0,25	0,17	0,39	5,1

PCB<sub>7</sub>

De rapporterte resultatene for PCB er beregnet på grunnlag av summen av følgende syv av i alt 209 kongenerne: PCB-28, PCB-52, PCB-101, PCB-118, PCB-138, PCB-153, PCB-180. Det ble analysert 20 fôrprøver for PCB<sub>7</sub> i 2003 (Tabell 6). Resultatene varierte fra 6 til 33 µg/kg fullfôr med en middelværdi på 15 µg/kg fullfôr. I 2002 varierte PCB<sub>7</sub> fra 4 til 22 µg/kg fullfôr med en middelværdi på 14 µg/kg fullfôr. Innholdet av PCB<sub>7</sub> i fiskemel varierte fra 1 til 11 µg/kg med en middelværdi på 5 µg/kg, innholdet av PCB<sub>7</sub> i ensilasje var 10 µg/kg. Det ble også analysert en prøve av fiskeolje og en vegetabilsk olje som hadde innhold av PCB<sub>7</sub> på henholdsvis 17 µg/kg og 1,5 µg/kg.

Norge har foreløpig ingen øvre grenseverdi for PCB<sub>7</sub> i fiskefôr. Innen EU er det bare Belgia som har nasjonale grenseverdier for PCB<sub>7</sub> i fôrblandinger. Der er grenseverdien 200 µg PCB<sub>7</sub>/kg fett, i fôrmidler av animalsk opprinnelse som inneholder mer enn 2% fett er grenseverdien 250 µg PCB<sub>7</sub>/kg fett, mens for fôrmidler av animalsk opprinnelse med mindre enn 2 % fett er grenseverdien 250 µg PCB<sub>7</sub>/kg produkt. De konsentrasjoner som er gitt i Tabell 6 ligger langt under disse grenseverdiene fra Belgia.

Tabell 6. Innholdet av kongenerne PCB-28, PCB-52, PCB-101, PCB-118, PCB-138, PCB-153 og PCB-180, samt sum PCB<sub>7</sub> i fiskefôr. Resultatene er gitt som µg/kg prøve

<b>Prøve</b>	<b>PCB- 28 (µg/kg)</b>	<b>PCB- 52 (µg/kg)</b>	<b>PCB- 101 (µg/kg)</b>	<b>PCB- 118<sup>a)</sup> (µg/kg)</b>	<b>PCB- 138<sup>b)</sup> (µg/kg)</b>	<b>PCB- 153 (µg/kg)</b>	<b>PCB- 180 (µg/kg)</b>	<b>Sum PCB<sub>7</sub> (µg/kg)</b>
Fiskefôr (n=20)	0,57 (0,34-0,80)	1,7 (1,0-2,9)	2,8 (0,62-6,4)	2,0 (0,53-4,1)	3,6 (0,73-8,1)	3,7 (0,62-8,2)	0,87 (0,13-1,9)	15,2 (6,2-33)
Fiskemel (n=5)	0,18 (0,13-0,28)	0,62 (0,32-1,0)	1,1 (0,17-2,2)	0,73 (0,16-1,5)	1,2 (0,22-2,7)	1,3 (0,22-8,2)	0,26 (0,05-0,54)	5,4 (1,1-11)
Ensilasje (n=2)	0,38 (0,27-0,49)	1,3 (1,21,3)	1,9 (0,72-2,0)	1,5 (1,3-1,6)	2,3 (2,1-2,5)	2,4 (2,1-2,6)	0,53 (0,51-0,54)	10,1 (9,2-11)
Fiskeolje (n=1)	0,69	2,0	3,3	2,5	3,5	3,8	1,1	16,8
Vegetabilsk olje (n=1)	0,24	0,47	0,19	0,32	0,14	0,22	<0,05	1,5

<sup>a)</sup> PCB-118 overlapper med PCB-106

<sup>b)</sup> PCB-138 overlapper med PCB-163 og PCB-164

Dioksin

Det ble analysert 53 fullfôr for dioksin og dioksinlignende PCB i 2003 (Tabell 7). Dioksin inkluderer sum polyklorerte dibenso-p-dioksin (PCDD) og sum polyklorerte dibensofuraner (PCDF). Resultatene for dioksiner (sum PCDD/PCDF) varierte fra 0,26 til 2,45 ng/kg, gitt som WHO-toksiske ekvivalenter (TE), med et gjennomsnitt på 1,0 ng/kg fullfôr. I 2002 varierte resultatene for dioksiner (sum PCDD/PCDF) fra 0,50 til 2,6 ng/kg gitt som WHO-toksiske ekvivalenter (TE) med et gjennomsnitt på 1,2 ng/kg fullfôr. To prøver i årets program hadde et dioksininnhold som var høyere enn den øvre grenseverdien på 2,25 ng/kg som gjelder for EU. Den ene kan dog ha vært under dersom man tar hensyn til at grenseverdiene både i fôringredienser og fullfor er basert på 12% vanninnhold. Den høyeste prøven hadde dog et vanninnhold på bare 3,9 % og var således over grensen selv om man tar hensyn til dette.

Tabell 7 viser videre at sum non-orto PCB har et gjennomsnitt på 1,3 ng/kg med en variasjon fra 0,47 til 2,69 ng/kg, mens gjennomsnittsinholdet av mono-orto PCB var 0,50 ng/kg med en variasjon fra 0,15 til 1,12 ng/kg. Alle konsentrasjonene baserer seg på ng WHO-TE/kg.

I Norge og EU gjelder følgende øvre grenseverdier for dioksin (PCDD/PCDF) i fôrvarer:

Fiskeolje:	6 ng WHO-TE/kg
Fiskeprodukter og biprodukter (ikke olje)	1,25 ng WHO-TE/kg
Fullfôr (til fisk)	2,25 ng WHO-TE/kg (Basert på vanninnhold i fôr på 12%)
Vegetabilsk olje:	0,75 ngWHO-TE/kg

Det er foreløpig ikke satt øvre grenseverdier for dioksinlignende PCB i fôrvarer. Det er satt i gang arbeid initiert av EU for å framskaffe kunnskap om nivåer av dioksinlignende PCB i fôrvarer slik at grenseverdier kan fastsettes.

