



OVERVÅKNINGSPROGRAM FOR FÔRVARER TIL FISK OG ANDRE AKVATISKE DYR

ÅRSRAPPORT 2004

**Amund Måge, Kåre Julshamn,
Gro-Ingunn Hemre & Bjørn Tore Lunestad**

**NIFES,
Postboks 2029 Nordnes,
5817 Bergen
e-mail: ama@nifes.no
www.nifes.no**

Bergen, august 2005

N I F E S

NASJONALT INSTITUTT
FOR ERNÆRINGS- OG
SJØMATFORSKNING

FORORD

Denne rapporten er første rapport frå overvåkingsprogrammet for fiskefôr og fôrråstoff der Mattilsynet har vore oppdragsgjevar frå starten av året til rapporten er ferdig året etter. I høve til regelverk forhold den seg til Forskrift om fôrvarer som trådte i kraft i Norge 7. november 2002. Denne forskrifta blir oppdatert med nye endringar som skjer relativt hyppig i EU si fôrlovgiving, dersom ikkje Noreg vil prøva å halda særreglar, noko som normalt ikkje skjer. Forskrifta er fastsett av Landbruksdepartementet og Fiskeridepartementet i fellesskap, og gjelder også fôrvarer til fisk.

Overvåkingsprogrammet "Fôrvarer til fisk og andre akvatiske dyr" var ein del av Fiskeridirektoratets tilsyn med tilknytte verksemdar i følgje forskrifta fram til utgangen av 2003. Frå 01.01.2004 er denne verksemda lagt til Mattilsynet og inkluderer stikkprøvekontroll med inspeksjon, uttak av prøver og analyse av prøvene, med spesielt fokus på tryggleik og redegheiteit. Programmet har vore i gang sidan 1996 og er blitt utvida i tråd med utvida regelverk og har gradvis også begynt å inkludere meir fôringrediensar i tillegg til fullfôrblendingar. Dette betyr at fleire typar prøvar vart samla inn prøvetatt og analysert, sjølv om det totale talet på prøvar vart som tidlegare år, nemleg ein prøve pr. 1000 tonn produsert fiskefôr.

For 2004 vart prøvetaking utført i henhold til oppsett prøvetakingsplan. Mattilsynet tilsynsprogram anga fordeling av tal på prøvar og prøvetypar for dei ulike verksemdene og prøvetakinga vart utført av Mattilsynet sine Distriktskontor. Også Norsk Matanalyse i Tromsø og i Ålesund har vore involvert i programmet og har utført mikrobiologiske analyser, samt analysar av protein og vassinnhald i prøver frå dei fôrfabrikkane som soknar til laboratoriet. I tillegg er ein del analyser av fargestoff i fôra analysert ved desse laboratoria.

Teknisk ansvarlig for programmet ved Nasjonalt institutt for ernærings- og sjømatforskning (NIFES) har vore Anne Karin Syversen. Ho har også vore ansvarleg for prøveregistrering, prøvesplitting og prøveflyt til de forskjellige laboratorier, samt ansvarlig for bestemming av fargestoff og antioksidantar. Ann-Cathrine Bårdsgjære, Tone Galluzzi, May Britt Iversen og Elise Midthun var ansvarlig for de mikrobiologiske analysane. Annette Bjordal, Dagmar Nordgård, Kjersti Kolås, Lucia Bjørsvik og Karstein Heggstad for analyser knytt til pesticid, dioksin, PAH

og dioksinliknande PCB, Jorun Haugsnes for metallbestemmingane, og Idun Kallestad, Kjersti Ask og Else Leirnes for bestemmingane av vitamin, fett, fettsyrer, protein og aske. Veterinærinstituttet i Oslo har utført ARG-GMO og GMO bestemmingane samt analyser av mykotoksin og LabNett i Stjørdal har analysert prøvar av fiskemjøl og fôrblendingar for eventuelt innhald av kjøttbeinmjøl og blodmjøl.

Vi takkar alle som har delteke i gjennomføring av prosjektet.

NIFES, 14 juni. 2005

INNHOLDSFORTEGNELSE

FORORD	2
INNLEDNING.....	5
EKSPERIMENTELT	7
PRØVETAKINGSPLAN.....	7
ANALYSEPARAMETRAR.....	8
ANALYSEMETODAR.....	10
<i>Prøvepreparering og analysar av mikroorganismar i fôr</i>	10
<i>Analysemetoder-kjemi</i>	11
<i>Organiske miljøgifter</i>	13
<i>Næringsstoff og Antioksidantar</i>	14
RESULTAT MED KOMMENTARAR	17
FORBODNE FØRMIDLAR.....	17
<i>Fôr og førmidlar med gener som kodar for antibiotikaresistens (ARG-GMO)</i>	17
<i>Prosessert animalsk protein (Kjøttbeinmjøl og blodmjøl)</i>	17
UØNSKA STOFF	18
<i>Mikrobiologiske parametarar</i>	18
ORGANISKE FRAMANDSTOFF - PESTICID, MM.....	20
<i>Pesticid</i>	20
<i>Uorganiske framandstoff/metall</i>	26
<i>Radioaktive stoff</i>	29
TILSETNINGSSTOFF	29
<i>Fargestoff</i>	29
<i>Antioksidantar</i>	30
ESSENSIELLE STOFF MED ØVRE GRENSEVERDIAR	30
STOFF SOM AV ULIKE ÅRSAKER HAR/KAN FÅ FOKUS OG DER EIN TRENG BAKGRUNNSDATA	35
REDELEG HANDEL - KONTROLL AV DEKLARERTE NÆRINGSSTOFF.....	36
<i>Hovudnæringsstoff</i>	36
TILSETNINGSSTOFF	37
GENMODIFISERTE FØRVARER	37
TILRÅDDE SATSINGAR	38
FORBODNE OG UØNSKA STOFF	38
<i>GMO/ARG-GMO</i>	38
<i>Kontaminantar</i>	39
<i>Tilsetjingstoff</i>	39

INNLEDNING

Ettersom norsk produksjon av oppdrettsfisk, spesielt laksefisk, har auka så har også den nødvendige produksjon av fôr auka. I år 2004 var fôrproduksjonen til fisk komen opp i eit volum på ca. 800 000 tonn og er som sådan snart på linje med fôr til kjøttproduksjon i norsk landbruk.

Den 7. november 2002 trådde forskrift om fôrvarer i kraft (Fôrvareforskrifta). Forskrifta er fastsett av Landbruks og Matdepartementet og Fiskeri- og Kystdepartementet i fellesskap, og gjelder derfor også fôrvarer til fisk. Fôrvareforskrifta byggjer i stor grad på sine EU-rettsakter (forordningar, direktiv og vedtak) som Noreg, gjennom EØS-avtalen, har forplikta seg til å følgje, Forskrifta er eit viktig dokument som alle aktørar i oppdrettsnæringa må forhalde seg til då den set krav til fôrvarer til fisk, krav som vert stilt til import av slike varer og korleis omsetjing skal skje. Forskrifta gjev også retningslinjer om korleis styresmaktene skal kontrollere at regelverket vert fylgt, både med omsyn til prøvetaking og analysar. I tillegg til Fôrvareforskrifta, er det også anna regelverk som regulerer fôrvareområdet. Dette regelverket har som formål å hindre overføring av smittsame sjukdomar og inkluderer regelverk knytt til f. eks. import av fôrvarer av animalsk opphav, avfallshandtering og bruk av animalsk biprodukt i fôr.

På fôrområdet skal det offentlige regelverk sikra mattryggleik, dyrehelse og høg kvalitet på produkta og vidare også at det skjer redeleg handel. Ansvaret for at regelverket vert følgt ligg imidlertid hos verksemdene. Frå 01.01.2004 er Mattilsynet tilsynsstyresmakt med omsyn på fôrvarer til fisk og akvatiske dyr. Tilsynet har som oppgåve å sikra at verksemdene følgjer det offentlege regelverket. Dette går fram av ovannemnde forskrift.

Mattilsynet driv tilsyn med fiskefôrverksemdene etter ein tredelt modell:

- Godkjenning og registrering av verksemda og deira eigenkontrollsystem
- Revisjon av verksemda sitt eigenkontrollsystem
- Stikkprøvekontroll med inspeksjon og uttak av prøver til analyse

Overvåkingsprogrammet "Fôrvarer til fisk og andre akvatiske dyr" som denne rapporten omhandlar fell inn under det 3. punktet i denne modellen. Dette programmet har pågått sidan 1996 og har tidlegare vore konsentrert om ferdige fiskefôrblandingar (fullfôr), men er sidan også utvida mot fôrmidlar (råvarer/ingrediensar). Dette betyr at fleire typar prøver vart prøvetekne i 2004 og

analysert, mens det totale talet på prøvar var tilsvarande som tidligare år, nemlig ein prøve pr. 1000 tonn produsert fiskefôrblanding.

I dette året vart same vinkling som i 2003 oppretthalde d.v.s. at det har vore fokusert på analysar av stoff knytt til mattryggleik. Dette betyr at uønska stoff, forbodne fôrmidlar, forbodne tilsetningsstoff og hygiene vart prioritert framfor innhald av til dømes protein, vatn og feitt.

I 2004 har Mattilsynet sine inspektørar utført prøvetakinga hos fôrprodusentane etter ein eigen prøvetakingsplan. Inspektørane har hatt tilgang til verksemdene sine fôrvarelager. Det har vorte teke ut prøvar av fôrvarer (både fôrblendingar og fôrmidlar) vederlagsfritt.

Ikkje alle analyseresultat frå overvakingsprogrammet er gitt i denne rapporten, men rapporten summerer opp det meste av og dei viktigaste resultatata som er funne.

EKSPERIMENTELT

Prøvetakingsplan

NIFES og andre deltakende laboratorium mottok til saman 665 prøver for kontroll av fullfôr og fôringrediensar i 2004 mot 676 i 2003. Talet på prøvar som vart planlagt tekne ut baserte seg på produksjonsstatistikk frå fôrproduzentane i 2003.

I tillegg til fullfôr er fylgjande fôringrediensar teke ut: ensilasje, fiskemjøl, fiskeolje, vegetabilsk olje, gluten, hestebønner, hvete, mais, maisgluten, raps, solsikkemjøl, soya og soyamjøl.

Det vart teke fôrprøvar og prøvar av fôringrediensar frå totalt 8 fabrikkar som er eigd av tre ulike fôrfirma. Talet på fôrprøver og fôringrediensar tekne ut er vist i Tabell 1.

Tabell 1. Oversikt over prøver frå fiskefôrfabrikkane

Fabrikk	Fôr	Ensi Lasje	Fiske -mel	Fiske -Olje	Veg. olje	Mais	Hvete	Soya	Raps	Solsik- kemel	Heste- bønner
Biomar, Karmøy	48		2	1	1			1		1	1
Biomar, Myre	65		1	2		1		1			
Ewos, Bergneset	71		4	1	1	2	2	2			
Ewos, Florø	101					1	1	1			
Ewos, Halsa	58										
Skretting, Averøy	128	1	4	1	2		1	1			
Skretting, Stavanger	64		2				1		1		
Skretting, Stokmarknes	84		1	1	1		1	1			
SUM	619	1	14	6	5	4	6	7	1	1	1

Analyseparametrar

Tabell 2. Analyseparametrar, utførande laboratorium og tal på analysar utført i 2004. I parentes talet på analysar i 2003.

