



N I F E S

NASJONALT INSTITUTT
FOR ERNÆRINGS- OG
SJØMATFORSKNING

ÅRSRAPPORT 2005

OVERVAKNINGSPROGRAM FOR FÔRVARER TIL FISK OG ANDRE AKVATISKE DYR

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

Nasjonalt institutt for ernærings- og sjømatforskning

Postboks 2029 Nordnes, 5817 Bergen

E-mail: ama@nifes.no

Oppdragsrapport, arbeid utført på oppdrag av Mattilsynet, Nasjonalt senter for fisk og sjømat. Revidert versjon, august 2006.

FORORD

Denne rapporten samlar resultat frå overvakingsprogrammet for fiskefôr og fôrråstoff i 2005. Mattilsynet er oppdragsgjevar for overvakinga. Overvakingsprogrammet er Norges nasjonale oppfølging av nasjonalt og internasjonalt regelverk på dyrefôr.

Gjeldande regelverk er "Forskrift om fôrvarer" som vart sett i kraft i Norge 7. november 2002. Denne forskrifta blir jamleg endra og oppdatert i tråd med endringar i EU si fôrlovgeving, dersom ikkje Noreg vil prøva å halda på særreglar, noko som normalt ikkje skjer. Forskrifta er fastsett av Landbruks og matdepartementet og Fiskeri og kystdepartementet i fellesskap, og gjelder også fôrvarer til fisk.

Overvakningsprogrammet "Fôrvarer til fisk og andre akvatiske dyr" var tidlegare ein del av Fiskeridirektoratet sitt tilsyn med tilknytte verksemder i følgje forskrifta fram til utgangen av 2003. Frå 1. januar 2004 vart denne verksemda lagt til Mattilsynet. Programmet inkluderer stikkprøvekontroll med inspeksjon, uttak av prøvar og analyse av prøvane, med spesielt fokus på tryggleik og reieleg handel. Programmet starta forsiktig på slutten av 1980-talet ved Fiskeridirektoratets Sentrallaboratorium. NIFES vart delaktig i 1996 og sidan er programmet blitt utvida i tråd med utvida regelverk og har gradvis også begynt å inkludere meir fôringrediensar i tillegg til fullfôrblandingar. Dette betyr at fleire typar prøvar vart samla inn prøvetatt og analysert, sjølv om det totale talet på prøvar vert som tidlegare år, nemleg om lag ein prøve pr. 1000 tonn produsert fiskefôr.

For 2005 vart prøvetaking utført i samsvar med oppsett prøvetakingsplan. Mattilsynet sitt tilsynsprogram gav talet på prøvar og prøvetypar for dei ulike verksemdene. Prøvetakinga vart utført av Mattilsynet sine distriktskontor. På analysesida har også Norsk Matanalyse i Ålesund vore direkte involvert i programmet og har utført mikrobiologiske analyser, samt analysar av protein, feitt, farge og vassinnhald i prøvar frå dei fôrfabrikkane som soknar til laboratoriet.

Teknisk ansvarlig for programmet ved Nasjonalt institutt for ernærings- og sjømatforskning (NIFES) har vore Annette Bjordal. Eva Torgilsteit har vore ansvarleg for prøveregistrering, prøvesplitting og prøveflyt til de forskjellige laboratoria og har også fulgt opp oppbygging av

rekneark med alle data. 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, John Nielsen, Karstein Heggstad og Tonja LillEidsvik har vore ansvarlege for analyser knytt til pesticid, dioksin, PBDE, PAH og dioksinliknande PCB. Jorun Haugsnes, Berit Engen, Astri Bargård og Anders Bjørnerem har analysert for metall og metallspeciering for metallbestemmingane. Edel Erdal og Merat Behzadzadeh har utført analyser medisinerstar. På næringsstoffsida har Georg Olsen utført feittanalysar, Jacob Wessels har utført proteinanalysar og Anita Kjeldsrup har teke seg av feittsyreanalysane. Anne Karin Syveresen, Kjesrti Ask og Sissel Nygaard tok seg av hanhaldsvis feittløyselege vitamin, fargestoff og antioksidantar.

Veterinærinstituttet i Oslo har utført ARG-GMO- og GMO-analysar samt analysar av mykotoksin. LabNett i Stjørdal har analysert prøvar av fiskemjøl og fôrblendingar for eventuelt innhald av kjøttbeinmjøl og blodmjøl og Fiskerforskning antioksidantar i olje. Eurofins Norge har utført en del av PAH-analysene.

Vi takkar alle som har delteke i gjennomføringa av prosjektet.

NIFES, 1. juni. 2006

INNHOLDSFORTEGNELSE

FORORD	2
INNLEDNING.....	5
EKSPERIMENTELT	7
PRØVETAKINGSPLAN.....	7
ANALYSEPARAMETRAR.....	8
ANALYSEMETODAR.....	11
<i>Prøvepreparering og analysar av mikroorganismar i fôr</i>	11
<i>Analysemetoder-kjemi</i>	12
<i>Organiske miljøgifter</i>	14
<i>Næringsstoff og Antioksidantar</i>	17
RESULTAT MED KOMMENTARAR	20
FORBODNE FÔRMIDLAR.....	20
<i>Fôr og fôrmidlar med gener som kodar for antibiotikaresistens (ARG-GMO)</i>	20
<i>Prosessert animalsk protein (Kjøttbeinmjøl og blodmjøl)</i>	20
UØNSKA STOFF	21
<i>Mikrobiologiske parametar</i>	21
ORGANISKE FRAMANDSTOFF - PESTICID, MM.....	23
<i>Pesticid</i>	23
<i>Uorganiske framandstoff/metall</i>	34
<i>Radioaktive stoff</i>	38
TILSETNINGSSTOFF	38
<i>Fargestoff</i>	38
<i>Antioksidantar</i>	39
ESSENSIELLE STOFF MED ØVRE GRENSEVERDIAR	40
STOFF SOM AV ULIKE ÅRSAKER HAR/KAN FÅ FOKUS OG DER EIN TRENG BAKGRUNNSDATA	44
REDELEG HANDEL - KONTROLL AV DEKLARERTE NÆRINGSSTOFF	45
<i>Hovudnæringsstoff</i>	45
TILSETNINGSSTOFF	46
GENMODIFISERTE FÔRVARER	46
TILRÅDDE SATSINGAR	47
FORBODNE OG UØNSKA STOFF	47
<i>Kontaminantar</i>	47
<i>Tilsetjingstoff</i>	48

INNLEIING

Ettersom norsk produksjon av oppdrettsfisk, særleg laksefisk, har auka så har også den nødvendige produksjonen av fôr auka. I år 2005 var den nasjonale fôrproduksjonen til fisk komen opp i eit volum på ca. 800 000 tonn, og har med det eit volum om lag på linje med fôr til kjøttproduksjon i norsk landbruk.

Den 7. november 2002 vart forskrift om fôrvarer (Fôrvareforskrifta) sett i kraft. Forskrifta er fastsett av Landbruks og Matdepartementet og Fiskeri- og kystdepartementet i fellesskap, og gjeld 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 ta omsyn til då den set krav til fôrvarer til fisk. Disse krava gjeld mellom anna import av fôrvarer 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 som mellom anna er knytt til import av fôrvarer av animalsk opphav, avfallshandtering og bruk av animalsk biprodukt i fôr.

På fôrområdet skal det offentlege regelverket sikra mattryggleik, dyrehelse og høg kvalitet på produkta og vidare også at det skjer reieleg handel. Hovudansvaret for at regelverket vert følgt ligg imidlertid hos verksemdene. Frå 1. januar 2004 har Mattilsynet vore tilsynsstyresmakt med omsyn på fôrvarer til fisk og andre 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 prøvar til analyse

Overvakingsprogrammet "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 var dei første åra konsentrert om ferdige fiskefôrblendingar (fullfôr), men har sidan også vorte

utvida til også å omfatta fôrmidlar (råvarer/ingrediensar). Dette betyr at fleire typar prøvar vart prøvetekne og analyserte i 2005. Det totale talet på prøvar vert forsøkt halde i samsvar med regelverk som har gjelde i tidligare år, nemlig ein prøve pr. 1000 tonn produsert fiskefôrblending.

Programmet for 2005 har vidareført same vinkling som dei siste åra med særleg fokus 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 2005 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, spesielt verdiar frå råvarer der det er teke få prøvar er utelatne, men rapporten summerer opp dei viktigaste resultata som er funne. Vi prøver vidare etterkvart å få fram tidsseriar for å sjå utviklingstrekk i innhaldet av næringsstoff og kontaminantar i norsk fiskefôr.

EKSPERIMENTELT

Prøvetakingsplan

Det er Mattilsynet som lagar prøvetakingsplan for programmet baserte på produksjonsstatistikk frå fôrproduzentane i 2004. NIFES og andre deltakande laboratorium mottok til saman 772 prøvar av fullfôr og fôringrediensar til analyse i 2005 mot 665 prøvar i 2004. Dette reflekterer auken i fôrproduksjon til fisk og høgare innsamling i høve til den opsette planen.