NIFES har vært faglig ansvarlig for et EU CRAFT prosjekt, i samarbeid med nasjonal og internasjonal fôr- og fôrvareindustri, for å avklare opptaket av dioksin og PCB fra fôr til laks. Resultatene publiseres i 2004. I tillegg har NIFES nasjonale prosjekter som sikter mot å modellere opptaket av dioksin og dioksinlignende PCB i fôr til laks, og å redusere innholdet av dioksiner og dioksinlignende PCB i fiskefôr ved bruk av alternative råvarer eller rensing av fôringredienser.

Tabell 7. Innhold av dioksin (PCDD) og furaner (PCDF), sum dioksin og furaner<sup>a)</sup>, samt non-orto PCB og mono-orto PCB. Konsentrasjonene gitt som ng/kg og toksitetskvivalenter TE-WHO i ng/kg (upperbound-LOD), unntatt for konsentrasjonen mono-orto PCB som er gitt i µg/kg

Prøve	Dioksiner Sum PCDD (TE <sup>b</sup> )	Furaner Sum PCDF (TE <sup>b</sup> )	Sum PCDD/PCDF (TE <sup>b</sup> )	Sum non-orto PCB (TE <sup>b</sup> )	Sum mono- orto PCB (TE <sup>b</sup> )
Fiskefôr (n=53)					
Gjennomsnitt	0,38	0,64	1,0	1,3	0,50
Min.-maks.	(0,04-1,77)	(0,20-1,38)	(0,26-2,45)	(0,39-2,69)	(0,15-1,12)
Fiskeolje	0,09	0,37	0,46	2,43	0,54
Vegetabilsk olje	0,24	0,06	0,3	0,04	Ikke bestemt

<sup>a)</sup> EUs øvre grenseverdi er 2,25 ng TE-WHO/kg fullfôr

<sup>\*</sup>) To prøver hadde innhold av dioksiner som overskred den øvre grenseverdi

<sup>b)</sup> TE (WHO) ng/kg (konsentrasjonen multiplisert med en gitt toksitetskvivalents-faktor)

<sup>c)</sup> Non-orto PCB kongenere (IUPAC code PCB 77,81, 126 og 169)

<sup>d)</sup> Mono-orto PCB kongenere (IUPAC code PCB 105,114, 118, 123, 156, 157, 167, 189)

### Polybromerte flammehemmere

Det er fire hovedklasser av polybromerte flammehemmere: tetrabromobisphenol A (TBBPA), heksabromsyklododekan (HBCD), polybromerte difenyletere (PBDE), og polybromerte bifenyler (PBB). Forskning innenfor disse flammehemmende stoffene er hovedsakelig knyttet til PBDE forbindelser. Det er 209 forskjellige kjemiske former (kongenere) av PBDE, navngitt i henhold til forbindelsens antall bromatomer og deres plasseringer i ringstrukturene. De vanligste kongenerne som finnes i mennesker og i naturen er PBDE-47, 99 og 100, men det måles typisk også kongenere 153 og 154. Tabell 8 viser gjennomsnittinnholdet (og minimum og maksimum nivåer) av PBDE kongenere (PBDE-28, 47, 99, 100, 153 og 154) i fullfôr. Resultatene viser sum PBDE som varierer fra 640 pg/g prøve til 7880 pg/g prøve. Kongenerprofilen viste at PBDE-47 var den dominerende kongeneren med en variasjon fra 420 pg/g prøve til 5400 pg/g prøve. Denne kongeneren utgjør mer enn 70% av sum PBDE i fiskefôr. Denne andelen av PBDE-47 av sum PBDE er tilsvarende den som er funnet i laksefilet. Det finnes foreløpig ikke grenseverdier for bromerte flammehemmere i verken fôr eller mat.

Tabell 8. Gjennomsnittsinhold samt min. – maks. av PBDE kongenere (pg/g prøve) i 22 prøver av fullfôr tatt i 2003

Prøve	PBDE-28 (pg/g)	PBDE-47 (pg/g)	PBDE-100 (pg/g)	PBDE-99 (pg/g)	PBDE-154 (pg/g)	PBDE-153 (pg/g)	Sum PBDE (pg/g)
Fiskefôr	157	1763	301	317	149	117	2700
Gjennomsnitt							
Min.-maks.	42-752	422-5379	<31-1037	72-966	<63-337	<63-158	635-7880

### Uorganiske fremmedstoffer

#### Arsen (As)

Det ble analysert 40 fôrprøver for arsen i 2003 (Tabell 9). Resultatene varierte fra 3,4 til 8,3 mg/kg med en middelværdi på 5,8 mg/kg fullfôr. Norge og EU har en foreløpig øvre grenseverdi på 6,0 mg/kg (88 % tørrstoff). Det fremgår av resultatene at det i en rekke av prøvene er målt arseninnhold som ligger over dagens grenseverdi. Norge har foreslått overfor EU å endre denne grenseverdien endres til 10 mg/kg. Da, vil man ta høyde for normal forekomst av arsen i marine fôringredienser. Årets resultater for arsen viser et gjennomsnittsnivå tilsvarende det som ble funnet i 2001 på 5,5 mg/kg fullfôr, men høyere enn det som ble funnet i 2002 på 3,6 mg/kg fullfôr. Dette kan indikere at bidraget av øyepål og kolmule i fiskemel har vært høyere i 2003 og 2001 sammenlignet med 2002. Arseninnholdet i forskjellige arter av industrifisk er publisert fra NIFES i 2004. Innholdet av arsen i fiskefôr skyldes bidragene fra marine fôringredienser som fiskemel og fiskeolje (Tabell 10). Som et resultat av naturlige metabolske prosesser i akvatisk miljø forekommer arsen som et stort antall kjemiske former både uorganiske og organiske former. I dag er det identifisert og karakterisert mer enn 25 forskjellige arsen spesier i miljøet. Spesieringsdata for arsen er av stor betydning på grunn av stor forskjell i toksisitet mellom de forskjellige kjemiske former av arsen. Dette synliggjøres klart ved å se på LD50 verdiene for de forskjellige arsenspesiene. Retensjonen av arsen hos mennesker er forskjellig fra den hos fisk. Mens uorganisk arsen utskilles forholdsvis hurtig hos fisk er utskillelsen av uorganisk arsen langsommere enn organisk arsen hos mennesker. Organisk arsen som for eksempel arsenobetain akkumuleres i marine organismer. Dette er i motsetning til varmblodige dyr som skiller raskt ut arsenobetain fra sjømat gjennom urinen.