Parameter	Laboratorium	Tal på analysar Utført
I. Forbodne fôrmidlar		
Kjøttbeinmjøl	LabNett, Stjørdal	140 (102)
Blodmjøl	LabNett, Stjørdal	140 (102)
ARG-GMO 1)	Veterinærinstituttet, Oslo	18 (27)
II. Uønska stoff		
A. Mikrobiologiske parametrar		
<i>Salmonella sp.</i>	NIFES eller Norsk Matanalyse Tromsø / Ålesund	653 (660)
<i>Enterobacteriaceae</i>	NIFES eller Norsk Matanalyse Tromsø / Ålesund	652 (660)
Mugg	NIFES eller Norsk Matanalyse Tromsø / Ålesund	652 (653)
Gjær	NIFES	205 (204)
Mykotoksin	Veterinærinstituttet eller deira underleverandør	18 (18)
B. Organiske framandstoff		
PCB7	NIFES	60 (30)
DDT og metabolittar	NIFES	33 (30)
Nye pesticid	NIFES	33 (0)
Dioksin og dioksinliknande PCB	NIFES	60 (62)
Polybromerte flammehemmarar	NIFES	21 (22)
PAH	NIFES	16 (0)
C. Uorganiske stoff/specier		
Arsen, totalt	NIFES	68 (60)
Arsen, uorganisk	NIFES	30 (0)
Kadmium	NIFES	68 (60)
Kvikksølv	NIFES	68 (60)
Metylkvikksølv	NIFES	20 (0)
Bly	NIFES	68 (60)
Fluor	NIFES	31 (0)
Tinn, totalt	NIFES	68 (0)
Organisk tinn (TBT)	NIFES	13 (0)
Technetium	Statens strålevern	0 (10)
III. Tilsetningsstoff		
Astaxanthin	NIFES eller regionlaboratoria	42 (53)
Cantaxanthin	NIFES eller regionlaboratoria	42 (43)
Etoxyquin	NIFES	42 (34)
IV. Essensielle mikronæringsstoff med øvre grenseverdi		
Jern	NIFES	68 (0)
Mangan	NIFES	68 (60)
Kobolt	NIFES	68 (60)
Kopar	NIFES	68 (60)
Sink	NIFES	68 (60)
Selen	NIFES	68 (60)
Molybden	NIFES	68 (60)
Jod	NIFES	40 (0)
Vitamin A	NIFES	21 (20)
Vitamin D	NIFES	21 (20)
V. Stoff med framtidig fokus		
Feittsyresamansetjing	NIFES	12 (8)

Tabell 2 (forts)

VI. Redelighetskontroll av deklarererte stoff		
GMO	Veterinærinstituttet, Oslo	20 (38)
Aske	NIFES eller Norsk Matanalyse Tromsø / Ålesund	53 (58)
Feitt	NIFES eller Norsk Matanalyse Tromsø / Ålesund	50 (45)
Protein	NIFES eller Norsk Matanalyse Tromsø / Ålesund	52 (60)
Tørrstoff	NIFES eller Norsk Matanalyse Tromsø / Ålesund	52 (78)

¹⁾ARG-GMO er råvarer som inneheld gen som kodar for antibiotika resistens

Tabell 2 viser kva parametrar som har vore med i analyseprogrammet for 2004 og talet på utførte analysar for dei enkelte parametrar. Dei parametrar som vart analysert i fullfôr er i første rekkje henta frå listene i Fôrforskrifta over forbodne fôrmidlar (ARG-GMO, kjøttbeinmjøl, blodmjøl), uønska stoff (mikroorganismar, tungmetall, organiske miljøgifter med meir), tilsetningsstoff (astaxanthin, cantaxanthin, etoxyquin) og regelverk knytt til krav om deklarerer. Det vart imidlertid også inkludert fleire stoff som for eksempel polybromerte flammehemmarar og dioksinliknande PCB der grenseverdier er forventa å koma og ein har då eit talgrunnlag når desse vert innført. I hovudsak vart alle fôrprøver også analysert for mikrobiologiske parametrar. I tillegg vart fôringrediensar analysert for mikroorganismar og spesielt utvalde kjemiske komponentar.

Det er også gjort analysar for å kontrollere redelighet i forhold til deklarererte verdier. Vidare er det gjennomført analyser av næringsstoff som fôrindustrien har fokusert på og som styresmaktene har ønska å skaffa seg informasjon om. Det gjeld spesielt innhald og variasjon i fullfôr.

Analysar av næringsstoff (vann, aske, protein og feitt), tilsetningsstoff (pigmenta astaxanthin og cantaxanthin samt antioksidanten etoxyquin), uønska stoff (pesticid, PCB7, dioksin og dioksinliknande PCB, polybromerte flammehemmarar) vart utført fortløpande og analyseresultata rapportert til det distriktskontor i Mattilsynet der prøven vart teken. Analyse av spormetall (bl.a. kobolt, krom, kopar, mangan, selen, sink og jern) og tungmetall (arsen, bly, kadmium og kvikksølv) vart rapportert på same måte, mens bestemming av GMO, ARG-GMO og kjøtt- og beinmjøl berre vert rapportert gjennom denne rapporten. Dei fleste analysane vart utført av Nasjonalt institutt for ernærings- og sjømatforskning (NIFES), unntatt analyse av mykotoksin, GMO og ARG-GMO som vart utført ved Veterinærinstituttet (Oslo) og deira underleverandør i UK, blodmjøl, kjøttbeinmjøl ved LabNett AS sitt laboratorium i Stjørdal. I tillegg vart ein del analyser av mikrobiologiske parametrar og næringsstoffinnhald utført ved Norsk Matanalyse Tromsø/Ålesund.

Analysemetodar

Prøvane som vart tekne ut frå dei ulike fôrfabrikkane vart sendt til NIFES i eigna emballasje. Prøvene vart også i 2004 først testa for *salmonella* før prøvene vart malt til fint pulver, splitta og overført til tette flasker og fordelt til dei aktuelle analysar.

NIFES sitt laboratorium er akkreditert av Norsk Akkreditering for ei rad kjemiske og mikrobiologiske metodar og har akkreditering nummer Test-50.

Prøvepreparering og analysar av mikroorganismar i fôr

I dette overvaksningsprogrammet er fôrprøver undersøkt med tanke på *Salmonella* og mengda bakteriar i familien *Enterobacteriaceae*, samt muggsopp.

Påvisning av *Salmonella*-bakteriar vert gjennomført i fem trinn: Innveging av 25 gram prøve til for-oppformering i generell buljong, oppformering i selektiv buljong, platespreiing på agar, biokjemisk undersøking og verifisering ved referanselaboratorium. Dette er ein kvalitativ metode. Prosedyren som er brukt, baserer seg på siste utgåve av NMKL metode nr. 71, ”*Salmonella*. Påvisning i livsmedel”.

Påvisning av *Enterobacteriaceae* i fôr er basert på ein kvantitativ metode. Ein fôrprøve på 10 gram blir homogenisert med 90 ml fortynningsvatn og ein fortynningsserie blir satt opp. Ei definert mengd frå ei passende prøvfortynning blir støyppt inn i eit selektivt næringsmedium. Etter inkubering dannar bakteriar i familien *Enterobacteriaceae* koloniar med karakteristisk utsjånad som vert telt og deretter undersøkt vidare biokjemisk. Prosedyren som er nytta i denne samanheng baserer seg på siste utgåve av NMKL metode nr. 144, ”*Enterobacteriaceae*. Bestämning i livsmedel och foder”.

Påvisning av muggsopp i fôr er basert på ei kvantitativ undersøking. Ein fôrprøve på 10 gram vert homogenisert med 90 ml fortynningsvatn og ein fortynningsserie vert sett opp. Ei definert mengd frå passende prøvfortynning vert støyppt inn i eit selektivt næringsmedium. Etter inkubering dannar muggsoppen koloniar med karakteristisk utsjånad. Desse vert telt. Prosedyren som er brukt i denne samanheng baserer seg på siste utgåve av NMKL metode nr. 98, ”*Mögel och jäst*. Bestämning i livsmedel”.

Analysemetoder-kjemi

Metall

For metall vart det veid inn to parallellar frå kvart prøvemateriale til analysane. Alle målingane vart utført med bruk av Agilent 7500c induktiv koplet plasma-massespektrometer (ICP-MS) kopla til ein HP-PC. Før sluttbestemming vart prøvane dekomponert i ekstra ren salpetersyre og hydrogenperoksid og oppvarma i mikrobølgeovn (Milestone-MLS-1200). Det vart brukt kvantitativ ICP-MS til bestemming av metalla: jern, kopar, sink, arsen, tinn, kadmium, kvikksølv og bly (metall som EU har prioritert), og rodium vart anvendt som intern standard for å korrigere for eventuell drift i instrumentet. Rettleik og presisjon i analysane vart utført ved å analysere sertifisert referansemateriale (SRM) frå National Research Council (Ottawa, Canada), nemlig Tort-2 (hepatopankreas av hummar). Dette er eitt av standard referansemateriala som er kommersielt tilgjengelig på marknaden. Metoden er akkreditert etter NS-EN-ISO 17025.

Oppgjeven usikkerheit for dei ulike metalla kan framskaffast dersom det er behov. God rettleik er funnen når analysert verdi av standard referanse materiale fell innanfor konsentrasjonsområdet for sertifisert verdi $\pm 95\%$ konfidensintervall.

For alle de analyserte grunnstoffa låg analyserte verdier stort sett innanfor dei sertifiserte konsentrasjonsområda. Det betyr at både systematisk feil og tilfeldige feil for de forskjellige analysane var under kontroll.

Speciering, Metall

Bestemming av uorganisk arsen

Homogen og frysetørket prøve vart veid inn og tilsett ei løysning av 0,9 M NaOH i 50% etanol og varma til 90 oC i mikrobølgeovn i 20 minutt (CEM MARS5 Microwave Accelerated Reaction System, GreenChem Plus Teflonbomber, QXP Plus kvartsbomber). Prøvane vart avkjølt, filtrert og fortynna og er då klar til analyse. Arsenspeciene vart separert på ein anion-bytte kolonne (ICSep ION-120) og bestemt som $^{75}\text{As}^+$ med bruk av induktiv koplet plasma massespektrometri (ICP-MS) (Agilent kvadropol ICPMS 7500c instrument; Yokogawa Analytical Systems Inc., Tokyo, Japan). ICP-MS instrumentet var kopla til ei HPLC-instrument, pumpe, degasser og autosamplar. Instrumentinnstillingane var tilsvarande dei som var foreslått av produsenten. Data vart samla og prosessert ved å bruke programvare frå Agilent. I samband med at den tørre prøven vert kokt i ei lut-alkohol-løysing vil treverdi arsen oksiderast til femverdi arsen. Derfor kan uorganisk arsen verta analysert som As (V).