I tillegg til fullfôr er ei rad fôringrediensar tekne ut for analyse og ei oversikt er gjeven i tabell 1. I 2004 vart det teke fôrprøvar og prøvar av fôringrediensar frå totalt 8 større fabrikkar som er eigd av tre ulike fôrfirma. I 2005 er det i tillegg til dei same åtte kome til prøver av importert fôr frå Havsbrun Færøyane. Desse har alle vore tatt ut frå oppdrettsanlegget til Pan Fish i Hyllestad og det er teke prøvar frå 2 små produksjonar av marint yngelfôr hos Maripro på Storebø og SSF i Bergen (Tabell 1).

Tabell 1. Oversikt over prøvar frå fiskefôrfabrikkane

Fabrikk	Fôr	Ensi- lasje	Fiske- -mel	Reke- -mel	Fiske- -Olje	Veg. olje	Mais	Kvei- te	Soya	Raps	Solsik- kemel	Andre ¹⁾
Biomar, Karmøy	71		1			2		1	1		2	1
Biomar, Myre	70		3		2	2					1	1
Ewos, Bergneset	48		2		2	2		2	2		1	1
Ewos, Florø	114	1	3	2	2	2		2	3			2
Ewos, Halsa	83	1	1		1			3	2	1		3
Skretting, Averøy	114	2	4		2	4	2	3	2			1
Skretting, Stavanger	78	1	1		1	2	2	3	3			1
Skretting, Stokmarknes	73	1	2	1	2	2	1	2	2			
Maripro, Storebø	1								1			
SSF, Bergen						1	1	1	1	1		
Importert fôr frå Havsbrun Færøyane	10											
SUM	662	6	17	3	12	17	6	17	17	2	4	9

¹⁾ Andre inkluderer: Erter, hestebønner, lupiner og gluten

Analyseparametrar

Tabell 2. Analyseparametrar, utførande laboratorium og tal på analysar utført i 2005. I parentes talet på analysar i 2004.

Parameter	Laboratorium	Tal på analysar utført
I. Forbodne fôrmidlar		
Kjøttbeinmjøl	LabNett, Stjørdal	150 (140)
Blodmjøl	LabNett, Stjørdal	150 (140)
ARG-GMO 1)	Veterinærinstituttet, Oslo	18 (27)
II. Uønska stoff		
A. Mikrobiologiske parametrar		
<i>Salmonella sp.</i>	NIFES eller Norsk Matanalyse Ålesund	823 (653)
<i>Enterobacteriaceae</i>	NIFES eller Norsk Matanalyse Ålesund	792 (652)
Mugg	NIFES eller Norsk Matanalyse Ålesund	792 (652)
Gjær	NIFES	20 (18)
Mykotoksin – Aflatoksin m.m.	Veterinærinstituttet eller deira underleverandør	34 (18)
Mykotoksin – Ochratoksin A	Veterinærinstituttet eller deira underleverandør	823 (653)
B. Organiske framandstoff		
PCB ₇	NIFES	76 (60)
DDT, HCH, HCB	NIFES	71 (33)
Nye pesticid (t.d. aldrin, toxaphene)	NIFES	63 (33)
Dioksin og dioksinliknande PCB	NIFES	72 (60)
Polybromerte flammehemmarar	NIFES	52 (21)
PAH	NIFES eller Eurofins	50 (16)
C. Uorganiske stoff/specier		
Arsen, totalt	NIFES	70 (68)
Arsen, uorganisk	NIFES	36 (30)
Kadmium	NIFES	63 (68)
Kvikksølv	NIFES	62 (68)
Metylkvikksølv	NIFES	36 (20)
Bly	NIFES	63 (68)
Fluor	NIFES	42 (42)
Tinn, totalt	NIFES	61 (68)
Organisk tinn (TBT)	NIFES	31 (13)
Technetium	Statens strålevern	0 (10 i 2003)
III. Tilsetningsstoff		
Astaxanthin	NIFES eller Norsk Matanalyse, Ålesund	54 (42)
Cantaxanthin	NIFES eller Norsk Matanalyse, Ålesund	56 (42)
BHA	NIFES eller Fiskeriforskning	32 (0)
BHT	NIFES eller Fiskeriforskning	59 (0)
Etoxyquin	NIFES eller Fiskeriforskning	59 (42)
IV. Essensielle mikronæringsstoff med øvre grenseverdi		
Jern	NIFES	52 (68)
Mangan	NIFES	52 (68)
Kobolt	NIFES	52 (68)
Kopar	NIFES	52 (68)
Sink	NIFES	52 (68)
Selen	NIFES	52 (68)
Molybden	NIFES	52 (68)
Jod	NIFES	17 (40)
Vitamin A	NIFES	20 (21)
Vitamin D	NIFES	20 (21)
V. Stoff med framtidig fokus		
Feittsyresamansetjing	NIFES	28 (12)

Tabell 2 (forts)

VI. Redelighetskontroll av deklarerte stoff		
GMO	Veterinærinstituttet, Oslo	20 (38)
Aske	NIFES eller Norsk Matanalyse Ålesund	51 (53)
Feitt	NIFES eller Norsk Matanalyse Ålesund	92 (50)
Protein	NIFES eller Norsk Matanalyse Ålesund	63 (52)
Tørrstoff	NIFES eller Norsk Matanalyse Ålesund	59 (52)
VII. Legemidler		
Oksolinsyre	NIFES	10 (0)
Flumekvin	NIFES	10 (0)
Florfenikol	NIFES	10 (0)

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

Tabell 2 viser kva parametrane som har vore med i analyseprogrammet for 2005 og talet på utførte analysar for dei enkelte parametrar. Talet på analysar er langt større enn tabellen viser då nokon av benevningane er samlekategoriar. 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 grenseverdiar er forventa å koma og ein har då eit talgrunnlag når desse vert innført. I hovudsak vart alle fôrprøvar også analysert for mikrobiologiske parametrar. I tillegg vart fôringrediensar analysert for mikroorganismar og spesielt utvalde kjemiske komponentar.

Det er også gjort analysar for å kontrollera sanne verdiar i høve til deklarerte verdiar. 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. Vi har i 2005 også varsla både Mattilsynet og verksemda dersom vi har funne for høge verdiar av uønska stoff. Her har det bl.a. vorte varsla om forhøga verdiar av arsen og kadmium.

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 til/via Mattilsynet. 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 parametarar og næringsstoffinnhald utført ved Norsk Matanalyse Ålesund. Av ulike årsaker har vi i enkelte tilfelle også sendt analysar til underleverandør for å ta unna oppdragskøar eller forbetra deteksjongrenser. Vi har i år blant anna brukt Eurofins på enkelte prøvar av PAH og Fiskeriforskning i Bergen på enkelte prøvar av antioksidantar.

I overvåkingsprogrammet for 2005 vart det også inkludert analysar for ulovleg bruk av dei mest brukte antibakterielle legemidla til oppdrettsfisk Norge. Bruk av legemiddel til fisk skal berre kunne skje etter foreskriving av veterinær. Det vart analysert for stoffa oksolinsyre, flumekvin og florfenikol på eit utval prøvar frå ulike produsentar.

Analysemetodar

Prøvane som vart tekne ut frå dei ulike fôrfabrikkane vart sendt til NIFES i eigna emballasje. Prøvane vart malt til fint pulver, splitta og overført til tette flasker og fordelt til andre aktuelle analysar.

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

Prøvepreparering og analysar av mikroorganismar i fôr

I dette overvåkingsprogrammet er fôrprøvar undersøkt med tanke på *Salmonella*-bakteriar og mengda bakteriar i familien *Enterobacteriaceae*. I tillegg er det undersøkt for mengda muggsopp i prøvane.

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 selektiv 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 sett opp. Ei definert mengd frå ei passende prøvafortynning vert så støyppt inn i eit selektivt næringsmedium (VRBG). Etter inkubering dannar bakteriar i familien *Enterobacteriaceae* koloniar med karakteristisk utsjånad. Desse vert talde 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 vidare fortynningsserie vert sett opp. Ei definert mengd frå passende prøvafortynning vert plata ut på eit selektivt næringsmedium (DRBC). Etter inkubering dannar muggsoppen koloniar med karakteristisk utsjånad. Desse vert talde. 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 av 0,2 gram 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 verdiar 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 °C 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 og søkt akkreditert. 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 vegd inn. Prøven vart tilsett tetrametylamoniumhydroksid (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 gaskromatograf/massespektrometer (GC/MS). I gaskromatografen 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 kongenerar: PCB 28, 52, 101, 118, 138, 153 og 180.