NIFES arbeider gjennom et strategisk instituttprogram finansiert av Norges forskningsråd innen trygg sjømat med analysemetodikk for ulike arsenformer og biologiske forsøk med fisk, som støtter opp om forslaget til økte grenseverdier for arsen. Fiskefôr kan analyseres for forskjellige kjemiske former av arsen fra 2004.

Tabell 9. Innhold av de uønskete spormetallene arsen, kadmium, kvikksølv og bly i fiskefôr 2003. Verdiene er gitt som mg/kg prøve(n=40)

Spormetall	Gjennomsnitt (mg/kg)	Minimum (mg/kg)	Maksimum (mg/kg)	EUs øvre grenseverdi basert på 12% vanninnhold (mg/kg)
Arsen	5,8	3,4	8,3	6,0
Kadmium	0,23	0,09	0,60	0,5
Kvikksølv	0,06	0,04	0,10	0,1
Bly	0,08	0,04	0,13	5,0

#### Kadmium (Cd)

Kadmiuminnholdet i fullfôr er vist i Tabell 9 og i fôringredienser er vist i Tabell 10. Resultatene i fullfôr varierte fra 0,09 til 0,60 mg/kg med en middelvei på 0,23 mg/kg prøve. Norge og EU har en gjeldende øvre grenseverdi på 0,5 mg/kg fullfôr (88 % tørrstoff). Resultatene viste at fire av prøvene i utgangpunktet var over grenseverdien på 0,5. To av fôrene på 0,58 og 0,60 mg Cd/kg er over grenseverdien selv om man tar hensyn til 12% innhold av vann. Basert på nyere studier med kadmium hos laks har Norge foreslått en øvre grenseverdi på 1,0 mg/kg fullfôr, slik at man har større fleksibilitet med hensyn til valg av marine ingredienser i fôr til oppdrettsfisk. Kadmiuminnholdet i fiskemel varierte fra 0,18 mg/kg til 1,1 mg/kg prøve med et gjennomsnitt på 0,31 mg/kg prøve, mens kadmiuminnholdet i to prøver av ensilasje viste kadmiumverdier på henholdsvis 0,05 og 0,09 mg/kg prøve. Kadmiuminnholdet i fiskeolje og vegetabilsk olje var lave, unntatt en prøve av fiskeolje som viste et svært høyt kadmiuminnhold, men som mest sannsynlig var kontaminert før den kom til laboratoriet.



Tabell 10. Innhold av de uønskete spormetallene arsen, kadmium, kvikksølv og bly i fiskemel, ensilasje, fiskeolje og rapsolje i 2003. Verdiene er gitt som mg/kg prøve

<b>Fôringrediens</b>	<b>Arsen (mg/kg)</b>	<b>Kadmium (mg/kg)</b>	<b>Kvikksølv (mg/kg)</b>	<b>Bly (mg/kg)</b>
Fiskemel (n=10)				
Gjennomsnitt	7,7	0,31	0,13	0,10
Min.-maks.	(3,6-18,2)	(0,16-1,1)	(0,04-0,16)	(0,04-0,16)
Ensilasje (n=2)				
Min.-maks.	3,2-3,3	0,05-0,09	0,05	0,11
Fiskeolje (n=2)				
Min.-maks.	9,1-12	<0,01-9,0	<0,03-0,12	<0,04-0,16
Rapsolje (n=3)				
Min.-maks.	<0,03-0,12	<0,01	<0,03	<0,04

#### Kvikksølv (Hg)

Kvikksølvinnholdet i fullfôr er vist i Tabell 9 og i fôringredienser i Tabell 10. Resultatene varierte fra 0,04 til 0,10 mg/kg fullfôr med en middelvei på 0,06 mg/kg fullfôr. Årets resultater var sammenfallende med de resultater som ble funnet for tidligere år. Det var ingen av prøvene dette året som hadde kvikksølvverdier som oversteg 0,1 mg/kg. Norge og EU har en øvre grenseverdi på 0,1 mg/kg i fullfôr (88 % tørrstoff). Norge mener at en grenseverdi på 0,1 mg/kg fullfôr bør kunne økes til 0,5 mg/kg fullfôr. Dette bl.a. på bakgrunn av at CODEX og EU har fastsatt en øvre grenseverdi i sjømat til 0,5 mg/kg spiselig vare (våt vekt). Fôrtoksikologiske studier på laks ved NIFES har vist at kvikksølvkonsentrasjoner i fullfôr på 0,5 mg/kg ikke gir toksiske effekter på laks. I tillegg vil alternative marine fôringredienser, som for eksempel krill, blåskjell etc. lett kunne bli ekskludert for fôrråstoff. Kvikksølvinnholdet i marine fôringredienser er lave. Fiskemel viste et gjennomsnittlig kvikksølvinnhold på 0,13 mg/kg prøve med en variasjon fra 0,04 til 0,16 mg/kg (Tabell 10). Kvikksølvinnholdet i fiskeolje varierte mellom <0,03 mg/kg og 0,12 mg/kg prøve, mens en vegetabilsk olje (rapsolje) inneholdt < 0,03 mg/kg prøve.

#### Bly (Pb)

Blyinnholdet i fullfôr er vist i Tabell 9 og i fôringredienser er vist i Tabell 10. Resultatene varierte fra 0,04 til 0,13 mg/kg med en middelvei på 0,08 mg/kg fullfôr. Norge og EU har en øvre

grenseverdi på 5,0 mg/kg fullfôr (88 % tørrstoff). Dette viser at marine føringredienser har lave nivåer av bly, så lenge skjell eller skjellprodukt ikke blir brukt som ingredienser i fiskefôr. Det fremgår av resultatene at ingen av prøvene hadde et blyinnhold som oversteg grenseverdien. Resultatene fra årets analyser for bly viser tilsvarende nivåer som er funnet i de foregående årene (1999-2002) på henholdsvis 0,13, 0,09, 0,10 og 0,05 mg/kg fullfôr.