Stabiliteten til dei organiske arsenspeciane har vore studert og ingen degradering/omdanning til uorganiske arsenspecier vart oppdaga. Ingen standard referansematerialar for uorganisk arsen er førebels kommersielt tilgjenge og difor er dei systematiske feila berekna ved bruk av gjenvinningsforsøk. Resultata frå gjenvinningsforsøka viste at gjenvinninga var god og ikkje signifikant forskjellig frå 100%.

Bestemming av tributyltinn (TBT) med GC-ICPMS

Metoden for å analysere TBT med basisk ekstraksjon og sluttbestemming med bruk av gaskromatografi og induktivkoplet plasma og massespektrometri har blitt innkjørt og vert validert for akkreditering. Ekstraksjonen er alkalisk og føregår i mikrobølgeovn. Bestemmingsgrensa til TBT som TBT-tinn er berekna på bakgrunn av blindprøvar (>10) som er kjørt gjennom heile prosedyren er funne å vera 1 ng/g våt vekt. Instrumentparametrar for denne metoden er gjevne i Tabell 3.

Tabell 3. Parametrar i bestemming av TBT ved bruk av GC og ICP-MS.

Parametrar	
GC-parametrar:	
Injeksjonsvolum	2 µl
Bære gass (He)	22 ml/min
Injektor-temperatur	180 oC
Omnstemperatur	Frå romtemperatur til 280 oC i løpet av 10 min med forskjellige ramp og hold tider
ICP-MS parametrar:	
ICP RF effekt	1200 W
Plasma argon gassfløde	15 l/min
Nebulizer argon gassfløde	1,0 L/min
Auxiliary argon gassfløde	0,9 L/min
Auxiliary oksigen gassfløde	3 ml/min
Skimmer kon	Platina

Analyse av metylkvikksølv

For analyse av metyl-kvikksølv vart 0,1 gram tørt materiale innvegd. Prøven vart tilsett TMAH og sett i rotator til prøven var løyst. Den vart så tilsett buffer til pH er mellom 8,5 og 9,5 og ekstrahert med toluen. Vidare vart prøvane derivatisert med Grignards reagens før analyse på GC-ICP-MS (GC: Agilent 6890 med injektor og autosamplar; ICP-MS: Agilent 7500a). Relativt standardavvik i metoden vart berekna til 15%. Usikkerheiten til metoden vart sett til 2RSD altså 30 %.

Organiske miljøgifter

PCB

Prøvane vart først ekstrahert med aceton og dernest med ei blanding av aceton og heksan. Heksanfasen vart tatt vare på, den vart handsama med svovelsyre for fjerning av fett. Etter vasking og tørking, vart heksan fjerna og erstatta med iso-oktan. Prøven vart så konsentrert og var klar for analyse på kopla gasskromatograf/massespektrometer (GC/MS). I gasskromatografen skjer den analytiske skiljinga av de enkelte stoff i prøven, mens massespektrometeret sørgjer for identifisering og mengdebestemming av de enkelte komponentar. PCB7 , som vert analysert her , består av fylgjande kongener: PCB 28, 52, 101, 118, 138, 153 og 180.

Kvalitetssikring av analysemetodane vart gjort ved å analysere sertifiserte referansematerialar saman med prøvane. I tillegg vart blindprøvar inkludert for å kontrollere at bakgrunnen for dei ulike kongenerane var tilfredsstillande. Alle analysane gav akseptable resultat vedrørende rettleik og presisjon (repeterbarheit), samt at blindprøvene var under kontroll. Metoden for klorerte hydrokarbon vart prøvd i ein europeisk ringtest med utmerket resultat i 2003.

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

Metoden er ei tilpassing til US-EPA (Environmental Protection Agency) sine metodar nr 1613 og 1668. Prøvane vert homogenisert og deretter vart feittinnhaldet bestemt. Ei mengde tilsvarande ca. tre gram feitt vart veid inn, og ei blanding av ¹³C merka kongenerar vart tilsatt prøven som interne standardar før prøven vart frysetørka. Porøsitetsmiddel (hydromatrix) vart tilsett før ekstraksjon med heksan under auka trykk og temperatur i ein ASE 300 (Accelerated Solvent Extractor). I oppreinsinga ved hjelp av Power-Prep (FMS-USA) vart feittet først fjernet ved nedbryting på svovelsur silika. Deretter skjedde det ei suksessiv kromatografisk oppreinsing ved inn og utkopling av tre kolonnar: "Multi layered silica", basisk alumina og aktivt kull. Mobilfasen vart 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) vart eluert i toluenfraksjonen.

Mono-orto PCB (MO-PCB) vart eluert i ein DCM/heksan fraksjon. Etter inndamping av aktuell fraksjon til 10 µl vart to 13C merka kongenarar tilsatt som "recovery standards" før analyse på høgoppløyselig GC/MS (HRGC/HRMS). Metoden kvantifiserer til saman 17 kongenarar av PCDD/PCDF, fire kongenarar av NO-PCB -77, 81, 126 og 169 og åtte kongenarar av MO-PCB - 105, 114, 118, 123, 156, 157, 167 og 189.

Rettleik er bestemt ved gjenvinningsforsøk og ved deltaking i ringtestar. Både rettleik, som viser eventuelle systematisk feil, og presisjon, som viser dei tilfeldige feila, var under kontroll.

Polybromerte flammehemmarar (BFR)

Dei homogeniserte prøvane vart ekstrahert med heksan og diklormetan og tilsett intern standard (PB ω-3 B-207). Prøvane vart så ekstrahert i ein ASE 300 (Accelerated Solvent Extractor). Ekstraktet vart reinsa for feitt ved at det vart nedbrote med konsentrert svovelsyre på silica gel. Reinsa ekstrakt vart så analysert på Thermo Quest Trace GC 200/Trace DSQ massespektrometer. Prøveløysingane vart injisert i kolonnen ved hjelp av prøvevekslar (Thermo Quest CE Instruments AS 3000). Analysen på GC/MS skjedde i SIM mode ved negativ kjemisk ionisering. Kvantifiseringa av dei seks polybromerte difenyleter (PBDE) kongenerane skjedde ved bruk av intern standard og ei seks punktts ekstern kalibreringskurve. Fylgjande PBDE vart bestemt: PBDE-28, 47, 99, 100, 153 og 154. Rettleik vart bestemt ved gjenvinningsforsøk for dei seks kongenerane og resultatata låg mellom 80 og 110%. Førebels har gjenvinningsforsøk vore einaste måte å bestemma systematiske feil på, sidan det verken fins sertifiserte referansematerialar eller har vore utført organiserte ringtestar (prestasjonsprøvingar). Presisjon, som intern reproduserbarheit, har vore bestemt til mellom 15 og 25 % for de forskjellige kongenerane.

Næringsstoff og Antioksidantar

Retinol (vitamin A1 og A2)

Prøvane vart forsåpa, og det uforsåpbare materialet vart ekstrahert. Vitamin A-formene vart bestemt med HPLC (normalfase) ved hjelp av UV-detektor. Innhaldet av A1 og A2 vart rekna ut ved hjelp av ekstern kalibrering (standardkurve). Metoden er validert og akkreditert, og bygger på CEN (Comitè 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

Prøvane vart forsåpa og det uforsåpbare materialet vart ekstrahert. Prøvane vart så reinsa på ein preparativ HPLC kolonne, fraksjonen som inneheld D2 og D3 vart samla (normal fase). Denne fraksjonen vart injisert på ei analytisk HPLC kolonne (omvendt fase). Vitamin D3/D2 vart bestemt ved hjelp av UV detektor. Innhaldet vart fastsett ved hjelp av intern standard (krava til bruk av intern standard vart 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 (D3) and ergocalciferol (D2). Merknad: Om vitamin D3 skal bestemmast vert vitamin D2 brukt som intern standard. Om vitamin D2 skal bestemmast, vert vitamin D3 brukt som intern standard. Dersom begge isomerane er til stades må prøven analyserast to gonger.

Astaxanthin og canthaxanthin

Feittet i prøvane vart ekstrahert med varmt vatn/acetone og eter. Fraksjonen vart vaska med vatn, og eterfasen vart isolert. Løysmiddel vart dampa av, og prøven vart løyst i heptan. Blandinga vart så analysert på normalfase HPLC og detektert spektrofotometrisk ved 470 nm.

Etoxyquin

Prøvane vart beskytta mot oksidasjon initiert av lys, oksygen eller overgangsmetall ved at det vart tilsett pyrogallol, ascorbinsyre og ETA i reaksjonsblandingane. Deretter vart prøvane hydrolysert i ei blanding av etanol, NaCl og NaOH ved 100 °C. Det uforsåpbare materialet vart ekstrahert med heksan, dampa inn og løyst i 0,1% askorbinsyre i acetonitril. Etoxyquin (EQ), deetylert etoxyquin og etoxyquin dimer vart kvantifisert ved bruk av "reverse fase" HPLC og fluoescensdeteksjon. Innhaldet vart berekna ved bruk av ekstern kalibreringskurve basert på tilhøvet mellom mengde standard i 0,1% askorbinsyre i acetonitril og respons. Metoden har ei bestemmingsgrense på 0,2 µg/kg tørt materiale.

Enkeltfeittsyrer i totalfeitt (metta, einumetta og fleirumetta cis feittsyrer)

Enkelt-feittsyrene vart separert med gassvæskrokromatografi og bestemt ved bruk av flammeionisasjonsdetektor. Dette vart gjort etter at feittet var ekstrahert frå prøven med bruk av kloroform/metanol, deretter vart feittfasen filtrert, inndampa til den var tørr, forsåpa og metylert før feittsyreestrene vart separert og detektert. Metoden er validert og akkreditert.

Totalfeitt (syreekstraksjon)

Prøvane vart pre-ekstrahert med petroleumbensin på Soxtec apparatur. Ekstraktet vart dampa inn og inndampingsresten vart vegd. For å få ut eventuelt bunde feitt, vart prøvene hydrolysert i kokande HCl. Oppløysningen vart avkjølt, og syra vart filtrert av. Prøven vart så tørka i varmeskap. Feittet vart ekstrahert med petroleumbensin på Soxtec. Inndampingsresten vart veid. Totalt feittinnhald (g/100g) vart berekna ut frå summen av dei to inndampingsvektene og innvegd prøvemengde. Metoden er validert og akkreditert og prinsippet for metoden byggjer på EU-direktiv 84/4 EØF, De Europeiske Fellesskapers Tidende nr L 15/28, 18.1.84, metode B. I tillegg vart fylgjande brukt: 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

Nitrogeninnhaldet i prøven vart analysert ved at den biologiske prøven vart brent i eit brennkammer og nitrogengassen sin varmeleiingsevne vart målt. Proteininnhaldet i prøven vart berekna ved å multiplisere nitrogeninnhaldet med faktoren 6,25. Analysemetoden er validert og akkreditert ved bruk av Perkin Elmer, PE 2410 Series II Nitrogen Analyzer (Dumas and Liebig metode). Metoden er funne å gje samanfallande resultat med klassisk Kjeldahl metode. Metoden krev at prøvane er godt homogenisert. I tillegg er det viktig å vera klar over metoden sine kritiske punkt. Dette gjeld spesielt kva proteinfaktor som skal brukast ut frå målt nitrogenkonsentrasjon.