Kvalitetssikring av analysemetoden 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 vedrørande rettleik og presisjon (intern reproduserbarheit), samt at blindprøvene var under kontroll. Metoden for klorerte hydrokarbon vart prøvd i ein europeisk ringtest med godt 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 punkt eksstern kalibreringskurve. Følgjande PBDE vart bestemt: PBDE-28, 47, 99, 100, 153 og 154. Rettleik vart bestemt ved gjenvinningsforsøk for dei seks kongenerane og resultatane låg mellom 80 og 110%. Førrebeles 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.

PAH

Metoden til bestemming av PAH som ble brukt av Eurofins er akkreditert. Prinsippet for metoden baserer seg først på ei forsåpning, dernest på GPC oppreising (dvs. ein molekylstørrelse kromatografi) og til slutt vert dei ulike PAH-sambindingar bestemt med GC/MS analyse. Følgjande PAH-sambindingar vart bestemt: antracen, benzo(a)antracen, benzo(a)pyren, benzo(b)flurantren, benzo(g,h)perylene, benzo-(k)-fluoranten, krysen/trifenylene, dibenzo(a,h)antracen, fluoranten, fluoren, indeno (1,2,3-cd)pyren, fenantren og pyren. Alle desse PAH-sambindingane hadde ein LOQ på 0,5 µg/kg prøve.

Metoden som er validert og akkreditert hos NIFES skil seg frå Eurofins på to punkt. Det første punktet er at opprensinga skjer med bruk av ”Accelerated solvent extractor (ASE)” og det andre punktet er at 23 PAH sambindingar er inkludert i denne metoden. Skilnaden i PAH sambindingane er knytt til dei med to og tre ringar. I tillegg gjev opprensing med ASE lågare bestemmingsgrense ($<0,1 \mu\text{g}/\text{kg}$ prøve).

Analyse av pesticid med GC-MS

Prøvematerialet (innvegd til å gje om lag 0,5 g fett) vert ekstrahert med heksan ved hjelp av Accelerated Solvent Extractor (ASE® 300™, Dionex, USA). Deretter vert ekstraktet oppkonsentrert ved hjelp av nitrogen og varme (Turbovap II™ Zymark, USA). Vidare vert det reinsa ved å bruk av acetonitril, 2 % dietyleter i heksan og 7,5 % aceton i heksan på et automatisert SPE system, ASPEC™ XL4 (Gilson, Middleton WI, USA). Tre ulike SPE-kolonner vert brukt; først ei Chem Elut™ kolonne, deretter ei BondElut® C18-kolonne og til slutt ei BondElut® Florisil-kolonne. Analysen vert deretter utført ved GC-MS (TRACE GC Ultra™/DSQ™ Single Quadrupole GC/MS, Thermo Finnigan, Bremen, Germany) i negativ kjemisk ionisering SIM modus. Gasskromatografen er utstyrt med ei HP-5ms kolonne (Agilent J&W). For å kvantifisera innhaldet av dei ulike pesticida vert prøvane tilsett ei blanding av ^{13}C merka pesticid (Cambridge Isotope Laboratories, USA) før opparbeiding. Følgjande pesticid er bestemt med denne metoden i dette prosjektet: sum DDT og metabolitter, sum toxaphene (26, 50 og 62), sum klordan (cis- og trans –klordan, cis- og trans nonaklor og oksyklordan), aldrin, dieldrin, endrin og heksaklorbenzen (HCB), heptaklor, endosulfan og HCH.

Legemidler

Oksolinsyre og flumekvin

For analysar med omsyn på oksolinsyre og flumekvin vart det brukt ein fleirtrinns ekstraksjonsprosedyre for å unngå analytiske vanskar med det høge feittinnhaldet i fiskfôr. Etter ekstraksjon vart analysen gjennomført ved høgtrykks væskechromatografi (HPLC) og fluorescensdeteksjon. Deteksjonsgrensa for denne metoden brukt på fiskefôr er $0,1 \mu\text{g}/\text{g}$ for både oksolinsyre og flumekvin.

Florfenikol

Analysar av florfenikol vart utførte ved ein fleirtrinns ekstraksjonsprosedyre for å unngå analytiske vanskar med det høge feittinnhaldet i fiskefôr. Etter ekstraksjon vart analysen gjennomført ved høgtrykks væskrokromatografi (HPLC)/MS med elektrospray ionisasjon (API-ES). Deteksjonsgrensa for florfenikol i fiskefôr analysert ved denne metoden er 0,4 ng/g.

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 (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

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 og det er ikkje mogeleg å bestemme eksakt mengde.

Astaxanthin og cantaxanthin

Karotenoidene vert ekstrahert fra prøvene med diklormetan og etanol under kraftig mekanisk risting. Løysingsmidlane vert dampa av og prøven løyst i passende fortynningar med hexan. Prøven vert separert på normalfase HPLC og detekteret på UV-detektor ved 470nm. Vert så kvantifisert ved hjelp av ekstern standardkurve.

Etoxyquin

Prøvane vart verna mot oksidasjon initiert av lys, oksygen eller overgangsmetall ved at det vart tilsett pyrogallol, askorbinsyre 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 (DE-EQ) og etoxyquin dimer (EQD) 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. NIFES har i etterkant sett at deetylert etoxyquin ikkje vert fullstendig ekstrahert i basisk miljø og denne forma kan vera underestimert ved gjeldande metode. I fôr og fôrråstoff utgjer EQ 90-100% av dei oppgjevne verdiar, EQD rundt 5% og DE-EQ frå null til eit par prosent. Dei oppgjevne verdiane i rapporten er såleis nær summen av EQ og EQD mens vi ikkje kan estimera totalt etoxyquin inklusive DE-EQ korrekt. Oljeprøvane vart bestemt hos Fiskeriforskning, Bergen, med ei bestemmingsgrense på 0,1 mg/kg.

BHT og BHA

BHT vert først ekstrahert med 0,1 % askorbinsyreløysning i acetonitrill. BHT vert så bestemt på HPLC(omvent fase) ved hjelp av fluoescensdetektor. Innhaldet vert berekna ved hjelp av ekstern kalibrering (standardkurve). Metoden er ikkje akkreditert. BHA vert også ekstrahert med 0,1 % askorbinsyreløysning i acetonitrill og bestemt på HPLC (omvent fase) ved hjelp av fluoescensdetektor. Innhaldet vert berekna ved hjelp av ekstern kalibrering (standardkurve). Metoden er ikkje akkreditert.

Oljeprøvane vart bestemt hos Fiskeriforskning sin Bergensavdeling med ei bestemmingsgrense på 10 mg/kg.

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 tørt, forsåpa og metylert før feittsyreestrane 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 Fellesskapets 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 Leco FP-528 Nitrogen analysator. 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)

Seks fôrråvarer, og 14 fullfôr er undersøkt for innhald av ARG-GMO. Resultat frå desse analysane er samla saman med andre data frå analysar av ARG-GMO og GMO på Mattilsynet si heimeside www.mattilsynet.gmo/tilsynsprosjekt og vert ikkje presnert og kommentert vidare i denne rapporten.

Prosessert animalsk protein (Kjøttbeinmjøl og blodmjøl)

Prosesserte animalske protein er med nokon unntak forbodne å bruka i fôr til produksjonsdyr, fisk inkludert. I 2005 vart det til saman undersøkt 154 prøver for kjøttbeinmjøl og blodmjøl, mot 140 i 2004. Av desse prøvane var det 111 prøvar av fullfôr, resterande var i fordelt på fiskemjøl (16), fiskeolje (10), rekemjøl (2) og ensilasje (5). Det vart ikkje påvist kjøttbeinmjøl i nokon av prøvane. Det vart derimot påvist spor av blodmjøl i 3 prøvar, men alle var under grenseverdi. Spor av blodmjøl kan koma frå marint blod og treng ikkje bety ulovleg innblanding.

Uønska stoff

Mikrobiologiske parametrar

I løpet av 2005 vart til saman 772 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 662 undersøkte prøvar av fôrblendingar hadde 5 (0,8 %) eit celletal for muggsopp som var høgare enn den generelle grenseverdien i forskrifta på 1000/g. Tilsvarande verdi for fôrblendingar og fôrråstoff i 2004 var 3,5 %.

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 og fôrvarer 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 dannelse. Dei viktigaste mykotoksinproduserande slektene er *Penicillium*, *Aspergillus* og *Fusarium*. Dei fleste mykotoksin er stabile ovanfor varme og kjemisk handsaming og dei kan være svært giftige sjølv i små konsentrasjonar.

Enterobacteriaceae

I 2005 vart det funne 6 prøvar av fullfôr med eit innhald av bakteriar i familien *Enterobacteriaceae* som var høgare enn øvre grenseverdi på 300 KDE/per gram som er sett i forskrifta. Dette utgjør om lag 0,9 % av dei undersøkte prøvane. I 2004 var dette talet 0,6 % . Det er også ei tilrådd generell grense på 10 KDE/g. Til saman 35 av fôrprøvane undersøkt i 2005 hadde eit innhald av bakteriar i familien *Enterobacteriaceae* som låg mellom 10 og 300 KDE/g fullfôr.