### **Radioaktive stoffer**

#### **Technetium**

Innhold av technetium<sup>99</sup> ble analysert i 10 prøver, fem fôr, tre fiskemel og to ensilasjeprøver. I fôrene ble det funnet verdier fra 0,23 til 0,35 Bq/kg, med et snitt på 0,30 Bq/kg. I fiskemelene var det kun 0,20 Bq/kg i to prøver og ikke detekterbart (<0,19) den tredje, mens det ble funnet et gjennomsnitt på 0,43 Bq/kg i de to ensilasjeprøvene.

### **Tilsetningsstoffer**

#### **Fargestoffer**

##### **Astaxanthin og cantaxanthin**

Det ble analysert henholdsvis 53 og 43 prøver for astaxanthin og cantaxanthin. For de analyserte prøvene for astaxanthin varierte innholdet fra <1,5 mg/kg til 75,8 mg/kg fôr. Det ble funnet cantaxanthin (20 og 26 mg/kg) i to av de analyserte fôrene ellers var innholdet av cantaxanthin lavere enn bestemmelsesgrensen på 3 mg/kg fôr. Grenseverdien på 100 mg/kg for astaxanthin, og blandinger av astaxanthin og cantaxanthin ble ikke overskredet i 2003 når det tas hensyn til forskriftens toleransegrense for avvik for denne parameteren. En gjør oppmerksom på at EU har satt en øvre grenseverdi på cantaxanthin på 25 mg/kg fullfôr som gjelder fra desember 2003.

### **Antioksidanter**

#### **Etoxyquin**

Bestemmelse av sum etoxyquin har vært utført på 21 fullfôr, 9 fiskemel, 2 ensilasjer og 2 fiskeoljer i 2003. Ingen av resultatene for sum etoxyquin i fiskefôr har ligget over grenseverdien på 150 mg/kg, som gjelder summen av de syntetiske antioksidanter. I de fleste tilfeller har innholdet av etoxyquin i fôrprøvene ligget langt under denne grenseverdien, med en minimumsverdi på 10 mg/kg og en maksimumsverdi på 98 mg/kg fullfôr. Dette er noe høyere verdier enn de som ble funnet i 2002, hvor innholdet av etoxyquin varierte fra 3 mg/kg til 30 mg/kg fiskefôr. Etoxyquin innholdet i fiskemel varierte fra 35 mg/kg til 243 mg/kg prøve, mens

innholdet i de to prøvene av ensilasje var henholdsvis 5 mg/kg og 13 mg/kg prøve og i fiskeolje var innholdet lavt (0,01 og 1,3 mg/kg prøve).

NIFES har arbeidet med å validere metoder for de syntetiske antioksidantene butylert hydroksyanisol (BHA) og butylert hydroksytoluen (BHT), og disse stoffene vil bli inkludert i overvåkningsprogrammet for fiskefôr og fôringredienser i 2004.

### **Essensielle stoffer med øvre grenseverdier**

#### Sink

Resultatene for sink (Tabell 11) varierte fra 44 til 235 mg/kg fiskefôr med en middelvei på 165 mg/kg fiskefôr. Norge har en gjeldende øvre grenseverdi på 250 mg/kg, mens EU har redusert den øvre grenseverdien for sink til 200 mg/kg i 2003. Denne grenseverdien vil være gjeldende i norsk rett med det første. Årets resultater viser at sinkinnholdet i fiskefôr har økt fra en middelvei på 139 mg/kg i 2002 til 165 mg/kg fiskefôr i 2003. Dette er en økning på nærmere 20 %. Siden EU har senket sin øvre grenseverdi for sink til 200 mg/kg fullfôr (88% tørrstoff) og det krever at fôrprodusentene reduserer sin tilsetning av sink tilsvarende. Et sinkinnhold i fôr til laks på ca. 200 mg/kg vil dekke fiskens sinkbehov under de fleste forhold. Tabell 11 viser videre en variasjon av sinkinnholdet i fiskemel fra 65 til 93 mg/kg prøve, i ensilasje fra 203 til 230 mg/kg prøve, i fiskeolje fra 2 til 56 mg/kg prøve og i vegetabilsk oljer fra <1,5 til 4,0 mg/kg prøve.

Tabell 11. Innhold av spormetaller med øvre grenseverdier (sink, mangan, kobber, kobolt, selen) i fiskefôr 2003. Verdiene er gitt som mg/kg prøve. Minimums- og maksimumsverdier er gitt i parentes

Prøve (n)	Sink (mg/kg)	Kobber (mg/kg)	Mangan (mg/kg)	Kobolt (mg/kg)	Selen (mg/kg)
Fiskefôr (n=40)	162 (44-255)	9,8 (4,7-15,3)	45 (12-79)	0,45 (0,1-1,6)	1,3 (0,8-3,3)
Fiskemel (n=10)	77 (65-93)	3,6 (2,7-4,9)	10 (4,1-39)	0,19 (0,06-1,2)	2,4 (0,8-3,2)
Ensilasje (n=2)	203-230	14-16	5,6-6,5	0,06-0,08	1,2-1,5
Fiskeolje (n=2)	2-56	<0,3-28	0,2-4,7	0,15-i.b. <sup>1</sup>	0,12-2,2
Vegetabilsk olje (n=3)	3 (<1,5-4)	<0,3	0,6 (0,1-1,2)	i.b. <sup>1)</sup>	<0,1
Øvre grenseverdi <sup>2)</sup>	250; er redusert til 200	35; er redusert til 25	250; er redusert til 100	10; er redusert til 2	0,5

<sup>1</sup> i.b. : ikke bestemt <sup>2</sup> Nye grenseverdier i EU fra 2003

### Kobber

Resultatene for kobber (Tabell 11) varierte fra 4,7 til 15,3 mg/kg fullfôr med en middelvei på 9,8 mg/kg prøve. EU reduserte 25.07.2003 øvre grenseverdi for kobber fra 35 til 25 mg/kg. Den nye verdien vil bli gjeldende også for Norge med det første. Det fremgår av resultatene at ingen av prøvene som ble målt hadde et kobberinnhold som var over dagens grenseverdi, selv om denne er senket til 25 mg/kg. Kommisjonens vedtak er i tråd med norsk forslag om å senke den øvre grenseverdien for kobber i fullfôr siden fiskens kobberbehov er dekket med ca. 5 mg/kg fullfôr. Fôringforsøk på laks gjort ved NIFES har vist negative effekter i tarmvev (indusert metallothionein, økt celledeling og økt programmert celledød, apoptosis) hos fisk eksponert for fôr tilsatt 35 mg Cu/kg fullfôr. I tillegg er utnyttelsen av kobber (absorpsjonen) fra fôr tilsatt 35 mg Cu/kg fullfôr lav (20 %), og kan derfor være en miljøbelastning. Resultatene funnet dette året tilsvarer det som ble funnet av kobber i fullfôr i 2002 (middelvei på 9,3 mg/kg fullfôr; variasjon fra 4,4 til 15,6 mg/kg prøve). Tabell 11 viser videre en variasjon av kobberinnholdet i fiskemel fra