Aske

Askeinnhaldet vart bestemt gravimetrisk etter forasking av homogen prøve i programmerbar muffelovn ved 550 °C til konstant vekt. Med askeinnhaldet meiner ein den uorganiske resten som er att etter at vatn og alt organisk materiale er fjerna. Metoden er validert og akkreditert og er basert på NMKL metode nr.173, 2. utgåve 2003.

Vatn (tørrstoff)

Tørrstoffinnhaldet vart bestemt gravimetrisk ved tørking av finmalen homogen prøve i varmeskap ved 104 °C til konstant vekt. Metoden som vart brukt er validert og akkreditert i henhold til NMKL metode nr.23, 3. utgåve, 1991.

RESULTAT MED KOMMENTARAR

Forbodne fôrmidlar

Fôr og fôrmidlar med gener som kodar for antibiotikaresistens (ARG-GMO)

To prøvar av fôrblending vart analysert. Intakte gener som koda for antibiotikaresistens vart ikkje påvist i fôrblending.

Soya fôrvare

Seks prøver av soya råvare er analysert, der alle prøvene inneheld to segmentsstorleikar av ARG-GMO rundt 100 basepar. I tillegg inneheld ein av prøvane intakte ARG-GMO. Denne prøven inneheldt òg bakteriegen, noko som tyder på at dette antibiotikaresistensgenet kjem frå bakteriar. Det er eit regelverksbrot berre dersom genet som kodar for antibiotikaresistens er tilførd ved genmodifisering. Stressa celler kan ta opp framand DNA i storleik ned til 30 basepar (bp). Kor vidt nedbrote ARG-GMO på rundt 100 bp kan utøve antibiotikaresistens er ikkje klarlagt.

Mais og maisgluten fôrvarer

To maisprøver og to maisglutenprøver vart undersøkt. Begge maisprøvene inneheld fragment av ARG-GMO rundt 100 bp. Begge maisglutenprøven inneheld fragment av ARG-GMO.

Hvete

Seks prøvar vart analysert. I alle prøvene vart det påvist ARG-GMO fragmenter.

Prosessert animalsk protein (Kjøttbeinmjøl og blodmjøl)

Prosesserte animalske protein er med nokon unntak forbodne å bruka i fôr til produksjonsdyr, fisk inkludert. I 2004 vart det til saman undersøkt 140 prøver for kjøttbeinmjøl og blodmjøl, mot 102 i 2003. Av desse prøvane var det 119 prøvar av fullfôr, resterande var i hovudsak fiskemjøl. Det vart ikkje påvist kjøttbein- eller blodmjøl i nokon av prøvane.

Uønska stoff

Mikrobiologiske parametrar

I løpet av 2004 vart til saman 653 prøvar av fôrblendingar eller fôrråstoff undersøkt med mikrobiologisk metodikk. Resultata er viste i Tabell 4 og oppsummert under.

Gjeldande forskrift har mikrobiologiske grenseverdier for muggsopp, *Enterobacteriaceae* og *Salmonella*. For muggsopp set forskrifta ei anbefalt øvre grense på 1000/g for fôrblendingar og 10 000/g for fôrmidlar av animalsk opphav. For *Salmonella* og *Enterobacteriaceae* er absolutt grenseverdi høvesvis 0 og 300/g for både fôrblendingar og fôrmidlar av animalsk opphav.

Muggsopp

Av totalt 652 undersøkte prøvar, 618 av fôrblendingar og 34 av fôrråstoff hadde 23, eller 3,5 % eit celletall for muggsopp som var høgare enn den generelle grenseverdien i forskrifta på 1000/g. Tilsvarende verdi for 2003 var 2,7 %. Dette gjeld 3 fiskemjølspørvar, 10 fôrprøvar og 10 prøvar av vegetabilse fôrmidlar. For dei siste gjeld ikkje grenseverdien.

Når ein finn muggsopp i fôr kan det vera ein peikepinn om feilhandtering eller feil lagring av både råvarer og det ferdige fôret. Muggsopp trivest best i næringsmidlar med låg vassaktivitet ($a_w < 0,80$) og mange artar kan vekse i et breitt temperaturintervall. pH optimum for muggsopp varierer mellom 3,5 og 6,5. Førekost av muggsopp gir risiko for mykotoksin dannning. Dei viktigaste mykotoksinproduserande slektene er *Penicillium*, *Aspergillus* og *Fusarium*. Dei fleste mykotoksin er stabile ovanfor varme og kjemisk handsaming og dei kan vere svært giftige sjølv i små konsentrasjonar.

Enterobacteriaceae

I 2004 vart det funne 4 prøvar av fullfôr med eit innhald av bakteriar i familien *Enterobacteriaceae* som var høgare enn øvre grenseverdi på 300 KDE/per gram fullfôr som er sett i forskrifta. Dette utgjør om lag 0,6 % av de undersøkte prøvene. I 2003 var dette talet 0,4% mens det i 2002 og 2001 var tilsvarende verdier på høvesvis 4 og 7 %. Det er også ei tilrådd øvre grense på 10 KDE/g. Til saman 53 (33 i 2003) av fôrprøvene undersøkt i 2004 hadde eit innhald av bakteriar i familien *Enterobacteriaceae* som låg mellom 10–300 KDE/g fullfôr.

Det vart også undersøkt ei rad fôrråstoff, både vegetabiliske og animalske. I fleire av desse vart det funne til dels høge verdiar, men dette vert sett på som eit mindre problem i og med at dei skal gjennom ei varmebehandling i fôrtilvirkingsprosessen. For dei vegetabiliske er det ingen grenseverdi.

Bakteriar i familien *Enterobacteriaceae* er normalt førekomande tarmbakteriar og kan overførast til vatn og næringsmidlar ved fekal forureining.

Salmonella

Salmonella bakteriar vart ikkje påvist i fiskefôrblendingar i 2004

I tillegg til fôrblendingar som tidlegare omtala, er også eit mindre tal prøvar av fôringrediensar undersøkte i 2004. Til saman 50 prøvar av norskprodusert fiskemjøl eller importerte vegetabiliske råvarer undersøkte med tanke på førekomst av *Salmonella*. Ein prøve av solsikkemjøl var positiv for *Salmonella*.

Denne rapporten omhandlar berre den offentlige kontrollen, og data som industrien sjølv har generert vert ikkje tekne med. For ein oversikt over resultat frå slike undersøkingar vert det henvist til ein eigen rapport utarbeidet av Norsk zoonosesenter, den såkalla *Zoonoserapporten* (www.zoonose.no).

Tabell 4. Resultat for fôrprøvar undersøkt for Salmonella, Enterobacteriaceae og mugg i 2004. Verdiane i tabellen er talet på prøvar som var positive for Salmonella eller var høgare enn grenseverdiane som er oppgitt i parentes. For enterobacteriaceae er først positive funn i fôr gjeven og deretter funn i fôrråstoff.

Fabrikk	<i>Salmonella</i>	<i>Enterobacteriaceae</i>		Mugg
		(10-300/g)	(>300/g)	(> 1000/g)
Ewos				
Halsa (n= 54)	0	8	0	5
Bergneset (n=71)	0	16	1	5
Florø (n=123)	0	12	2	1
Skretting				
Averøy (n=114)	0	2	0	5
Stavanger (n=31)	0	3	0	1
Stokmarknes (n=88)	0	9	1	4
Biomar				
Myre (n=55)	0	0	0	1
Karmøy (n=52)	0	3	0-	1

Mykotoksiner, inklusive aflatoksin

Det vart analysert 18 prøver av ulike vegetabilske fôrmidlar for ei rad mykotoksiner i 2004, inklusive aflatoksin B1 som er den einaste med etablert grenseverdi. Det vart funne aflatoksin B1 over deteksjonsgrensa på 0,25 µg/kg i tre av de analyserte råvarene, men ingen verdier var høgare enn grensa på 20 µg/kg som no gjeld i EU og Norge. Deoksynivalenol vart funne positivt i alle 7 analyserte prøvar av hvete. Fumonisin vart analysert for fyrste gong og det var positive funn i alle dei tre prøvene av maisråvarer og ikkje i andre prøvar. I EU vert det arbeidd med å fastsetje øvre grenseverdier for deoksynivalenol, zearalenone, ochratoxin A and fumonisin A+B. Ingen av dei påviste verdiane var høgare enn dei forslag til øvre grenseverdi som ligg føre i EU per juni 2005.

Organiske framandstoff - Pesticid, mm

Pesticid

DDT

Det vart analysert 9 fôrprøver, 5 prøvar av fiskemjøl, 6 prøvar av fiskeolje, 5 prøvar vegetabilsk olje og ei rad ulike andre vegetabilske produkt for DDT og metabolittar i 2004. Resultatene for sum DDT i fullfôr varierte frå 12 til 65 µg/kg fullfôr med eit gjennomsnitt på 35 µg/kg fullfôr (Tabell 5). To av dei 9 fullfôra var over grensa på 50 µg/kg fullfôr (88% tørrstoff). Det er her å bemerka at Mattilsynet operer med eit tilerabelt avvik slik at verdier over grenseverdi ikkje nødvendigvis er avvik i forvaltning. I 2002 og 2003 varierte konsentrasjonen henholdsvis frå 5 til 31 og frå 5 til 49 µg/kg fullfôr med et gjennomsnitt på henholdsvis 21 og 23 µg/kg fullfôr. Resultata for 2002 og 2003 låg noko lågare enn resultata for dei føregåande åra (1999-2001). Årsaka til høgare DDT-verdier i fullfôr i 2004 ligg nok i at det vart brukt mykje kolmuleolje i 2004 og at denne er spesielt høg på ei rad organiske miljøgifter, inklusive DDT.

Tabell 5 viser vidare at sum DDT i fiskemjøl varierte frå 1,0 til 21 µg/kg t.v. i 2004 med eit gjennomsnitt på 10 µg/kg mot 7,2 i 2003. Sum DDT i fiskeolje viste eit snittinnhald på 82 mens den eine olja målt i 2003 viste 27 µg/kg. Ei vegetabilsk olje målt i 2004 viste sum DDT på 4,6 mot 5 µg/kg i 2003. Det er påtakeleg stor variasjon i dei målte fiskeoljene, nærare 20 gonger. Den olja med lågast innhald er merka omegaolje (prøveteken hos Biomar) og kan vera reinsa.