Det vart også undersøkt prøvar av ei rad fôrråstoff, både vegetabiliske og animalske. I nokre av desse vart det funne til dels høge verdier, men dette vert sett på som eit mindre problem sidan dei

skal gjennom ei varmebehandling i fôrtilvirkingsprosessen. For dei vegetabilske er det ingen grenseverdi, men i §7 heiter det mellom anna at fôrvarer skal "ha tilfredsstillende hygienisk kvalitet og ikkje medføre fare for helseskade hos dyr, mennesker eller skade på miljøet".

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

Tabell 4. Resultat for fôrprøvar undersøkt for Salmonella, Enterobacteriaceae og mugg i 2005. Verdiane i tabellen er talet på prøvar som var positive for Salmonella, eller som hadde høgare tal enn grenseverdiane som er oppgitt i parentes. Når det er nytta teiknet – i tabellen er det ikkje utført analysar for denne typen prøve for gjeldande tilverksanlegg. KDE er kolonidannande einingar.

Fabrikk		<i>Salmonella</i> i förblandingar	<i>Enterobacteriaceae</i> , KDE 10-300/g	(>300/g)	Mugg, KDE (> 1000/g)
Ewos					
Halsa	(n= 83)	0	4	0	1
Bergneset	(n=48)	0	6	0	0
Florø	(n= 114)	0	16	5	1
Skretting					
Averøy	(n=114)	0	2	0	1
Stavanger	(n=78)	0	2	0	0
Stokmarknes	(n=73)	0	1	0	1
Biomar					
Myre	(n=70)	0	4	1	0
Karmøy	(n=71)	0		0	1
Maripro					
Storebø	(n=1)	0	0	0	0
SSF					
Bergen		-	-	-	-
Importert	frå				
Havsbrun		0	0	0	0
Færøyane	(n=10)				

Salmonella

Det vart ikkje påvist *Salmonella* bakteriar i nokre prøvar av dei 662 undersøkte förblandingane i 2005. I tillegg til förblandingar, er også föringrediensar undersøkte i 2005. Til saman 110 prøvar av norskprodusert fiskemjøl eller importerte vegetabilske råvarer vart undersøkte med tanke på førekomst av *Salmonella*. Ein prøve frå solsikkecake vart funnen positiv for *Salmonella*. I tillegg er det i 2005 undersøkt 51 miljø/prosessprøvar frå deltakande anlegg. Av desse var to prøvar positive for *Salmonella*. Desse isolata vart typa til *S. Senftenberg* (1,3,19:g,s,t:-) ved Folehelsa sitt referanselaboratorium i Oslo.

Denne rapporten omhandlar berre den offentlige kontrollen, og data frå kontrollen som industrien sjølv gjennomfører er ikkje tekne med. For ei oversikt over resultat frå desse undersøkingane vert det vist til ein eigen rapport utarbeidet av Norsk zoonosesenter, den såkalla *Zoonoserapporten* (www.zoonose.no).

Mykotoksiner

I 2005 vart det analysert 20 prøvar av ulike vegetabiliske fôrmidlar for ei rad mykotoksiner. I tillegg vart 34 prøvar undersøkte for ochratoxin A, av desse hadde 14 prøvar ein konsentrasjon over Deteksjonsgrensa. For aflatoksin B1 er det etablert ein grenseverdi på 20 µg/kg. Det vart funne aflatoksin B1 over deteksjonsgrensa på 0,25 µg/kg i sju av dei 20 analyserte råvarene. Deoksynivalenol vart funne i seks av 20 analyserte prøvar av vegetabiliske fôrmidlar, medan fumonisiner vart påviste i fem prøvar av mais- og soyaråvarer.

Organiske framandstoff - Pesticid, mm

Pesticid

Pesticid (plantevernmiddel) kan verta tilført fiskefôr gjennom dei ulike råstoffa som inngår i fôra. Det pågår ei rivande utvikling innan pesticidområdet og revideringar innan kva som vert brukt i ulike produksjonar rundt om. Spekteret av pesticid som vart ynskt analysert vart utvida i 2004 og vi kan presenterer her andre analyseserie for 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 og fordi EU har sett grenseverdier for fleire av desse og desse grensene er inkorporert i norsk fôrlovgeving..

DDT

DDT er uhyre lite nedbrytbart og har vore vurdert som eit miljøproblem sidan slutten av 60-talet. Det vart i 2005 analysert relativt mange prøvar for DDT i dette programmet. Det vart analysert 18 fôrprøvar, 11 prøvar av fiskemjøl, 11 prøvar av fiskeolje, 11 prøvar vegetabilisk olje og ei rad ulike andre vegetabiliske og marine produkt for DDT og metabolittar. Dei siste inkluderer råstoff basert på soya, mais, kveite, fiskeensilaasje og rekemjøl. Desse siste vert ikkje presentert i tabell ut frå at N er låg for kvar ingrediensstype og at bortsett frå i fiskeensilaasje, vart det nesten ikkje detektert DDT i desse produkta.

Resultata for sum DDT i fullfôr i 2005 varierte frå 7 til 52 $\mu\text{g}/\text{kg}$ med eit gjennomsnitt på 24 $\mu\text{g}/\text{kg}$ (Tabell 5). Det høgaste fôret med målt verdi på 52 $\mu\text{g}/\text{kg}$ er om lag akkurat på grensa på 50 $\mu\text{g}/\text{kg}$ fullfôr dersom ein tek omsyn til teoretisk tørrstoffprosent (88 % tørrstoff) fastsett i norsk fôrforskrift og i EU. Det er her å bemerka at Mattilsynet opererer med eit tolerabelt avvik slik at verdiar over grenseverdi ikkje nødvendigvis er avvik i forvaltningssamanheng. I 2004 varierte konsentrasjonen i fullfôr frå 12 til 65 $\mu\text{g}/\text{kg}$ fullfôr med eit gjennomsnitt på 35 $\mu\text{g}/\text{kg}$ fullfôr. Isolert sett er det såleis ein nedgang og ut frå at 2004 var spesielt høgt var dette positivt. Men ein ligg framleis for DDT relativt nær grenseverdien for mange fôrprøvar. Årsaka til høgare DDT-verdiar i fullfôr i 2004 låg nok i at det vart brukt mykje kolmuleolje i 2004 og at denne er spesielt høg på ei rad organiske miljøgifter, inklusive DDT. Dette var slik også for 2005.

Tabell 5 viser vidare at sum DDT i analysert fiskemjøl varierte frå 2,3 til 15 $\mu\text{g}/\text{kg}$ tørrvekt i 2005 med eit gjennomsnitt på 7,8 $\mu\text{g}/\text{kg}$ mot tilsvarande snitt på 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ i 2004 og 7,2 i 2003. Sum DDT i fiskeolje viste eit snittinnhald på 95 $\mu\text{g}/\text{kg}$ mot 82 i 2004 og berre 27 $\mu\text{g}/\text{kg}$ i 2003 (n=1). Vegetabilsk olje som i år i hovudsak er rapsolje viste eit snitt på 5,4 $\mu\text{g}/\text{kg}$. Vi ser som tidlegare at det i snitt er om lag 20 gonger meir DDT i marine oljer i høve til vegetabilske. Det er framleis påtakeleg stor variasjon i dei målte fiskeoljene, nærare 10 gonger. Vi har her ikkje høve til å gå vidare med sporing av kvifor det er slik, men dette har både med geografiske, artsmessige og reinsemessige tilhøve å gjere.

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, medan andelen pp-DDE i vegetabilsk olje utgjorde mindre enn 25% av sum DDT. pp-DDT utgjorde ca. 10 % i dei produkta som inneheld fisk, mens andelen pp-DDT i vegetabilsk olje var om lag 1/3 av sum DDT. pp-DDE er vurdert å vera "hormonhermar" i miljøet.

Det vart i 2005 også analysert ein del andre vegetabilske fôrråvarer i form av kveite, mais, erter, lupiner og soyaprodukt. Alle desse var lågare enn 1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ sum-DDT og det var stort sett "mindre-enn" verdiar på dei ulike DDT-formene. To prøvar av fiskeensilasje viste eit snitt på 8 $\mu\text{g}/\text{kg}$ sum-DDT.

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.