2,7 til 4,9 mg/kg prøve, i ensilasje fra 14 til 16 mg/kg prøve, i fiskeolje fra 0,3 til 28 mg/kg prøve og <0,3 mg/kg i vegetabiliske oljer.

### Mangan

Resultatene for mangan varierte fra 12 til 79 mg/kg fullfôr med en middelværdi på 45 mg/kg prøve (Tabell 11). EU har redusert øvre grenseverdi for fisk fra 250 til 100 mg/kg. Dersom EUs øvre grenseverdi for mangan i fullfôr reduseres videre til 25 mg/kg slik Norge har foreslått, vil ca. 88% av prøvene ligge over grenseverdien. Bakgrunnen for det norske forslaget er at manganbehovet hos laks ligger i området 3-5 mg/kg fullfôr. Manganinnhold i fôret utover behovet utgjør derfor en miljøbelastning og kan også være en belastning for fiskens helse. Tabell 11 viser videre en variasjon av manganinnholdet i fiskemel fra 4,1 til 39 mg/kg prøve, i ensilasje fra 5,6 til 6,5 mg/kg prøve, i fiskeolje fra 0,2 til 4,7 mg/kg prøve og i vegetabilisk oljer fra 0,1 til 1,2 mg/kg prøve.

### Kobolt

Koboltnivåene i fullfôr og ingredienser i 2003 er vist i Tabell 11. Resultatene varierte fra 0,1 til 1,6 mg/kg med en gjennomsnittsverdi på 0,45 mg/kg fullfôr. Dette er svært nær det kobolttinnholdet som ble funnet i fullfôr i 2002 med en gjennomsnittsverdi på 0,44 mg/kg fullfôr. Kobolttinnholdet i fullfôr er redusert til mindre enn halvparten fra 2001 (0,90 mg/kg fullfôr) til 2002 og 2003. Fisken får trolig dekket sitt koboltbehov også med fôrene med lavest konsentrasjon. Det må imidlertid tilføyes at det er svært få behovsdata for kobolt hos fisk. EU har redusert sin øvre grenseverdi fra 10 til 2 mg/kg fullfôr. Tabell 11 viser videre en variasjon av kobolttinnholdet i fiskemel fra 0,06 til 1,2 mg/kg prøve, i ensilasje 0,06 og 0,08 mg/kg prøve, i en fiskeolje 0,15 mg/kg. Kobolt ble ikke bestemt i vegetabiliske oljer.

### Selen

Selen ble bestemt i 40 prøver av fullfôr i 2003 (Tabell 11). Resultatene varierte fra 0,80 til 3,3 mg/kg med en middelværdi på 1,3 mg/kg fullfôr. Øvre grenseverdi for selen er på 0,5 mg/kg. Det betyr at alle de analyserte fôrprøvene oversteg den øvre grenseverdien for selen. Øvre grenseverdi gjøres imidlertid gjeldende kun i de tilfeller hvor fôret tilsettes ekstra selen. Dersom øvre grenseverdi hadde blitt endret til 1,5 mg/kg slik Norge har foreslått, vil fortsatt 20 % av prøvene ligget over denne grenseverdien. I 2002 hadde ca. 25 % av fôrene en selenkonsentrasjon høyere enn 1,5 mg/kg prøve. Ettersom vi finner så høye verdier som 3,2 mg Se/kg i fiskemel er det ikke mulig å si noe sikkert om selen har vært tilsatt fôrene. Fiskemel og -olje bidrar med betydelige mengder selen, med gjennomsnittsverdier på henholdsvis 2,4 og 1,2 mg/kg. Det er også et mulig

bidrag fra vegetabiliske råvarer. Dette bør følges opp med flere analyser av føringredienser og fullfôr i 2004.

### Vitamin A

Vitamin A er en generell term som omfatter alle substanser med same kvalitative egenskaper som retinol (vitamin A<sub>1</sub>). Retinol kan foreligge som en blanding av flere forskjellige geometriske isomerer der hovedformene er *all-trans*, 9-, 11- og 13 *cis* retinol. Fisk har i tillegg evnen til å danne 3,4 didehydroretinol (vitamin A<sub>2</sub>) fra retinol og inneholder ofte større mengder A<sub>2</sub> enn A<sub>1</sub>. Alle disse ulike formene har biologisk effekt og bør derfor summeres ved kvantitativ analyse av vitamin A.

Det ble analysert 20 prøver av fullfôr for vitamin A i 2003 og resultatene er vist i tabell 12. De kjemiske formene av retinol som ble analysert var *all-trans* retinol, *all-trans* 3,4 didehydroretinol, 9-*cis* og 13-*cis* retinol. Resultatene viste at bidraget fra *all-trans* formene til total innholdet av vitamin A er størst, men det samlede bidraget fra *cis*-isomerene kan også være betydelig. Vitamin A innholdet varierte fra 7 til 57 mg/kg prøve, med et gjennomsnitt på 16 mg/kg fullfôr. Dette er betryggende med tanke på fiskens behov (0,75 mg/kg), men siden den øvre grenseverdien for vitamin A inntak hos laks ikke er fastsatt er det ikke mulig å si om fôr med høyt vitamin A innhold representerer en helsefare for fisken.