Vi ser som tidlegare ulik fordeling av DDT-metabolittar. Konsentrasjonen av pp-DDE utgjer meir enn eller om lag 50% av sum DDT i fullfôr, fiskemjøl, ensilasje og fiskeolje, men andelen pp-

DDE i vegetabilisk olje utgjorde mindre enn 20% av sum DDT . pp-DDT utgjorde ca. 10 % i dei produkta som inneheld fisk, mens andelen pp-DDT i vegetabilisk olje var om lag 1/3 av sum DDT. pp-DDE er vurdert å vera "hormonhermar" i miljøet. Den øvre grenseverdien for sum DDT er satt til 50 µg/kg fullfôr.

Det vart i 2004 også analysert ein del andre fôrråvarer i form av hvete, mais og soyaprodukt. Alle desse var lågare enn 0,25 µg sum-DDT/kg .

Tabell 5. Gjennomsnittsinnhald av ulike DDT-former ($\mu\text{g}/\text{kg}$) i fullfôr (inklusive variasjon), fiskemjøl, fiskeensilasje og oljer. Konsentrasjonsområdet er gitt i parentes for fôr, fiskemjøl og fiskeolje.

Prøver	op-DDT ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	pp-DDT ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	op-DDD ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	pp-DDD ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	op-DDE ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	pp-DDE ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	Sum DDT ($\mu\text{g}/\text{kg}$)
Fiskefôr (n=9)	2,0 (0,23-5,4)	3,5 (0,75-8,5)	1,8 (0,36-5,6)	8,9 (3,5-22,6)	0,97 (0,28-1,6)	17,5 (7,3-35)	35 (12-65)
Fiskemjøl (n=5)	0,6 (<0,18-1,2)	1,2 (<0,24-2,4)	0,7 (<0,09-1,8)	1,9 (0,029-4,3)	0,40 (0,20-0,57)	5,3 (0,46-9,9)	10 (1,0-21)
Fiskeolje (n=6)	4,7 (0,51-9,4)	9,5 (0,7-16)	4,9 (1,0-9,1)	21,5 (6,5-30)	2,6 (0,88-4,7)	39,2 (10,5-53)	82,4 (21-121)
Vegetabilsk olje (n=4)	0,68 (0,50-0,82)	1,2 (<0,24-2,3)	0,40 (0,11-0,97)	0,48 (0,29-0,63)	0,36 (0,21-0,52)	0,66 (0,22-1,2)	3,7 (2,5-5,0)

Andre pesticid

NIFES utvida spekteret av pesticid ved årsskiftet 2004/2005 og analyserte 32 fôrråstoffprøver på blant anna aldrin, dieldrin, endrin, α -endosulfan, heptaklor, klordan og ulike toksafener. Desse er spesielt plukka ut fordi det er kjent at dei kan hopast opp i marint feitt. Det vart i hovudsak ikkje detektert nivå i andre fôrråstoff enn i dei marine fiskeoljene der det dog var detektert positivt på ei rad av komponentane (Tabell 6). For toxaphene vert summen av dei tre presenterte formene (26+50+62) vera utrekningsgrunnlag for grenseverdiar.

Tabell 6. Gjennomsnittsinnhald av ulike pesticid ($\mu\text{g}/\text{kg}$) i fiskeolje og fiskemjøl (inklusive variasjon). Sum Toxaphene summerer formene 26, 50 og 62.

Prøver	Dieldrin ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	Endrin ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	Cis-clordan ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	Toxaphene 26 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	Toxaphene 50 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	Toxaphene 62 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	SUM Toxaphene ($\mu\text{g}/\text{kg}$)
Fiskeolje (n=6)	20,2	2,8	11,3	11,5	26,3	14,3	52
Gjennomsnitt	2,4	<1,0	0,7	2,7	<2,5	1,9	7
Min	30	3,9	19	17	43	23	84
Max							
Fiskemjøl (n=5)	2,2	<1,0	1,5	3,0	4,7	1,7	9
Gjennomsnitt	<0,03	<1,0	<0,05	<2,5	<2,5	<1,5	3
Min	3,1	<1,0	2,3	4,9	8,5	2,0	16
Max							

Det var for øvrig stor spreiding i resultat i dei 6 oljene. Som for DDT såg vi at to oljer, begge merka "omega" var låge, mens dei øvrige låg på eit nivå 10-20 gonger høgare. I fylgje førfirma var desse "omega-oljene", oljer produsert av råvarer frå Sør-Amerika.

PCB₇

Vi har som tidlegare valgt å rapportera resultatata for PCB som berekna på grunnlag av summen av følgjande sju av i alt 209 kongenarar: PCB-28, PCB-52, PCB-101, PCB-118, PCB-138, PCB-153, PCB-180. Dette er nøkkelkomponentar som det er mykje av og som fortel noko om kjelda til PCB. Ytterlegare 12 toksiske PCB-kongenarar (dioksinliknende PCB) vert målt saman med dioksin.

Det vart analysert 40 førprøver for PCB₇ i 2004 (Tabell 7). Resultata varierte frå 3 til 36 $\mu\text{g}/\text{kg}$ fullfôr i 2004 mot ein variasjon frå 6 til 33 i 2003. Middelveidien i 2004 var 17 $\mu\text{g}/\text{kg}$ fullfôr mot 15 i 2003. I 2002 varierte PCB₇ frå 4 til 22 $\mu\text{g}/\text{kg}$ fullfôr med ein middelveid på 14 $\mu\text{g}/\text{kg}$ fullfôr. Innhaldet av PCB₇ i fem prøvar av fiskemjøl varierte frå berre 0,12 til 12 $\mu\text{g}/\text{kg}$ med eit snitt på 6,7 $\mu\text{g}/\text{kg}$, mens det i 2003 varierte frå 1 til 11 $\mu\text{g}/\text{kg}$ med ein middelveid på 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$. Det vart i 2004 analysert 6 prøvar av fiskeolje og fem prøvar av vegetabiliske oljer (Tabell 7). Vi ser igjen at dei vegetabiliske oljene har eit lågare innhald av PCB₇ enn dei marine oljene og at skilnaden er i området 6-8 gonger høgare i dei marine oljene. Vi ser også at fordelinga av kongener er ulik og at i vegetabiliske oljer står PCB-118 for meir enn 50% av PCB i PCB₇, mens det PCB-153 det er mest av i marine prøver.

Norge og EU har førebels ingen øvre grenseverdi for PCB7 i fiskefôr eller råstoff. Innan EU er det berre Belgia som har nasjonale grenseverdier for PCB7 i fôrblendingar og der er lågaste grenseverdi er 200 µg PCB7/kg feitt. Dei konsentrasjonane vi ser i Tabell 7 ligg godt under disse grenseverdiane frå Belgia.

Tabell 7. Innhaldet av kongenerar PCB-28, PCB-52, PCB-101, PCB-118, PCB-138, PCB-153 og PCB-180 og sum PCB7 i fiskefôr og enkelte fôrråstoff. Resultata er gjevne som µg/kg prøve med gjennomsnitt og variasjon for sum PCB7 .

Prøve	PCB-28 (µg/kg)	PCB-52 (µg/kg)	PCB-101 (µg/kg)	PCB-118a) (µg/kg)	PCB-138b) (µg/kg)	PCB-153 (µg/kg)	PCB-180 (µg/kg)	Sum PCB ₇ (µg/kg)
Fiskefôr (n=40)	0,44	1,44	2,9	2,3	4,2	4,5	0,92	17 (3,0-36)
Fiskemjøl (n=5)	0,24	0,72	1,56	1,36	1,93	1,72	0,37	7 (0,12-12)
Fiskeolje (n=6)	1,87	4,11	7,72	7,48	9,81	9,83	1,67	43 (7,7-64)
Vegetabilsk olje (n=5)	0,19	0,15	0,37	3,8	0,98	0,69	0,08	6 (4,1-11)

^{a)} PCB-118 overlappar med PCB-106

^{b)} PCB-138 overlappar med PCB-163 og PCB-164

Dioksin

Det vart analysert 48 fullfôr for dioksin og dioksinliknande PCB i 2004 (Tabell 8) mot 53 i 2003. Dioksin inkluderer sum polyklorerte dibenso-p-dioksin (PCDD) og sum polyklorerte dibensofuraner (PCDF). Resultata for dioksin (sum PCDD/PCDF) varierte frå 0,16 til 2,1 ng/kg, gitt som WHO-toksiske ekvivalentar (TE), med eit snitt på 0,76 ng/kg fullfôr. I 2003 var gjennomsnittet for sum PCDD/PCDF på 1,0 og for 2002 var den 1,2 ng/kg fullfôr. Det er sjølvstyggt for tidleg til å kalla dette ein sikkert nedadgåande trend, men den er i alle fall ikkje stigande dei siste åra. Ingen fôrprøvar i 2004-programet hadde dioksininnhald høgare enn den øvre grenseverdien på 2,25 ng/kg som gjeld i Noreg og EU.

Tabell 8 viser vidare at sum mono-orto og non-orto PCB har eit gjennomsnitt på 1,9 ng/kg med ein variasjon frå 0,32 til 5,1 ng/kg. Alle konsentrasjonane baserer seg på ng WHO-TE/kg. Som vi ser utgjer dei dioksinliknande PCB (DLPCB) drøyt to gonger så mykje som dioksina i sum total TE-verdien. Dette er verdt å merkja seg når grenseverdiane vert endra til å inkludere DLPCB og dei vert summert. Dei ny grenseverdiane er enno ikkje vedtekne, men forslaget står i dag på 7,0 ng

Tot TE/kg fullfôr. Det skulle vera mogeleg å halde denne grensa i og med at berre eitt av fôra i 2004 var analysert over denne grensa og er truleg under om ein reknar om til 88% tørrstoff.

I 2004 har desse øvre grenseverdiane for dioksin (PCDD/PCDF) i fôrvarer vore gjeldande:

Fiskeolje:	6 ng WHO-TE/kg
Fiskeprodukt og biprodukt (ikkje olje)	1,25 ng WHO-TE/kg
Fullfôr (til fisk)	2,25 ng WHO-TE/kg (88 % tørrstoff)
Vegetabilsk olje:	0,75 ngWHO-TE/kg

NIFES utfører FoU-prosjekt som siktar mot å modellere opptaket av dioksin og dioksinliknande PCB i fôr til laks, og å redusera innhaldet av dioksin og dioksinliknande PCB i fiskefôr ved bruk av alternative råvarer eller reinsing av fôringrediensar.

Tabell 8. Innhald av sum dioksin (PCDD) og poliklorerte furaner (PCDF), samt sum non-orto PCB og mono-orto PCB og totale toksikologiske ekvivalentar (TOT-TE). Konsentrasjonane gitt som toksitetskvivalentar TE-WHO i ng/kg (upperbound-LOD).