Prøvar	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 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	Grense (EU og Norge)
Fiskefôr (n=18)	1,0 (0,7-3,4)	3,0 (0,8-7,4)	0,9 (0,1-3,6)	6,1 (1,3-12,6)	0,8 (0,3-2,8)	12,3 (3,4-27)	24 (7,1-52)	50
Fiskemjøl (n=11)	0,5 (<0,18- 1,0)	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)	7,8 (2,3-15)	50
Fiskeolje (n=10)	4,5 (0,8-12,3)	13,9 (1,7-27)	3,9 (1,2-7,7)	23,3 (6,6-61)	1,7 (0,3-4,2)	47,4 (13-104)	95 (27-201)	500
Vegetabilsk olje(Raps) (n=12)	0,4 (<0,18- 1,5)	1,3 (<0,24- 2,9)	0,9 (0,12- 2,1)	0,7 (0,23-2,1)	0,7 (0,20- 1,9)	1,4 (0,25-4,4)	5,4 (1,6-12)	500

Toksafen

Toksafen vart i 2005 også målt i ferdig fôr i tillegg til i ulike ingrediensar (Tabell 6) og det er så vidt vi veit dei første data som er tilgjengelege på dette plantevernmiddelet. Toksafen er ei kompleks blanding av mange relativt like klorerte komponentar. Som i fjor presenterer vi dette som summen av toksafenformene 26, 50 og 62. Dette vert også nytta i EU si fôrlovgjeving. Analysetala er oppgitt som ”upperbound” etter same teknikk som for dioksin. Dvs. at for ikkje-detekterte komponentar vert deteksjonsgrensa brukt. I ferdig fôr fann vi eit snitt på 9,5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ med ein variasjon frå 6,5 til 32 $\mu\text{g}/\text{kg}$ tørt fôr. I marine oljer vart det funne eit snitt på 28 $\mu\text{g}/\text{kg}$ og ein variasjon frå <6,5 til 136 $\mu\text{g}/\text{kg}$. I vegetabilske oljer vart det ikkje detektert dei tre analyserte toksafenformene. I fiskemjøl fann vi verdiar på mellom <6,5 og 15 med eit snitt på 8,9.

Grensa i EU og norsk fôrlovgjeving var 100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ for toksafen på både ferdig fôr og alle typar ingrediensar i 2005. Dette er vedteke endra til 200 for oljer, 50 for ferdig fôr og 20 for andre ingrediensar enn olje, inklusive fiskemjøl i desember 2005. Dei nye grensene vil truleg verte

innfasa også i Norge i løpet av 2006. Med dei gjeldande grenseverdiane i dag var ein prøve av ni av fiskeolje over grensa i 2005.

Klordan

Klordan vart også målt for første gong i fullfôr i programmet for 2005. Her har vi summert formene *cis*- og *trans*- klordan pluss *cis*- og *trans*- nonaklor pluss oksyklordan og brukt ”upperbound” summering av desse fem. Her går det ikkje spesifikt fram i direktivet at det er desse som skal summerast, men vi trur at intensjonen i lovgjevinga er å ha med alle desse og har lagt opp analysane etter det. *Trans*-nonaklor er som regel den som tel mest i denne summeringa. I fullfôr var det funne eit snitt på 7,7 µg/kg tørrfôr med ein variasjon frå <3,7 µg/kg til 22 µg/kg. Eitt fôr var såleis over grenseverdien på 20 µg/kg. I dei analyserte fiskeoljene var snittverdien 22 med ein variasjon frå <3,7 µg/kg, som er kvantifiseringsgrensa for dei 5 stoffa som vert summert, til 80 µg/kg i ei olje. Her var ei olje over grensa fastesett i EU og Norge. I fiskemjøl var konsentrasjonen i snitt 6,6 µg/kg med ein variasjon frå ikkje kvantifisert (<3,7) til 9,6 µg/kg tørrvekt.

Aldrin, dieldrin, endrin og HCB

Aldrin og dieldrin vert normalt vurdert saman i og med at aldrin vert omdanna til dieldrin. I vårt arbeid er alle prøvar analysert for begge desse men vi har ingen positive kvantifiseringar med ei bestemmingsgrense på 0,6 µg/kg for aldrin og har ikkje presentert desse data. For dieldrin fann vi derimot kvantifiserbare mengder i samtlege fôrprøvar (Tabell 6) med eit snitt på 3,7 µg/kg tørt for og ein variasjon frå 0,5 til 9,9 µg/kg. I den mykje omtale Science-artikkelen til Hites m. fl. (2004) fann dei 6-11 µg/kg dieldrin i europeisk fiskefôr mens det chilenske var frå godt under 1 til om lag 6 µg/kg. Nivået av dieldrin i fiskefôr er såleis forholdsvis nær grenseverdien på 10 µg/kg. I fiskemjøl var det eit snitt på 2,3 µg/kg mot 2,2 µg/kg i 2004. I dei marine oljene var gjennomsnittsnivået av dieldrin i år på 13 µg/kg mot 20 µg/kg i 2004. Endrin vart målt i låge konsentrasjonar (Tabell 6) og ser ikkje ut til å representera noko problem i høve til grenseverdiar. Det same kan seiast om heksaklorbenzene (HCB) der snittet i fôr i 2005 var 1,49 mot 2,2 i 2004.

Tabell 6. Gjennomsnittsinnhald av ulike pesticid ($\mu\text{g}/\text{kg}$) i fullfôr, fiskeolje, rapsolje og fiskemjøl (inklusive variasjon). For forklaring på sum toksafen og sum klordan, sjå teksten.

Prøvar	Dieldrin ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	Endrin ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	HCB ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	Sum klordan ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	Sum toksafen ($\mu\text{g}/\text{kg}$)
Fiskefôr (n=18)					
Gjennomsnitt	3,7	<1,0	1,49	7,7	9,5
Min	0,5	<1,0	0,49	<3,7	6,5
Max	9,9	1,1	3,15	22,0	31,2
GRENSE	10	10	10	20	100 (50 ¹)
Fiskeolje (n=8) (n=10)					
Gjennomsnitt	14,3	1,35	2,4	24	28,2
Min	1,5	<1,0	0,50	<3,7	<6,5
Max	33,5	2,9	4,0	80	136
GRENSE	200 ²	50	200	50	100 (200 ¹)
Veg.olje (Raps) (n=10) (n=12)					
Gjennomsnitt	0,39	<1,0	0,44	<3,7	<6,5
Min	<0,3	<1,0	0,20	<3,7	<6,5
Max	0,61	<1,0	1,1	<3,7	<6,5
GRENSE	200 ²	50	200	50	100 (200 ¹)
Fiskemjøl (n=5) (n=10)					
Gjennomsnitt	2,3	<1,0	1,38	6,6	8,9
Min	<0,3	<1,0	0,14	<3,7	<6,5
Max	3,8	<1,0	2,7	9,6	14,7
GRENSE	10	10	10	20	100 (20 ¹)

¹) Ny grense fastsett av EU

²) Gjeld sum aldrin og dieldrin. Alle aldrinprøvar var under deteksjonsgrensa på 0,6 $\mu\text{g}/\text{kg}$.

Heptaklor, endosulfan og HCH

To former av heptaklor, heptaklor og heptaklor-endoepoksid vart målt både i ferdig fôr, oljer og proteinråstoff. Ingen prøvar var over bestemmingsgrensene på henholdsvis 2,5 og 0,5 $\mu\text{g}/\text{kg}$.

HCH (Lindan) vart også målt men ingen prøvar var over bestemmingsgrensa på 18 $\mu\text{g}/\text{kg}$, som dessverre er noko høg.

Når det gjeld endosulfan som har ein ekstremt låg grenseverdi på 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ i fiskefôr (mot 100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ i fôr til andre dyr), så vart dessverre berre α -forma målt i 2005 og det vart ikkje funne prøvar over LOQ på 1,1 $\mu\text{g}/\text{kg}$.

PCB og Dioksin

Vi har som tidlegare valt 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 nøkkelkongenarar som det er mykje av (desse 7 utgjer ofte over 50% av total PCB) og som også fortel noko om kjelda til PCB. Ytterlegare 11 toksiske PCB-kongenarar (dioksinliknende PCB) vert målt saman med dioksiner der ein kongener (PCB-118) er overlappande og vert rapportert i begge stoffgrupper.

Det vart analysert 46 fôrprøvar for PCB₇ i 2005 (Tabell 7). Resultata varierte frå 3,6 til 33 µg/kg (Tabell 7) mot ein variasjon frå 3 til 36 i 2004. Middelerdien i 2005 var noko lågare på 12 µg/kg mot 17 µg/kg i fullfôr i 2004. I 2002 varierte PCB₇ frå 4µg/kg til 22 µg/kg fullfôr med ein middelerdi på 14 µg/kg fullfôr slik at det ikkje er nokon veldig klar trend her. Det kan sjå ut som om effekten av aukande reinsing av marine fôrljer, bruk av vegetabiliske oljer og bruk av Sør-Amerikanske oljer enno ikkje har så stor effekt når det gjeld PCB-verdiane i fullfôr som det kan ha for dioksin.