Tabell 12. Innhold av vitaminer (vitamin A som *all-trans*, 9- og 13-*cis* retinol og vitamin D<sub>3</sub>) i fiskefôr prøvetatt i 2003. Verdiene er gitt som mg/kg prøve

<b>Vitamin</b>	<b>Gjennomsnitt (mg/kg)</b>	<b>SD (mg/kg)</b>	<b>Minimum (mg/kg)</b>	<b>Maksimum (mg/kg)</b>
Vitamin A (n=20)	16	11	7	57
Vitamin D <sub>3</sub> (n=20)	0,48	0,22	0,11	1,04

### Vitamin D<sub>3</sub>

Øvre grenseverdi for vitamin D<sub>3</sub> i fiskefôr er 3000 I.E./kg, noe som tilsvarer 0,075 mg/kg fôr. Alle de 20 analyserte prøvene hadde høyere innhold av vitamin D<sub>3</sub> enn den øvre grenseverdien (Tabell 12). Grenseverdien gjøres imidlertid gjeldende bare i de tilfeller der vitamin D har vært tilsatt

fôrblendingene. Marine oljer har naturlig høyt innhold av vitamin D (f. eks. tran) og tilsetning av vitamin D til fôr basert på marine råstoffer er derfor unødvendig.

Vitamin D<sub>3</sub> ble inkludert i overvåkningsprogrammet for å se hvordan vitamin D<sub>3</sub> innholdet gjenspeiler type fôringredienser i fiskefôr. Vitamin D<sub>3</sub> innholdet varierte fra 0,11 mg/kg til 1,0 mg/kg, med et gjennomsnitt på 0,48 mg/kg og et standardavvik på 0,22 mg/kg fullfôr. Innholdet av vitamin D<sub>3</sub> som ble funnet i 2003 er betydelig høyere enn det innholdet som ble funnet i 2002 (gjennomsnitt 0,16 mg/kg; min-max 0,05-0,25 mg/kg).

Det har vært et visst fokus på nivået av vitamin D i fiskefôr i oppdrettsnæringen, siden vitaminet også er viktig for bl.a. beindannelsen hos fisk og man opplever problemer med beindeformiteter hos oppdrettslaks. Det er bevilget strategiske forskningsmidler fra Norges forskningsråd (2003-2007) for å avklare forholdene rundt vitaminene A, D og K og utviklingen av beindeformitet hos oppdrettslaks.

### **Stoffer som av ulike årsaker kan få fremtidig fokus og hvor man trenger**

#### **bakgrunnsdata**

##### Bor

Resultatene for bor er vist i Tabell 13. Analyser av 33 fôrprøver gav en middelerdi av bor på 4,5 mg/kg, med variasjon fra 1,9 mg/kg til 7,9 mg/kg prøve. Dette konsentrasjonsområdet var tilsvarende det som ble rapportert for bor i fullfôr i 2002. Bor er et nødvendig sporelement for planter, men eventuelt behov for fisk er ikke kjent. Det er viktig å få et innblikk i innhold og variasjon av bor i fiskefôr, spesielt med tanke på fremtidig fokus på bors eventuelle betydning i beinvev.

##### Vanadium

Analyser av 33 fôrprøver gav en middelerdi av vanadium på 1,8 mg/kg prøve og med en variasjon fra 0,1 mg/kg til 4,2 mg/kg fullfôr produsert i 2003 (tabell 13), mens variasjonen i fullfôr produsert i 2002 varierte fra 0,2 til 5,4 mg/kg fullfôr. Vanadium er et nødvendig spormetall, men behovet for fisk er ikke kjent. Resultatene viser en forholdsvis stor variasjon i norsk produserte fullfôr.

### Krom

Analyse av krom i 33 fôrprøver gav en middelværdi på 2,8 mg/kg (tabell 13). Konsentrasjonen av krom varierte fra 0,2 mg/kg til 7,3 mg/kg fullfôr produsert i 2003, mens variasjonen i fiskefôr produsert i 2002 varierte fra 0,1 til 3,1 mg/kg tørrfôr og med middelværdi på 1,1 mg/kg fullfôr. Krom er et nødvendig spormetall for fisk, selv om behovet for fisk foreløpig ikke er kjent. I likhet med vanadium gjenspeiler analysedata av krom stor variasjon i dagens fiskefôr.

Tabell 13. Innhold av bor, vanadium og krom i fiskefôr (mg/kg) tatt i 2003. Verdiene er gitt som mg/kg prøve

<b>Element</b>	<b>Gjennomsnitt (mg/kg)</b>	<b>Minimum (mg/kg)</b>	<b>Maksimum (mg/kg)</b>	<b>EUs øvre grenseverdi (mg/kg)</b>
Bor (n=33)	4,5	1,9	7,9	Ingen
Vanadium (n=33)	1,8	0,1	4,2	Ingen
Krom (n=33)	2,8	0,2	7,3	Ingen

### Fettsyrefordeling av total fett i fôråstoffer

Det ble analysert fettsyresammensetning av 2 ensilasjer, 2 fiskeoljer og 3 vegetabiliske oljer (raps- og en palmeolje). Tabell 14 viser den prosentvise sammensetningen av utvalgte fettsyreklasser i de forskjellige fôrvarene. Resultatene viser stor variasjon i fordelingen av fettsyrer aggregert i klasser mellom oljene. For de mettede fettsyrene er det fettsyren 16:0 som bidrar mest. Innholdet av 16:0 bidrar med mer enn 50% av sum mettede fettsyrene og varierer fra 12,2 til 17,4 prosent av sum fettsyrer. Blant de enumettede fettsyrene er det 18:1 som bidrar mest, med en andel som er høyere enn 50% av sum enumettede fettsyrer. Enumettede fettsyrer utgjør mellom 24 og 45% av sum fettsyrer totalt. Det prosentvise innholdet av flerumettede fettsyrer, spesielt 20:5n-3 og 22:6n-3, utgjør mellom 0 og 41 % av sum fettsyrer. Vi ser således at økende andel marine fôringredienser vil bidra til at forholdet n-3/n-6 blir høyere (Tabell 14).