Prøve	Sum PCDD/PCDF (ng TE/kgb)	Sum DL PCB (ng TE/kgc,d)	SUM TOT (ng TE/kg)
Fiskefôr (n=48)			
Gjennomsnitt	0,74	1,9	2,6
Min.-maks.	(0,16-2,1)	(0,32-5,1)	(0,46-7,2)
Fiskeolje (n=6)	2,7 (0,26-5,2)	4,6 (1,7-6,7)	7,3 (2,0-11,9)
Vegetabilsk olje (n=5)	0,17 (0,09-0,43)	0,17 (0,02-0,63)	0,34 (0,12-1,1)

^{b)} ng TE (WHO)/kg (konsentrasjonen multiplisert med ein gitt toksitetskvivalents-faktor)

^{c)} Non-orto PCB kongenerar (IUPAC code PCB 77, 81, 126 og 169)

^{d)} Mono-orto PCB kongenerar (IUPAC code PCB 105, 114, 118, 123, 156, 157, 167, 189)

Polybromerte flammehemmarar

Det er fire hovudklasser av polybromerte flammehemmarar: tetrabromobisfenol A (TBBPA), heksabromsyklododekan (HBCD), polybromerte difenyletere (PBDE), og polybromerte bifenyler (PBB). Det er til no vore fokus på PBDE-sambindingar. Det er 209 forskjellige kjemiske former (kongenerar) av PBDE, namngitt i høve til tal på bromatom og desse si plassering i ringstrukturane. Dei vanlegaste kongenerane som fins i menneske og i naturen er PBDE-47, 99 og 100, men det vert også typisk målt kongenerane 153 og 154. Tabell 9 viser gjennomsnittsinnhaldet (og minimum og maksimum nivå) av PBDE kongenerar (PBDE-28, 47, 99, 100, 153 og 154) i fullfôr. Resultatene viser at sum PBDE i fullfôr varierer frå 0,55 til 9,0 µg/kg mot ein variasjon frå

0,64 til 7,9 i 2003. Gjennomsnittet er litt høgare enn i fjor på 3,0 µg/kg prøve. Kongenerprofilen viste at PBDE-47 var den dominerande kongeneren og den utgjer om lag 70% av sum PBDE i fiskefôr. Denne andelen av PBDE-47 av sum PBDE er tilsvarande den som er funne i laksefilet. Det fins førebels ikkje grenseverdier for bromerte flammehemmarar verken i fôr, fôringrediensar eller mat. Vi ser at fiskeoljene er høgare enn fullfôr og er viktigaste bidragsytaren til PBDE i fôret. Vegetabilske oljer var svært låge på PBDE.

Tabell 9. Gjennomsnittsinnhald av PBDE kongenerar (µg/kg prøve) i fullfôr tatt i 2004 og 2003 og fiskeolje prøvetatt i 2004.

Prøve	ÅR	PBDE-28 (µg/kg)	PBDE-47 (µg/kg)	PBDE-100 (µg/kg)	PBDE-99 (µg/kg)	PBDE-154 (µg/kg)	PBDE-153 (µg/kg)	Sum PBDE (µg/kg)
Fiskefôr (n=10) Gjennomsnitt Variasjon	2004	0,08	2,07	0,35	0,31	0,19	0,08	3,0 (0,55-9,0)
Fiskefôr (n=22) Gjennomsnitt Variasjon	2003	0,16	1,76	0,30	0,33	0,16	0,14	2,7 (0,64-7,9)
Fiskeolje (n=6) Gjennomsnitt Variasjon	2004	0,18	3,46	0,46	0,47	0,46	0,08	5,1 (1,1-8,5)

Uorganiske framandstoff/metall

Arsen (total arsen og uorganisk arsen)

Det vart analysert 40 fôrprøvar for arsen i 2004 (Tabell 10). Resultata varierte frå 4,3 til 11,0 mg/kg med ein middelerdi på 7,0 mg/kg fullfôr. Norge og EU har ein øvre grenseverdi på 6,0 mg/kg (88 % tørrstoff). Det går fram av resultata at det i ei rad av prøvane er det målt arseninnhald som ligger over dagens grenseverdi. Norge har tidlegare foreslått overfor EU å endra denne grenseverdien til 10 mg/kg. Då vil ein ta høgde for normal førekomst av arsen i marine fôringrediensar. Resultata i år viser eit høgare gjennomsnittsnivå enn i fjor og året før då det vart funne henholdsvis 5,8 og 3,6 mg As/kg. Dette indikerer at bidraget av kolmule i fiskemjølet har vore spesielt høgt i 2004 samanlikna med tidlegare. Arseninnhaldet i forskjellige artar av industrifisk er publisert frå NIFES i 2004. Innhaldet av arsen i fiskefôr skuldast bidraga frå marine fôringrediensar som fiskemjøl og fiskeolje (Tabell 10).

I 2004 vart 20 fôrprøvar også analysert for uorganisk arsen. Verdiane viste eit snitt på 0,018 mg uorganisk As/kg med ein maksimumsverdi på 0,047 mg/kg. I gjennomsnitt var såleis berre 0,3 % av det totale arseninnhaldet i fiskefôret uorganisk arsen. Slike spesieringsdata for arsen er viktige på grunn av stor skilnad i toksisitet mellom dei forskjellige kjemiske formene av arsen. Det låge innhaldet av uorganisk arsen i fiskefôr kan brukast som eit argument for å heva grensa for arsen eller at ein ved at ein no får fram data på uorganisk arsen vil ønska å setje grense for uorganiske arsen i staden for eller i tillegg til total arsen. Organisk arsen som for eksempel arsenobetain vert akkumulert i marine organismar. Dette er i motsetnad til det som skjer i varmblodige dyr som raskt skil ut arsenobetain frå sjømat gjennom urin. De er dog også høgt arseninnhald i oljer og her bør ein også gjere vidare forskning for å klargjere former.

Tabell 10. Innhald av dei uønska spormetalla arsen, kadmium, kvikksølv og bly i fiskefôr 2004. Verdiane er gitt som mg/kg prøve. N=40 for metalla, n= 20 for uorganisk arsen og fluor; n=10 for Me-Hg

Spormetall	Gjennomsnitt (mg/kg)	Minimum (mg/kg)	Maksimum (mg/kg)	EU sin øvre grenseverdi basert på 88% tørrstoff (mg/kg)
Arsen	7,0	4,1	11,0	6,0
Arsen, uorg.	0,018	<0,0016	0,047	-
Kadmium	0,21	0,10	0,54	0,5
Kvikksølv	0,06	0,04	0,15	0,1
Metyl-Hg	0,044	0,03	0,06	-
Bly	0,06	<0,04	0,30	5,0
Fluor	38	16	68	150

Kadmium (Cd)

Kadmiuminnhaldet i fullfôr er vist i Tabell 10 og i fôringrediensar i Tabell 11. Resultata i fullfôr varierte frå 0,10 til 0,54 mg/kg med ein middelvei på 0,21 mg/kg prøve mot eit snitt på 0,23 i fjor. Norge og EU har ein gjeldande øvre grenseverdi på 0,5 mg/kg fullfôr (88 % tørrstoff). Resultata viste at ingen av prøvane var over grenseverdien på 0,5 mot to i 2003. Den eine prøven som viste 0,54 mg Cd/kg hadde eit tørrstoffinnhald på 96% som omrekna vart akkurat på grensa ved 88% tørrstoff. Norge har for øvrig tidlegare foreslått ei øvre grense på 1,0 mg/kg fullfôr basert på nyare studium av kadmiumeksponert laks. Dersom denne grensa vart gjort gjeldande, ville ein ha større fleksibilitet med omsyn på valg av marine ingrediensar i fôr til oppdrettsfisk.

Kadmiuminnhaldet i fiskemjøl varierte frå 0,20 mg/kg til 1,1 mg/kg prøve med et gjennomsnitt på 0,39 mg/kg prøve (mot 0,31 i fjor). Som tidlegare ser vi ei bimodal fordeling av kadmium i fiskemjøl. To av ti prøvar ligg rundt 1,0 mg/kg mens dei øvrige 8 ligg i området 0,2-0,25 mg

Cd/kg med liten variasjon. Dersom ein får inn desse fiskemjøla med rundt/over 1,0 mg Cd/kg så vil ein lett kunne koma over 0,5 mg/kg i det ferdige fôret. Det var analysert ein del andre fôrråstoff for kadmiuminnhald også, og verdiane var lægre enn for fiskemjøl på alle desse slik at dei fleste andre ingrediensar bidreg til å senke total Cd i fôr i høve til fiskemjøl.

Tabell 11. Innhald av de uønska spormetalla arsen, kadmium, kvikksølv og bly i fiskemjøl, ensilasje, fiskeolje og vegetabilsk olje i 2004. Verdiane er gitt som mg/kg prøve.

Fôringrediens	Arsen (mg/kg)	Kadmium (mg/kg)	Kvikksølv (mg/kg)	Bly (mg/kg)
Fiskemjøl (n=10)				
Gjennomsnitt	9,6	0,39	0,13	0,08
Min.-maks.	(2,7-14)	(0,20-1,1)	(<0,03-0,17)	(<0,04-0,42)
Fiskeolje (n=6)				
Gjennomsnitt	12			
Min.-maks.	10-15	<0,01	<0,03	<0,04-0,36
Veg. olje (n=5)				
Min.-maks.	0,04-0,9	<0,01	<0,03	<0,04-0,8

Kvikksølv (Hg) inklusive spesiering (Me-Hg)

Kvikksølvinnhaldet i fullfôr er vist i Tabell 10 og i fôringrediensar i Tabell 11. Resultata varierte frå 0,04 til 0,15 mg/kg fullfôr med ein middelvei på 0,06 mg/kg fullfôr som er akkurat det same som i 2003 og er også samanfallande med resultat frå tidligare år. Ein prøve hadde eit innhald av totalt Hg som var høgare enn Norge og EU sin øvre grenseverdi på 0,1 mg/kg i fullfôr (88 % tørrstoff). Det er NIFES si oppfatning at ein grenseverdi på 0,1 mg/kg fullfôr bør kunne aukast til 0,5 mg/kg fullfôr mellom anna på bakgrunn av at CODEX og EU har fastsett ein øvre grenseverdi i sjømat til 0,5 mg/kg av matvara (våt vekt). Såleis er grenseverdien i fôr langt strengare enn i matvarer til menneske. Fôrtoksikologiske studiar på laks ved NIFES har vist at kvikksølvkonsentrasjonar i fullfôr på 0,5 mg/kg ikkje gjev toksiske verknader og at filletverdiane ikkje stig nemneverdig. Med ei noko høgare grense for Hg vil alternative marine fôringrediensar, som til dømes krill og blåskjel, lettare kunne verta inkludert som fôrråstoff. I 10 av dei 40 analyserte fôrprøvane vart det også analysert for metyl-kvikksølv. Analysane viste at i gjennomsnitt var 81 % av totalkvikksølv metylkvikksølv. Dette er som forventet ut frå at det er marine råstoff som truleg bidreg med kvikksølvet.

Kvikksølvinnhaldet i marine fôringrediensar er låge. Fiskemjøl viste gjennomsnittleg kvikksølvinnhald på 0,13 mg/kg prøve (som i 2003) med ein variasjon frå <0,03 til 0,16 mg/kg (Tabell 11). I fiskemjølet var innhaldet av metylkvikksølv i snitt 0,10 mg Hg/kg og det var om lag 82 % av totalkvikksølv som var metylkvikksølv. I 2004 var det ingen funn over deteksjonsgrensa

på kvikksølvinnhaldet i fiskeolje i motsetnad til i 2003 då det vart funne ei olje med 0,12 mg/kg prøve. Vegetabilsk olje (inkl. rapsolje) inneheldt < 0,03 mg/kg prøve.