Innhaldet av PCB₇ i 16 prøvar av fiskemjøl varierte frå 2,8 til 9,7 µg/kg med eit snitt på 5,8 µg/kg. I 2004 var gjennomsnittet av 5 prøvar på 6,7 µg/kg, mens det i 2003 vart funne ein middelerdi på 5 µg/kg. Det vart i 2005 vidare analysert 14 prøvar av fiskeolje. Desse oljene vart henta frå programmet for overvaking av dioksin. I og med at det ikkje er gjort nye analyser av vegetabiliske oljer i 2005 er data frå 2004 er med for samanlikning. Vi ser at innhald av PCB₇ er under ein 10-del i vegetabiliske oljene i høve til 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 er PCB-153 det er mest av i marine prøvar.

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. Ei av oljene som vart prøvetekne i 2005 låg over denne grenseverdien frå Belgia.

Tabell 7. Innholdet 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=46)	0,47	1,45	2,12	1,88	2,80	2,97	0,59	12,3 (3,7-37)
Fiskemjøl (n=16)	0,39	1,07	0,98	0,75	1,08	1,21	0,29	5,8 (2,8-9,7)
Fiskeolje (n=14)	3,3	9,9	17,4	13,6	23,7	24,3	5,4	98 (51-255)
Vegetabilsk olje 2004-data (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 57 fullfôr for dioksin og dioksinliknande PCB i 2005 (Tabell 8) mot 48 i 2004. Dioksin inkluderer sum polyklorerte dibenso-p-dioksin (PCDD) og sum polyklorerte dibensofuraner (PCDF). Resultata er presentert som "upperbound" dvs at for kongenerer som ikkje gjev utslag ver LOQ brukt som verdi. Resultata for dioksin (sum PCDD/PCDF) varierte frå 0,08 til 1,4 ng/kg gitt som WHO-toksiske ekvivalentar (TE), med eit snitt på 0,54 ng/kg fullfôr. I 2004 var variasjonen frå 0,16 til 2,1 ng TE/kg og eit gjennomsnitt på 0,74 og i 2003 var gjennomsnittet for sum PCDD/PCDF på 1,0 og for 2002 var den 1,2 ng/kg fullfôr. Det er her ein nedadgåande trenden som har vore sidan 2002 og som har halde fram til 2005. Ingen fôrprøvar i 2005-programet hadde dioksininnhald høgare enn den øvre grenseverdien på 2,25 ng TE/kg som gjeld i Noreg og EU.

Tabell 8 viser vidare at sum mono-orto og non-orto PCB har eit gjennomsnitt på 1,53 ng TE/kg med ein variasjon frå 0,48 til 3,6. Tilsvarande i 2004 var 1,9 ng TE/kg med ein variasjon frå 0,32 til 5,1 ng/kg. Total TE var i 2005 i snitt på 2,1. Alle konsentrasjonane baserer seg på ng WHO-TE/kg. Som vi ser utgjør dei dioksinliknande PCB (DL-PCB) to-tre gonger så mykje i total TE som dioksin i ferdig fôr. Vi ser vidare av tabell 8 at SUM TE i marine oljer er 7,3 ng/kg godt under komande grenseverdi på 24 ng/kg, men det er likevel verdt å notere at vegetabilsk olje ligg på 1/20 av denne verdien. For dioksin er verdien i snitt 2,4 ng/kg og godt under grensa på 6,0 ng TE/kg.

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

Prøve	Sum PCDD/PCDF (ng TE/kg ^b)	Sum DL PCB (ng TE/kg ^{cd})	Sum Totalt (ng TE/kg)
Fiskefôr 2005 (n=57)			
Gjennomsnitt	0,54	1,53	2,07
Min.-maks.	(0,08-1,42)	(0,48-3,61)	(0,70-4,9)
Fiskefôr 2004 (n=48)			
Gjennomsnitt	0,74	1,9	2,6
Min.-maks.	(0,16-2,1)	(0,32-5,1)	(0,46-7,2)
Fiskefôr 2003 (n=53)			
Gjennomsnitt	1,02	1,78	2,8
Min.-maks.	(0,26-2,45)	(0,62-3,8)	(1,11-5,6)
Fiskemjøl (n=8)			
	0,46 (0,12-0,73)	0,69 (0,07-1,34)	1,15 (0,19-1,89)
Fiskeolje (n=6)			
	2,7 (0,26-5,2)	4,6 (1,7-6,7)	7,3 (2,0-11,9)
Vegetabilsk olje 2004 (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 kongenarar (IUPAC code PCB 105, 114, 118, 123, 156, 157, 167, 189)

I desember 2005 vedtok EU å også inkludere planare DL-PCB i grenseverdiane for dioksin. Det er såleis eit nytt sett grenseverdier som kjem i tillegg til eksisterande grenseverdier som oppsummert i tabell 9. Dei nye grenseverdiane er enno ikkje vedtekne for Norge, men vil venteleg verta implementert i løpet av 2006. Ingen av dei 57 fôrprøvene analysert for dioksin og dioksinliknande PCB i 2005 var i nærleiken av den nye grenseverdien, mens vi i 2004 analyserte eitt fôr over grensa.

Tabell 9. Gjeldande og komande grenser for dioksin og dioksinliknande PCB i EU og Norge.

Matriks	Grense i Norge/EU 2005 PCDD+PCDF	Nye grense i tillegg til grenser i første kolonne; PCDD+PCDF+DLPCB
Fullfôr (til fisk, 88 % tørrstoff)	2,25 ng WHO-TE/kg	7,0 ng WHO-TE/kg
Fiskemjøl, biprodukt (-olje)	1,25 ng WHO-TE/kg	4,5 ng WHO-TE/kg
Fiskeolje:	6 ng WHO-TE/kg	24 ng WHO-TE/kg
Vegetabilsk olje:	0,75 ng WHO-TE/kg	1,5 ng WHO-TE/kg

Polybromerte flammehemmarar (PBF)

Det er fire hovudklasser av polybromerte flammehemmarar i bruk: tetrabromobisfenol A (TBBPA), heksabromsyklododekan (HBCD), polybromerte difenyletere (PBDE), og polybromerte bifenyler (PBB). PBB har vore lite i bruk i Europa og er også forbode i USA. Det er no størst fokus på PBDE-sambindingar. Det er 209 forskjellige kjemiske former (kongenarar) 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 10 viser gjennomsnittsinnhaldet (og minimum og maksimum nivå) av PBDE kongenarar (PBDE-28, 47, 99, 100, 153 og 154) i fullfôr. I tillegg har vi med PBDE-209 i vår utrekning, men den er i verdi neglisjerbar. Vi har valt å gje resultata som ”upperbound” og dette er ei form for ”worst case” rapportering som er vedteken for dioksin, men ikkje nødvendigvis vert følgt av andre for PBF. LOQ for metoden varierer frå 0,01 til 0,03 og såleis vil såleis lågast mogelege verdi vera frå 0,07 i fullfôr til 0,21 µg/kg i marine oljer for sum PBDE₇.

Resultata viser at sum PBDE i fullfôr varierer frå 0,41 µg/kg til 6,0 µg/kg med eit snitt på 2,44 µg/kg. Tilsvarande variasjon var i fjor 0,55 til 9,0 µg/kg og i 2003 frå 0,64 til 7,9 µg/kg i 2003. Gjennomsnittet var i 2004 på 3,0 µg/kg prøve i fullfôr. I marine oljer er det mest påfallande den store variasjonen på om lag 40 gonger frå den lågaste olja med sum PBDE på 0,43 til høgaste på 19. Snittverdi for 9 oljer var 7,2 µg/kg i 2005, noko høgare enn i 2004. I fiskemjøl, som vart analysert for første gong var snittverdien for sum PBDE 0,83±0,51 µg/kg. Det vart også målt PBDE i vegetabiliske oljer i 2005 (Tabell 10). Vegetabiliske oljer var svært låge på sum PBDE og dei målte verdiane låg i snitt på om lag 3 % av snittverdien i fiskeolje.

Kongenerprofilen viste at PBDE-47 var den dominerande kongeneren og den utgjer om lag 60-70 % av sum PBDE i fiskefôr. Denne høge andelen av PBDE-47 av sum PBDE er tilsvarande den som er funne i laksefilet. Det er eit interessant fenomen at denne kongenerfordelinga ikkje gjeld for vegetabilisk olje. Her er det mest av PBDE-99 noko som tyder på andre kjelder eller anna mønster for nedbrytning i det terrestriske versus det marine miljø.

Det fins førebels ikkje grenseverdier for bromerte flammehemmarar verken i fôr, fôringrediensar eller mat. Det er viktig å følge utviklinga i bromerte flammehemmarar nøye i og med at dette er stoff som framleis er i aktiv bruk, sjølv om EU har vedteke restriksjonar på enkelte grupper av desse stoffa. Bruken av TBBPA er forholdsvis stor i Asia i høve til Europa og Amerika.