Tabell 14. Prosentvis fordeling av fettsyrer i de analyserte fôrvarene

Fettsyrer	Ensilasje	Fiskeolje	Rapsolje	Palmeolje
Mettede	20,5-20,8	29,7-30,8	7,6-7,9	97,4
Enumettede	45,2-47,4-45	22,2-23,6	61,5-62,8	1,5
Flerumettede	29,8-31,6	42,0-42,2	29,5-30,7	
Forholdet n-3/n-6 fettsyrer	3,8-4,1	13,1-16,0	0,5	

### **Redelighet- kontroll av deklarererte næringsstoffer**

#### Hovednæringsstoffer

##### Protein, fett, vann og aske

Dette året har antall bestemmelser av deklarererte næringsstoffer (dvs, protein, fett, vann og aske) blitt sterkt redusert fra ca. 220 bestemmelser av fullfôr i 2002 til 40 bestemmelser i 2003. Dette skyldes hovedsakelig at for 2003 ble det fokusert på større aktivitet knyttet til bestemmelser av fremmedstoffer.

Proteininnholdet varierte fra 33,4 til 51,6 g/100 gram prøve. I 2002 varierte proteininnholdet fra 33 til 49 g/100 gram prøve. Avvikene fra deklarerert verdier er gitt i Tabell 15.

Det ble analysert 40 fullfôr for fett. Mengde fett ble bestemt med bruk av syrehydrolyse og det betyr at denne analysemetoden ekstraherer kvantitativt både nøytrale (f.eks. triglyserider) og polare lipider (f.eks. fosfolipider). Fettmengden i de analyserte fullfôrene varierte fra 22 g/100 gram prøve til 38,9 g/100 gram prøve. Avviket fra deklarerert verdi for de ulike fôrene er gitt i Tabell 15.

Vanninnholdet varierte mellom 3,8 og 9,5 g/100 gram prøve. Det er frivillig å deklare vanninnhold når vanninnholdet er under 14 %.

Analyseresultatene for aske viste en variasjon fra 5,0 til 9,7 g/100 gram prøve. Avvikene fra deklarererte verdier er gitt i Tabell 15.

Tabell 15. Antall fôrprøver som avvok fra deklarasjonen for protein, fett og aske (antall avvik/antall prøver analysert)

Fabrikk	Protein		Fett		Aske
	< dekl	> dekl	< dekl	> dekl	> dekl
<b>Biomar</b>					
Karmøy	1/5	0/5	0/4	0/4	0/5
Myre	0/9	0/9	0/4	0/4	0/5
<b>Ewos</b>					
Bergneset	1/10	0/10	1/4	0/4	0/9
Florø	0/7	0/7	4/8	0/8	0/4
Halsa	1/4	0/4	2/7	1/7	1/7
<b>Polarfeed</b>	0/1	0/1	0/0	0/0	0/1
Øksfjord					
<b>Skretting</b>					
Averøy	4/13	0/13	3/9	0/9	0/13
Stavanger	0/4	0/4	1/4	0/4	0/13
Stokmarknes	0/7	0/7	2/3	0/3	0/7

### Tilsetningsstoffer

#### Pigment

Det ble påvist to avvik i forhold til deklart mengde astaxanthin i fôret (Skretting Averøy og Skretting Stokmarknes)

### Genmodifiserte fôrvarer

I 2003 da disse fôrprøvene ble kontrollert, var grense for merkekrav 2 % på hver av ingrediensene. Veterinærinstituttet som har gjennomført kontrollanalysene bruker en spesialutviklet kvantitativ PCR teknikk.

#### Fôrprøver

Ti fôrprøver er analysert, hvorav man påviste soya DNA i alle og videre spor av Round-up ready soya i ni av de ti. Nivået varierte fra 0,003% til < 1,1%.

Mais DNA ble også påvist i alle 10 fôrprøver. Transgent mais ble påvist i 6 av 10 fôrprøver, hovedsakelig av type mon810, som er de dominerende type av genmodifisert mais på markedet. Kun i 3 av fôrprøvene ble Bt-11 og/eller Bt-176 påvist, alle disse modifiseringene uttrykker imidlertid det samme proteinet (lektin) som skal "uskadeliggjøre" mais-pyraliden ("corn-borer").

Metodens følsomhet er avhengig av innblandingsnivået av et fôrmiddel. Dersom det lite av et fôrmiddel i en prøve vil påvisningsgrensen for genmodifisert andel bli høyt. Man kan for enkelte prøver påvise genmodifisert materiale som ikke lar seg kvantifisere, men laboratoriet har valgt å

oppgi en teoretisk grense prøven ikke kan være over. To av 10 prøver ble således rapportert som <20 og <44%.

Regelverket har ingen krav til merking av vektoren som brukes ved modifisering. Den mest brukte er CaMV (Cauliflower Mosaikk Virus). Promotorgen for P35S fra CaMV ble påvist i 7 av fôrprøvene.

### Soya

Soya er en svært mye brukt fôrråvare, og er en av få ”oljevekster” som har høyt proteininnhold, og som ansees å ha en relativt god proteinkvalitet og aminosyreprofil (med unntak av methionin, som kan tilsettes separat). Soya har heller ikke en svært problematisk antinæringsstoffandel, sett i relasjon til den prosessering som brukes ved produksjon av fiskefôr. Med basis i dette, pris og tilgjengelighet, tilsettes nesten alt fiskefôr brukt i Norge soya (som proteinkilde i tillegg til fiskemel). Verdensmarkedet for soya er stort, og over 60 % av dette er genmodifisert, og andelen er økende. Av dette dominerer Round-up ready soya, som uttrykker et protein som gjør planten resistent for sprøytemiddelet Round-up. Selv om fôrfirmaene får garantier for ”GMO-free” soya partier, vil det teknisk sett være svært vanskelig å unngå spor av RR-soya, spesielt siden møllene i USA og andre land blander soya fra ulike leverandører og mottar både genmodifisert og ”GMO-free” soya.

Ti prøver av soya råvare er analysert. I ni av ti soya-råvarer ble det funnet spor av Round-up ready soya. Nivåene i alle disse var under 0,3%, og dermed under grensen for krav til merking.

### Mais

Ni prøver av mais-råvarer ble undersøkt. Mais er en viktig bestanddel i fiskefôr, både som stivelses- og proteinkilde. Maisgluten er både billig og innehar en akseptabel aminosyreprofil, (med unntak av det kan være nødvendig å supplere lysin). Over 40 % av maismarkedet på verdensbasis består av transgen mais, hvorav mon810 dominerer, men der også Bt-mais (ulike typer) utgjør en viss andel. Begge modifiseringene koder for lektinet som uskadeliggjør maispyraliden. I alle maisprøvene ble det enten påvist genmodifisert mais (6 av 9 prøver) og/eller CaMV (i alle 9 prøvene), men det er for lite DNA til at innholdet kan kvantifiseres.