Bly (Pb)

Blyinnhaldet i fullfôr er vist i Tabell 10 og i fôringrediensar i Tabell 11. Resultatene varierte frå <0,04 til 0,30 mg/kg fullfôr med ein middelerdi på 0,06 mg/kg fôr. I 2003 fann vi frå 0,04 til 0,13 mg/kg med ein middelerdi på 0,08 mg/kg fullfôr. Norge og EU har ein øvre grenseverdi på 5,0 mg/kg fullfôr (88 % tørrstoff). Dette viser at marine fôringrediensar har låge nivå av bly. Dette gjeld spesielt så lenge skjel eller produkt av skjel ikkje vert brukt som ingrediensar i fiskefôr. Det går fram av resultatane at ingen av prøvane hadde eit blyinnhald som oversteig grenseverdien. Resultatene frå analysar for bly i 2003 og 2004 viser liknande nivå som er funnet i dei føregåande åra (1999-2002) på henholdsvis 0,13, 0,09, 0,10 og 0,05 mg/kg fullfôr.

Fluor (F)

Fluorinnhaldet analysert i 20 prøvar av fullfôr er vist i Tabell 10. Resultatene varierte frå 16 til 68 mg F/kg med eit snitt på 38. I fiskemjøl (n=10, data ikkje i tabell) låg nivået mellom 8,4 og 26 mg F/kg. Sidan dette er betydeleg lågare enn i fiskefôr, viser dette at også andre fôringrediensar enn fiskemjøl bidreg betydeleg til fluornivaet i fiskefôr. Ein analyse av eitt enkelt ensilasjeprodukt viste 17 mg F/kg.

Radioaktive stoff

Det vart ikkje inkludert radioaktive stoff i programmet for 2004. I 2003 vart technetium99 analysert i 10 prøver, fem fôr, tre fiskemjøl og to ensilasjeprøver. I fôra vart det funne svært låge verdiar frå 0,23 til 0,35 Bq/kg, med eit snitt på 0,30 Bq/kg. I fiskemjølspørvane vart det funne 0,20 Bq/kg i to prøvar og ikkje detekterbart (<0,19) den tredje, mens det vart funne eit gjennomsnitt på 0,43 Bq/kg i de to ensilasjepørvane.

Tilsetningsstoff

Fargestoff

Astaxanthin og cantaxanthin

Det vart analysert 56 fôrprøvar for astaxanthin og cantaxanthin i 2004 mot henholdsvis 53 og 43 prøver i 2003. Innhaldet av astaxanthin varierte frå kvantifiseringsgrensa på <1,3 mg/kg til 83 mg/kg fôr. Ingen analyserte fôr var over grensa på 100 mg/kg fôr (88 % tørrstoff). Det vart ikkje

funne cantaxanthin i nokon av fôra i 2004, mens det vart funne cantaxanthin i to fôr i 2003. Det er innført ei eigen øvre grense på cantaxanthin på 25 mg/kg fullfôr som vart gjort gjeldande frå desember 2003, men som nemnt var det i det heile ikkje funne bruk av dette stoffet i nokon av dei utplukka fôrprøvane i 2004.

Antioksidantar

Etoxyquin

Bestemming av sum etoxyquin vart utført på 21 fullfôr i 2004 som i 2003. Målt konsentrasjon varierte frå 3 til 88 mg/kg fôr. I 2003 varierte innhaldet av etoxyquin i fôrprøvene frå 10 mg/kg til 98 mg/kg fullfôr. Ingen av resultatane for sum etoxyquin i fiskefôr indikerer at nokon var over grenseverdien på 150 mg/kg, som gjelder sum av syntetiske antioksidantar. Ettersom det dog ikkje vart analysert for andre syntetiske antioksidantar, slik som BHT, har ein likevel ikkje fullt oversyn her.

Det var vidare analysert 21 prøvar av fôrråstoff. I fiskeolje (n=6) var innhaldet av etoxyquin svært lågt og varierte frå 0,21 til 5 mg/kg. Etoxyquin-innhaldet i fiskemjøl (n=10) varierte i 2004 frå 8 til 194 mg/kg fôr i 2004 mot ein variasjon frå 35 til 243 mg/kg prøve i 2003. I vegetabilsk olje (n=5 totalt) var innhaldet svært lågt og i området frå 0,15 til 1,8 mg/kg.

NIFES arbeider med å validere metodar for dei syntetiske antioksidantane butylert hydroksyanisol (BHA) og butylert hydroksytoluen (BHT), og desse stoffa vil verta inkludert i overvåkingsprogrammet for fiskefôr og fôringrediensar mot slutten av 2005.

Essensielle stoff med øvre grenseverdier

Jern

Resultata av jernanalysar i 2004 (Tabell 12) varierte frå 126 til 400 mg/kg fôr med ein middelvei på 148 mg/kg fôr mot ein variasjon frå 44 til 235 mg/kg fiskefôr med ein middelvei på 165 mg/kg fiskefôr i 2003. Jern vart ikkje analysert i programmet i 2003.

Sink

Resultata av sinkanalysar i 2004 (Tabell 12) varierte frå 96 til 191 mg/kg med ein middelvei på 148 mg/kg fôr mot ein variasjon frå 44 til 235 mg/kg fiskefôr med ein middelvei på 165 mg/kg fiskefôr i 2003. Dette kan visa ein trend om at norske fôrprodusentar har redusert sinktilsetjinga i

tråd med at grenseverdien er redusert frå 250 mg/kg til 200 mg/kg. Tabell 12 viser vidare ein variasjon av sinkinnhaldet i fiskemjøl frå 51 til 90 mg/kg prøve og at det i fiskeolje ikkje vart kvantifisert sink i dei seks prøvane som vart analysert.

Kopar

Resultata for kopar (Tabell 12) varierte frå 5,3 til 21 mg/kg fullfôr med ein middelvei på 10,8 mot ein middelvei på 9,8 mg/kg prøve i 2003 då variasjonen også var frå 4,7 til 15,3 mg/kg fôr. I 2003 reduserte EU den øvre grenseverdi for kopar i fôr frå 35 til 25 mg/kg og det går fram av resultata at ingen av prøvane som vart målt hadde eit koparinnhald som var over dagens grenseverdi, sjølv om denne er senka. Tabell 12 viser vidare ein variasjon av koparinnhaldet i fiskemjøl frå 2,7 til 11 mg/kg prøve og i fiskeolje frå <0,3 til 0,6 mg/kg prøve.

Tabell 12. Innhald av essensiell sporelement med øvre grenseverdiar (jern, sink, mangan, kopar, kobolt og selen) i fiskefôr 2004. Verdiane er gjevne som mg/kg prøve. Minimums- og maksimumsverdiar er gjevne i parentes.

Prøve (n)	Jern (mg/kg)	Sink (mg/kg)	Kopar (mg/kg)	Mangan (mg/kg)	Kobolt (mg/kg)	Molybden (mg/kg)	Selen (mg/kg)
Fiskefôr (n=40)	213 (126-400)	148 (96-191)	11 (5,3-21)	34 (14-67)	0,45 (0,06-1,6)	0,90 (0,01-4,4)	1,3 (0,7-4,1)
Fiskemjøl (n=10)	280 (209-373)	70 (51-90)	4,4 (2,7-11)	5,1 (3,0-11)	0,09 (0,06-0,14)	0,17 (0,05-1,0)	3,4 (1,5-10)
Fiskeolje (n=6)	5,5 1,8-13	<1,5	<0,3-0,6	0,01-0,11	<0,01	<0,01	<0,1-0,2
Øvre grenseverdi ¹⁾	750	200	25	100	2	2,5	0,5

¹⁾ Gjeld fullfôr, grensa gjeld imidlertid berre når sporelementa er tilsett (jmfr Se)

Mangan

Resultata for mangan i fiskefôr viste ein lågare middelværdi (34 mg/kg fôr) i 2004 enn i 2003 då det vart funne eit snitt på 45 mg/kg. I 2004 var variasjonen frå 14 til 67 mot frå 12 til 79 mg/kg fullfôr i 2003 (Tabell 12). EU redusert øvre grenseverdi for fiskefôr frå 250 til 100 mg/kg i 2003. Tabell 12 viser vidare ein variasjon av manganinnhaldet i fiskemjøl frå 3 til 11 mg/kg mot 4,1 til 39 mg/kg prøve i 2003. I fiskeolje var konsentrasjonen så låg (0,11 mg/kg og lægre) at det ikkje påverkar totalinnhaldet av Mn i fiskefôr.

Kobolt

Koboltnivåa i fullfôr og ingrediensar i 2004 er vist i Tabell 12. Resultatene varierte frå 0,061 til 1,6 mg/kg med ein gjennomsnittsverdi på 0,45 mg/kg fullfôr. Dette er same snittverdi som i 2003 og svært nær det koboltinnhaldet som vart funne i fullfôr i 2002 med eit gjennomsnitt på 0,44 mg/kg fullfôr. Det må imidlertid tilføyes at det er svært få behovsdata for kobolt hos fisk. EU har redusert sin øvre grenseverdi frå 10 til 2 mg/kg fullfôr. Tabell 12 viser vidare ein variasjon av koboltinnhaldet i fiskemjøl frå 0,06 til 0,14 mg/kg prøve, som er mykje jamnare konsentrasjon enn vist tidlegare. Kobolt vart ikkje analysert over bestemmingsgrensa i fiskeoljer.

Selen

Selen vart analysert i 40 prøver av fullfôr i 2004 som i 2003 (Tabell 12). Resultata varierte frå 0,7 til 4,1 i 2004 mot ein variasjon frå 0,8 til 3,3 mg/kg i 2003. Middelværdien var på 1,3 mg/kg fullfôr både i 2003 og 2004. Det er sett ein øvre grenseverdi for selen er på 0,5 mg/kg.. Øvre

grenseverdi vert berre gjort gjeldande i dei tilfelle fôret vert tilsett ekstra selen. Sjølv om alle dei analyserte fôrprøvane oversteig den øvre grenseverdien for selen har dette liten relevans ut frå at det truleg ikkje vert tilsett selen. Fiskemjøl bidreg med det meste av den selen ein finn i fôret, med gjennomsnittsverdiar på 3,4 mg/kg med ein variasjon frå 1,5 til heile 10 mg/kg. Det kan også vera mogelege bidrag frå vegetabilske råvarer og fiskeolje.

Molybden

Det vart også analysert 40 fôrprøvar for molybden i 2004. Analyseresultata varierte frå 0,1 til 4,4 med eit gjennomsnitt på 0,9 mg Mo/kg. Eitt fôr var over grenseverdien på 2,5 mg/kg i 2004. I fiskemjøl var konsentrasjonen av Mo lågt med ein snitt på 0,17 mg Mo/kg og i fiskeolje var Mo ikkje kvantifiserbart. Ut frå dette må det enten vera andre råvarer enn dei analyserte eller tilsjeting som hevar Mo-konsentrasjonen i fullfôr.