Tabell 10. Gjennomsnittsinnhald av PBDE kongenerar ($\mu\text{g}/\text{kg}$ prøve) i fullfôrprøvetekne i 2005, 2004 og 2003 og fiskeolje prøveteken i 2005 og 2004 samt vegetabilsk olje frå 2005..

Prøve	År	PBDE- 28 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	PBDE- 47 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	PBDE- 100 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	PBDE- 99 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	PBDE- 154 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	PBDE- 153 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	Sum PBDE ($\mu\text{g}/\text{kg}$)
Fiskefôr (n=19)	2005							
Gjennomsnitt		0,12	1,51	0,31	0,32	0,15	0,03	2,44
Variasjon								(0,41-6,0)
Fiskefôr (n=10)	2004							
Gjennomsnitt		0,09	2,07	0,35	0,31	0,19	0,08	3,1
Variasjon								(0,55-9,0)
Fiskefôr (n=22)	2003							
Gjennomsnitt		0,16	1,76	0,30	0,33	0,16	0,14	2,7
Variasjon								(0,64-7,9)
Fiskeolje (n=9)	2005							7,2
Gjennomsnitt		0,28	4,46	0,89	0,93	0,46	0,14	(0,59-18,8)
Variasjon								
Fiskeolje (n=6)	2004	0,18	3,46	0,46	0,47	0,46	0,08	5,1
Gjennomsnitt								(1,1-8,5)
Variasjon								
Veg. olje (n=9)	2005	0,02	0,08	0,02	0,08	0,02	0,02	0,25
Gjennomsnitt								(0,1-0,43)
Variasjon								

Polyaromatiske hydrokaron (PAH)

Det vart utført nokre få analysar av PAH i programmet i 2004 og frå 2005 er PAH kome med og det er utført analysar både på fullfôr og fôrkomponentar. Det er generelt låge verdiar og data er vanskeleg å setje saman på ein enkel måte i og med at det er mange ulike komponentar og at dei har ulik LOQ i ulike matriksar. Vidare vart det utført analysar ved to ulike laboratorium som igjen har ulike LOQ. Data er oppsummert i tabell 11. Det er spesiell interesse knytt til benzo(a)pyren som er karakterisert som kreftframkallande og som vert brukt som indikator også på total PAH. Det er innført grenser i mat for benzo(a)pyren men ikkje i fôr.

Tabell 11. Presentasjon av utvalg av PAH-data. Analysane er gjort av to ulike laboratorium med ulike LOQ og LOQ varierer både innanfor ein matriks og mellom ulike matriks. Alle verdiar i ng/g ($\mu\text{g}/\text{kg}$). Reelle verdiar viser kor mange verdiar som var over kvantifiseringsgrensa for den aktuelle analytt.

Komponent	Fullfôr		Fiskeolje		Rapsolje	
	Variasjon	Reelle Verdiar	Variasjon	Reelle Verd.	Variasjon	Reelle Verdiar
Naftalen	<16-59	1	<100	0	<100-100	1
2-metylnaftalen	<10-51	8	<40-75	3	<40-46	3
2,6-dimetylnaftalen	<10-32	6	<20-42	2	<20-<50	0
Acenaftylen	<0,9-57	3	<5	0	<5-41	1
Acenaften	<7-38	10	<20-<60	0	<20	0
2,3,6-trimetylnaftalen	<4,9-16	4	<20	0	<20	0
Fluorene	<3-23	11	5-29	5	<30	0
Fenantren	<7-68	10	8-161	6	<150	0
Antracen	<1,1-9	9	<5-10	5	<5-34	6
2-metylfenantren	<2,4-11	5	<15	0	<15-24	5
3,6-dimetylfenantren	<0,9-2	3	<5	0	<5-<15	0
Fluoranten	<1-37	9	2-7	5	<20-45	1
Pyren	<4-126	9	2-13	5	<20-49	1
1-metylpyren	<0,3-4	2	<5	0	<5-<10	0
Benzo[a]antracen	<0,5-8	6	<0,5-3,4	4	<2-8,9	6
Trifenylen	<0,1-4	3	i.d.		i.d.	
Krysen	<0,1-4	3	i.d.		i.d.	
Trifenylen/Krysen	<1-4	7	1-7	5	<5-16	6
Benzo[b]fluoranten	<0,5-10	4	0,6-2	4	<5-8	2
Benzo[k]fluoranten	<0,5-6	2	0,6-1,0	2	<5	0
Benzo[a]pyren	<0,5-16	4	<0,5-<2,0	3	<5-5,6	2
6-metylbenzo[a]pyren	<0,2-1,1	1	<0,5	0	<5	0
Indeno[1,2,3-cd]pyren	<0,2-1,1	1	<0,5-<5	1	<2-4,5	2
Diebenzo[a,h]antracen	<0,2-<1	1	<0,5-<5	0	<5	0
Benzo[g,h,i]perylene	<0,2-37	3	<0,5-<5	1	<5-7	1

Uorganiske framandstoff/metall

Mineral og tungmetall vert beskrive to ulike stader i denne rapporten. Denne første delen er dei som primært er uønska og som også i EU vert behandla etter direktiv for uønska stoff. Dei som også er essensielle vert handsama som aktuelle eller potensielle tilsetjingsstoff.

Arsen (total arsen og uorganisk arsen)

Vi har handsama arsen relativt grundig i dei føregåande årsrapportane (jmf. Måge m. fl., 2005) på grunn av interessa for elementet og det faktum at ein relativt stor andel fôr er over grenseverdien. Det vart i 2005 analysert 24 fôrprøvar for total arsen (Tabell 12). Resultata varierte frå 2,6 til 10,1 mg/kg med ein middelværdi på 5,4 mg/kg fullfôr og middelværdien var då under øvre grenseverdi på 6,0 mg/kg (88 % tørrstoff). Ni av 24 analyserte fôrprøvar var over grenseverdi, men med sikringsmargin vil nok berre to vera i klart brot med forskriftene. NIFES starta i 2005 å sende ut melding til fôrfirma med kopi til Mattilsynet så snart det vart analysert forhøgde verdiar. 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 var på linje med resultat i 2003 då snittverdien var 5,8 mg As/kg og lågare enn i fjor då vi var oppe i eit snitt på 7,0 mg As/kg. I 2002 var nivået berre på 3,6 mg As/kg og dei høgare verdiane dei siste åra har vi tolka som at bidraget av kolmule i fiskemjølet har vore høgt i høve til andre industrifisk 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 12).

Arbeid med å fylgja opp med analysar av uorganisk arsen vart følgt opp i 2005 og 18 prøvar av fullfôr vart analysert og det vart funne i snitt 0,024mg/kg. I 2004 vart 20 fôrprøvar analysert og verdiane viste eit snitt på 0,018 mg uorganisk As/kg. I gjennomsnitt var såleis berre 0,39 % av det totale arseninnhaldet i fiskefôret uorganisk arsen. I år vart også ein serie på 15 fiskemjøl analysert på uorganisk arsen og det vart funne eit snitt på 0,015 mg/kg. 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 total arsen eventuelt at ein set grensa i fôr på bakgrunn av innhaldet av uorganisk arsen i staden for eller i tillegg til total arsen. Det er dog framleis behov for vidare studium av spesiering av det høge arseninnhaldet i oljer (Tabell 13).

Tabell 12. Innhald av dei uønska spormetalla arsen, kadmiium, kvikksølv, bly, tinn og fluor i fiskefôr 2005. Spesieringsdata er presentert for arsen, kvikksølv og tinn oppgjeve som mg/kg prøve.

Spormetall	Tal analysar (N)	Gjennom-snitt (mg/kg)	Min. (mg/kg)	Maks. (mg/kg)	Grenseverdi -88 % ts- (mg/kg) 2005	Grenseverdi -88 % ts- (mg/kg) ny, 2006
Arsen	24	5,4	2,6	10,1	6,0	
Arsen, uorg.	18	0,024	0,005	0,051	-	
Kadmiium ^a	24	2,7	0,10	24,9	0,5	
Kadmiium ^b	22	0,33	0,10	0,92	0,5	1,0
Kvikksølv	24	0,08	0,03	0,38	0,1	
Metyl-Hg	19	0,051	0,023	0,12	-	
Bly	24	0,11	0,022	0,30	5,0	
Tinn (Sn)	24	0,037	0,016	0,057	-	
TBT-Sn	13	0,005	<0,002	0,013	-	
Fluor	19	40	19	66	150	

^a Inklusive to fôr med sterkt forhøgde Cd-verdiar

^b Eksklusive to fôr med sterkt forhøgde Cd-verdiar

Kadmiium (Cd) og "kadmiium-saka" i 2005

Kadmiiuminnhaldet i fullfôr er gjeve i Tabell 12 og for fôringrediensar i Tabell 13.