Hvete

Ti prøver av hveteførkorn ble analysert. Hvete er i marginal grad genmodifisert, og det vil ikke være vanskelig å få garantier for ”GMO-free” hvete, da andelen genmodifisert hvete er ”usynlig” på verdensmarkedet. Ikke i noen av prøvene ble det påvist promotoren CaMV. Ingen genmodifisering var påvist i noen av prøvene.

## ANBEFALTE SATSNINGER

### Forbudte og uønskete stoffer

Sett i relasjon til de store volumer (>700.000 tonn) fiskefôr som årlig brukes i Norge, er kontroll av 10 fôrprøver for GMO svært begrenset. Dette antallet anbefales økt, spesielt fordi majoriteten av de undersøkte fôrene inneholder enten RR-soya og/eller GM-mais (ulike typer). Videre påvises CaMV påvises i de fleste fôr og noen fôr inneholder også antibiotikaresistente gener, både fragmenter, men også intakte, noe som er forbudt ifølge lovverket.

Hvete som fôrvare er aktuell å bruke, men svært lite av markedet for hvete er av type GM, slik at 10 hveteprøver er tilstrekkelig. Både soya og mais (gluten) anvendes i nesten alt vekstfôr til fisk i Norge, og spesielt for mais er det til nå ikke kvantifisert mengde GM i råvaren (men en prøve antyder så mye som 44 %). For både mais og soya-råvare anbefales derfor prøveantallet å økes. Man kan da få grunnlag for å vite om det er tilfeldig at nesten alle prøver får positive utslag, eller om disse prøvene er representative for næringen? Dette er ikke mulig å konkludere med på basis av så få prøver. Anbefalingene fra NIFES blir derfor å styrke dette grunnlaget med analyse av minimum et tredoblet antall fôrprøver, og tilsvarende styrking av analyse av råvarer av mais og soya.

For å støtte risikovurdering og håndtering nasjonalt og internasjonalt (det vil si det europeiske mattilsynet (EFSA) og EU-kommisjonen) er det viktig at Norge har et godt datagrunnlag på kontaminanter i fôr (både organiske og uorganiske stoffer). Dette brukes blant annet til å sette grenseverdier. Norske data på dioksin og dioksin-lignende PCB i fôr og mat er et eksempel på hvor viktige slike data er. Data generert blant annet i norske overvåkningsprogrammer brukes for å sette grenseverdier i EU. Det forventes økt bruk av vegetabiliske og alternative marine råvarer i fiskefôr i fremtiden, og dette medfører utfordringer med hensyn til hvilken "uønskede stoffer" som bør overvåkes. Det bør blant annet undersøkes nivå av pesticider (toksafen, dieldrin, eldrin og endosulfan), bromerte flammehemmere (en stoffgruppe hvor konsentrasjonene øker i miljøet) og PAH (her bør de PAH formene som mest humantoksiske inkluderes som f. eks. benzo(a)pyren o.a.

Metaller i marine råvarer og fiskefôr forligger som regel ikke i den kjemiske form som ofte benyttes ved toksikologiske evalueringer. Det er viktig at det blir framskaffet informasjon om biotilgjengelighet, distribusjon, og potensielle toksiske effekter av de(n) aktuelle biologiske

form(er) av metaller som forligger i fiske fôr (for eksempel uorganisk bundet arsen, proteinbundet metylkvikksølv eller kadmium etc.). Derfor bør satsningen for fremtidig aktivitet på uorganiske fremmedstoffer i fullfôr og fôringredienser også å inkludere kjemiske former av de nevnte metallene og ikke bare total konsentrasjon av disse stoffene.

### Tilsetningsstoffer

Japan som marked for norsk oppdrettslaks har fokusert på restkonsentrasjoner av syntetiske antioksidanter i laksefilét. Dette betyr at Overvåkningsprogrammet må fokusere sterkere på de syntetiske antioksidantene BHA og BHT i tillegg til etoxyquin i fullfôr. En annen grunn for oppfølging av disse stoffene i fullfôr er at EU har øvre grenseverdier for summen av de syntetiske antioksidanter i fullfôr.

### Essensielle stoffer

I de tilfeller der øvre grenseverdier av essensielle stoffer overstiges må industrien informeres om situasjonen og at de ikke har anledning til å tilsette disse. Ettersom det er vanskelig å skille mellom naturlig innhold av næringsstoffer i fôrvarene og tilsetninger (f.eks. selen og vitaminer) gjennom kjemisk analyse av fôret, kan det være nødvendig å be om innsyn i fôrproducentenes resepter for mineral- og vitaminblandinger for å påse at disse ikke tilsettes. Det kan eventuelt foretas kontrollanalyse av vitamin- og mineralblandingen. Det finnes lite toksikologiske bakgrunnsdata (inkludert absorpsjonsdata) for å kunne etablere øvre grenseverdier for tilsetning av mineraler og vitaminer i forhold til data for å etablere behov. Det bør framkalles mer forskningsbaserte data på øvre grenseverdier for tilsetning av essensielle stoffer som f. eks. mangan og selen. Også her er det viktig å skille mellom forskjellige kjemiske og biologiske former, deres biotilgjengelighet og potensielle toksikologiske effekter.

### Mikrobiologi

Av undersøkte prøver hadde 2,7% et celletall for mugg som var høyere enn forskriftens generelle grenseverdi på 1000/g. Noen typer muggsopp har evne til å produsere potente toksiner under vekst i fôr eller matvarer. Det kan forventes at mykotoksiner i fiskefôr overføres til fisk og dermed kan representere et folkehelseproblem. Med et økende behov for å inkludere vegetabiliske ingredienser i fiskefôr, vil problematikken som gjelder mykotoksiner etter all sannsynlighet øke. Det bør derfor vurderes å inkludere et større utvalg av mykotoksiner i overvåkingen av fôr. I tillegg til aflatoxiner, bør en også vurdere mulige toksiske effekter for fisk og eventuell betydning for trygg sjømat for toksinene cyclopiazonsyre, ochratoksin A, zearalenone, fumonisiner og trichothecener.