Jod

Det vart analysert 40 fôrprøvar for jod i 2004 (data ikkje i tabell). Analyseresultata varierte frå 1,0 til 9,0 med eit snitt på 3,9 mg/kg. For jod er det ei øvre grense på 20 mg/kg i fullfôr og alle analyserte fôr var såleis godt under halvparten av øvre grenseverdi. Derimot er fôret med minst jod under det som er anbefalt på 1,1 mg/kg, men nedre grenser er anbefalingar og ikkje forskriftsfesta. Jod vart ikkje analysert i fôrprogrammet i 2003, men det vart gjort eit større arbeid i år 2000 då 96 fiskefôr vart analyser og ein fann verdiar frå 1,2 til 10,5 mg/kg med eit snitt på 4,6 mg jod/kg fôr.

Vitamin A

Vitamin A er ei samlenemning som omfattar alle substansar med same kvalitative eigenskapar som retinol (vitamin A1). Retinol kan liggja føre som ei blanding av fleire ulike isomerar der hovudformene er all-trans, 9-, 11- og 13 cis retinol. Fisk har i tillegg evna til å danna 3,4 didehydroretinol (vitamin A2) frå retinol og inneheld ofte større mengder A2 enn A1. Alle dei ulike formene har biologisk effekt og bør derfor summerast ved kvantitativ analyse av vitamin A.

Det vart analysert 21 prøver av fullfôr for vitamin A i 2004 og resultatata er vist i tabell 13. Dei kjemiske formene av retinol som vart analysert var all-trans retinol, all-trans 3,4 didehydroretinol, 9-cis og 13-cis retinol. Vitamin A innhaldet varierte frå 10 til 121 mg/kg prøve, med eit snitt på 31 mg/kg fullfôr mot 16 i snitt i 2003. Dette er eit rikeleg nivå med tanke på fisken sitt behov (0,75

mg/kg). Det er sett ein øvre grenseverdi for vitamin A i fôr til dei fleste husdyr, men enno ikkje spesifikt for fisk.

Tabell 13. Innhald av vitaminer (vitamin A som all-trans, 9- og 13-cis retinol og vitamin D3) i fiskefôr prøvetatt i 2003. Verdiane er gitt som mg/kg prøve

Vitamin	Gjennomsnitt (mg/kg)	Minimum (mg/kg)	Maksimum (mg/kg)
Vitamin A (n=20)	31	10	121
Vitamin D3 (n=20)	0,35	0,21	0,75

Vitamin D3

Øvre grenseverdi for vitamin D3 i fiskefôr er 3000 I.E./kg, noko som tilsvarar 0,075 mg/kg fôr. Alle dei 21 analyserte prøvane hadde høgare innhald av vitamin D3 enn den øvre grenseverdien (Tabell 13). Grenseverdien vert imidlertid berre gjort gjeldande i dei tilfelle vitamin D vert tilsett fôrblendingane. Marine oljer har naturleg høgt innhald av vitamin D og tilsetjing av vitamin D til fôr basert på marine råstoff er derfor unødvendig og ikkje tilrådeleg. Vitamin D3 -innhaldet varierte frå 0,21 mg/kg til 0,75 mg/kg, med eit gjennomsnitt på 0,35 mg/kg mot 0,48 mg/kg i 2003 og 0,16 mg/kg i 2002.

Det er pågåande forskingsaktivitet på vitamin D og beindanning hos fisk ved NIFES i form av eit strategisk instituttprogram frå Norges forskingsråd (2003-2007) for å avklara tilhøva rundt vitamin A, D og K og utvikling av beindeforitet hos oppdrettslaks.

Stoff som av ulike årsaker har/kan få fokus og der ein treng bakgrunnsdata

Essensielle sporelement

I 2003 vart det under denne motivasjonen analysert for bor, vanadium og krom, men dette er ikkje følgt opp vidare i 2004. Resultata frå analysane i fjor er tilgjengelege på www.mattilsynet.no.

Feittsyrefordeling av total feitt i fôrråstoff

Det vart analysert feittsyresamansetjing av ein ensilasjeprøve, 6 fiskeoljer og 5 vegetabiliske oljer. Tabell 14 viser den prosentvise samansetjing av utvalde feittsyreklassar i desse oljene. Resultatene viser at det er stor variasjon i fordeling av feittsyrer summert i klassar mellom oljene. For de metta feittsyrene er det feittsyra 16:0 som bidreg mest. Innhaldet av 16:0 utgjer meir enn 50% av sum metta feittsyrene i alle oljene. Blant dei einumetta feittsyrene er det større skilnad. 18:1 er totalt dominerande i vegetabilisk olje, mens det for dei marine oljene er ei jamn fordeling mellom 18:1, 20:1 og 22:1. Som venta er innhaldet av ω -3 feittsyrene størst i dei marine oljene. For to av dei seks fiskeoljene merka Omega var innhaldet ekstra høgt og det kunne tenksjast at desse var tilsett ekstra ω -3 feittsyrer, men det kan også vera heilt ulikt råstoffgrunnlag til produksjonen. Mens 4 av oljene hadde sum ω -3 feittsyrer i området 15-17% hadde desse to sum ω -3 feittsyrer på 37-38%. Vi ser ellers at tilhøvet mellom ω -3 og ω -6 svært klart skiljer vegetabiliske og marine oljer.

Tabell 14. Prosentvis fordeling (gjennomsnitt) av feittsyrer (FS) i dei analyserte fôrvarene

Feittsyrer	Ensilasje (n=1)	Fiskeolje (n=6)	Vegetabilisk olje (n=5)
Metta FS	22,0	24,1	15,6
Ein-umetta FS	44,0	46,6	58,5
Fleir-umetta FS	31,7	26,0	25,7
Tilhøvet feittsyrer	n-3/n-6 4,7	11,5	0,4

Analyseresultatata for aske viste ein variasjon frå 5,1 til 15,1 i 2004 mot 5,0 til 9,7 g/100 gram prøve i 2003. Den nest høgste målte askeverdi var for øvrig på 10,4 g/100 gram. Avvik frå deklarererte verdiar er gjeve i Tabell 15.

Tilsetningsstoff

Pigment

Det vart påvist eitt avvik i forhold til deklarerert mengde astaxanthin i fôret (Tabell 15). Når det gjelder cantaxanthin er dette verken deklarerert eller funne i dei analyserte fôra.

Genmodifiserte fôrvarer

I 2004 da disse fôrprøvene vart kontrollert, var grense for merkekrav 2 % på kvar av ingrediensane. Veterinærinstituttet som har gjennomført kontrollanalysane bruker ein spesialutviklet kvantitativ PCR teknikk med høg oppløysing.

Fôrprøver

To fôrprøver er analyserte, ingen av desse inneheld transgene segmenter. Av 6 soyaråvarer sjekka for ARG-GMO, ble 5 også analysert for å finne ut om GMO var tilstades (GTS fragment), I fire av desse vart det gjordt positive funn, men mengde GMO-fragment var ikkje oppgitt.

Fem kveitemjøl vart analyserte, ein av desse inneheld eit 100 basepar fragment av eit proteinkinasegen. Analyseresultatene er ikkje kvantitative.

Ein prøve av maisråvare vart undersøkt og funne å ikkje innehalde GMO. To maisglutenprøver vart undersøkt, ein av desse inneheld MON810, dvs. transgent bt-toxin, men konsentrasjon av dette i råvara var ikkje gitt.

Tabell 16. Prøver av fôr og råvarer, analysert for påvising av GMO (utenom ARG-GMO)

	Fullfôr	Soyaråvare	Hveteråvare	Maisråvare	Maisgluten	Raps
Tal på prøvar	2	5*	5	1	2	1**
Identifiserte GMO-markører	-	GTS fragment	Proteinkinasegen 100bp	-	MON810 påvist i en av prøvene	
Tal på prøvar med tilstedeværing av GMO	-	4	1	0	1	0

*kun analysert for GTS (40-3-2; 85 bp), ** feilmerka; viste seg ikkje å innehalda rapsgener.

TILRÅDDE SATSINGAR

Forbodne og uønska stoff

GMO/ARG-GMO

Korvidt ARG-GMO (antibiotikaresistens) som vert funne kjem frå bakteriar, eller er der som ein konsekvens av genmodifisering, ikkje er mogeleg å skilje frå kvarandre med dagens metodar. Det vert difor anbefalt å auka fokus på metodeutvikling som eit viktig kompliment til auka innsats på overvaking av ARG-GMO.

Talet på prøvar som vart testa for å finna korvidt GMO var tilstades i 2004 var framleis begrensa, frå ein til seks prøvar av dei ulike råvarene. At metodane ikkje er nøyaktige nok til å gje kvantitative resultat (konsentrasjoner av GMO tilstades) minskar imidlertid verdien av analyseresultata. Det samme miljøet som har gjennomført analysane er ledande i EU når det gjeld metodar på GMO, og det må framover verte mogeleg å få resultata kvantitativt i dette programmet. Det vert såleis tilrådd å auke talet på prøvar, og be om å få resultata oppgitt kvantitativt.

Kontaminantar

På kontaminantsida er det slik at komponentar som tidlegare har vore vurdert som harmlause i høve til miljø og helse, ofte kjem i søkelyset for mogeleg toksisitet. Då er det veldig raskt også eit krav om dokumentasjon av nivåa i fôr og mat. I 2004 kom mange nye kontaminantar med i programmet bl.a. fleire nye pesticid slik som toksafen. For mange av desse har ein framleis lite datagrunnlag og innsatsen her bør aukast. Dette gjeld også spesielt i dei tilfelle ein tek i bruk nye fôrråstoff i næringa og ein kan forventa at andre typar pesticid enn dei som til no har vorte analysert kan vera i brukt.

Tilsvarende problemstillingar gjeld også for fleire medisinar der ein med aukande verdhandel kan forventa t.d. meir råstoff frå land som er meir liberale i høve til å bruka medisin preventivt.

For enkelte kontaminantar der det kan vera vanskeleg å jamt over halda grenseverdi kunne det vera viktig å gå vidare med nye forsøk for å framskaffa dokumentasjon på om grenseverdiane er rette. Eit døme på dette kan vera kvikksølv, der ein har noko dokumentasjon, men der meir dokumentasjon kan vera nødvendig som eventuel grunnleg for Noreg til å gje innspel for å endre grenseverdiar. Dette gjeld også pesticidet enosulfan.

Tilsetjingstoff

Antioksidantar i fôr og fôrråstoff har vore i fokus mange gonger dei siste åra. Dette gjeld både naturlege og syntetiske. Det manglar data på dette feltet og det er eit behov for å gjera meir dokumentasjon både på innhald i fôr og overføring til fillet av dei ulike antioksidantane som vert brukt i fôr og fôrråstoff.