Resultata for fullfôr er fordelt på to ulike rader der den eine har med to fiskefôr frå EWOS Florø som viste henholdsvis 23,0 og 24,9 mg Cd/kg. Desse to fôra hadde då fått tilsett mineralmix der det vart brukt sinkulfat forureina med kadmiium. Dei delene av fôrpartia som ikkje var brukt då saka vart kjend vart trekte tilbake. Det vart i samband med denne saka bl.a. utarbeidd eit eige faktaark om kadmiium i fiskefôr i regi av Mattilsynet. Desse to fôra løfta gjennomsnittsverdien frå 0,33 mg Cd/kg til 2,7 mg/kg, over 5 gonger høgare enn gjeldande grenseverdi. I ei meir langsiktig overvaking av metallinnhald i fôr vil det likevel vera gjennomsnittet i dei andre 22 fôra det er naturleg å samanlikna med.

I tillegg til desse to fôra frå det ureina partiet, var det også tre fôrprøvar til som var godt over grenseverdien på 0,5 mg Cd/kg i 2005, mot ingen i 2004 og to i 2003. Desse låg alle i området 0,5 mg Cd/kg til 1,0 mg Cd/kg. Norge har tidlegare foreslått ei øvre grense på 1,0 mg/kg fullfôr basert på nyare studium av kadmiiumeksponert laks og EU har også no gått inn for dette slik at ny grense på 1,0 mg Cd/kg er vedteken og vil tre i kraft i løpet av 2006.

Kadmiiuminnhaldet i fiskemjøl varierte frå 0,14 mg Cd/kg til 1,4 mg Cd/kg prøve med eit gjennomsnitt på 0,44 mg/kg prøve (mot 0,39 i fjor). Som tidlegare, ser vi den etterkvart kjende bimodale fordeling av kadmiium i fiskemjøl. I år låg fire av 16 prøvar (mot to av ti prøvar i fjor)

rundt 1,0 mg/kg mens dei øvrige var i området 0,15-0,3 mg Cd/kg med relativt liten variasjon. Når ein brukar desse fiskemjøla med rundt og 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 bl.a. ensilasje og rekemjøl. Desse hadde eit snitt på henholdsvis 0,11 (N=5) og 0,50 mg Cd/kg (N=2). Verken i marine eller vegetabiliske oljer målt i programmet er det detekterbare mengder kadmium slik at det normalt er proteinkjelda (fiskemjøl) som bestemmer nivået i fullfôr.

Som vi i 2005 fekk erfare kan likevel mindre ingrediensar som råstoff i mineralblanding gje store utslag. Det var likevel å bemerka kor "rein" kadmiumforureining det må ha vore i denne sinksulfaten. Ofte ville eit slik ureining også visast att i andre "svovel-elskande" metall slik som Hg, Pb og Cu, men ingen av desse var forhøgd i dei aktuelle fôra.

Tabell 13. Innhald av de uønska spormetalla arsen, kadmium, kvikksølv og bly i fiskemjøl, ensilasje, fiskeolje og vegetabilisk olje i 2005 gjeve som mg/kg prøve.

Fôringrediens	Arsen (mg/kg)	Kadmium (mg/kg)	Kvikksølv (mg/kg)	Bly (mg/kg)
Fiskemjøl (n=16)				
Gjennomsnitt	6,0	0,44	0,14	0,12
Min.-maks.	(1,8-13)	(0,14-1,36)	(0,04-0,23)	(<0,05-0,44)
Ensilasje (n=5)				
Gjennomsnitt	2,4	0,11	0,05	0,20
Min.-maks.	1,8-3,6	0,07-0,14	0,04-0,07	0,05-0,64
Fiskeolje (n=7)				
Gjennomsnitt	8,9			0,15
Min.-maks.	5,6-10,8	<0,03	<0,02	<0,05-0,67
Veg. olje (n=8)				
Gjennomsnitt	0,34	<0,03	<0,02	0,06
Min.-maks.	<0,01-1,6			<0,05-0,13

Kvikksølv (Hg) inklusive spesiering (Me-Hg)

Kvikksølvinnhaldet i fullfôr er vist i Tabell 12 og i fôringrediensar i Tabell 13. Resultata varierte frå 0,03 til 0,38 mg/kg fullfôr med ein middelerdi på 0,08 mg/kg fullfôr som er noko høgare enn i fjor då vi målte eit snitt på 0,06 mg/kg. To prøvar hadde eit innhald av totalt Hg som var godt høgare enn Norge og EU sin øvre grenseverdi på 0,1 mg/kg i fullfôr (88 % tørrstoff) og ein låg om lag akkurat på grensa.

Det er framleis 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). Grenseverdien i fôr til dyr er såleis 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 filetverdiane 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 13 av dei analyserte fôrprøvane vart det også analysert for metyl-kvikksølv. Analysane viste at i gjennomsnitt var 86 % av totalkvikksølv var metylkvikksølv (ein "outlier"-verdi på 154% vart korrigert til 100%). Dette er som forventet ut frå at det er marine råstoff som truleg bidreg med kvikksølvet. Tilsvarende verdi var i fjor 81 %.

Kvikksølvinnhaldet i marine fôringrediensar er låge (Tabell 13). Fiskemjøl viste gjennomsnittleg kvikksølvinnhald på 0,14 mg/kg prøve i 2005 mot 0,13 mg/kg i 2004 med ein variasjon frå 0,04 til 0,23 mg/kg (Tabell 13). Det er likevel slik at i høve til grenseverdiar er det små marginar for kvikksølv. Dersom det i fullfôr vert brukt 50 % av eit fiskemjøl med 0,23 mg Hg/kg, er ein over grensa på 0,1 mg/kg før ein har blanda inn andre fôringrediensar. Også i 2005 målte vi innhaldet av metylkvikksølv i fiskemjøl og i snitt var 64 % av total Hg funne å vera metyl-Hg. I 2004 fann vi at om lag 82 % av totalkvikksølv som var metylkvikksølv i fiskemjøl. I ensilasje som inneheldt 0,05 mg Hg/kg fann vi at 51 % av totalt Hg var metyl-Hg. Som i 2004 var det ingen funn over deteksjonsgrensa på kvikksølvinnhaldet i fiskeoljer.

Bly (Pb)

Blyinnhaldet i fullfôr er vist i Tabell 12 og i fôringrediensar i Tabell 13. Resultatene varierte frå 0,02 til 0,30 mg/kg fullfôr med ein middelvei på 0,11 mg/kg fullfôr mot eit middel på 0,06 mg Pb/kg i 2004. I 2003 fann vi frå 0,04 til 0,13 mg/kg med ein middelvei på 0,08 mg/kg fullfôr. Norge og EU har ein øvre grenseverdi på 5,0 mg/kg fullfôr (88 % tørrstoff). Ut frå dette er det slik at marine fôringrediensar har låge nivå av bly i høve til grenseverdi og har ein god margin før grensa vil kunne nåast. 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. Resultatane frå analysar for bly i 2005 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 19 prøvar av fullfôr er vist i Tabell 12. Resultatene varierte frå 19 til 66 mg F/kg med eit snitt på 40. I fiskemjøl (n=16, data ikkje i tabell) låg nivået mellom 17 og 48 mg F/kg. Sidan dette er lågare enn i fiskefôr, viser dette at også andre fôringrediensar enn fiskemjøl bidreg til fluornivået i fiskefôr. Det vart analysert tre rekemjøl for fluor i årets program og dei viste eit snitt på heile 270 mg F/kg, mens analyse av 5 ensilasjeprodukt viste 12 mg F/kg i snitt.

Radioaktive stoff

Det vart ikkje inkludert radioaktive stoff i programmet for 2005 eller i 2004. Våre seinaste data er for 2003 og då vart technetium99 analysert i 10 prøvar, fem fôr, tre fiskemjøl og to ensilasjepøver. I fôra vart det funne svært låge verdier 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) i den tredje, mens det vart funne eit gjennomsnitt på 0,43 Bq/kg i dei to ensilasjepørvane.

Tilsetningsstoff

Fargestoff

Astaxanthin og cantaxanthin

Det vart analysert henholdsvis 54 og 56 fôrprøvar for astaxanthin og cantaxanthin i 2005, på linje med fjoråret. Innhaldet av astaxanthin varierte frå kvantifiseringsgrensa på <1,4 mg/kg til 74 mg/kg fôr. I 2004 var høgste analyserte verdi 83 mg/kg. Ingen analyserte fôr var altså over grensa på 100 mg/kg fôr (88 % tørrstoff). Det vart ikkje funne cantaxanthin i nokon av fôra i 2005 som i 2004, mens det vart funne cantaxanthin i to fôr i 2003. Det vart 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 fôrprørvane i 2005.

Antioksidantar

Ettersom Japan som første land innførte MRL-verdiar (Maximum Residue Limits) for antioksidantar i fiskefillet hausten 2005 vart det stor aktivitet og mykje ekstra analysar av desse i 2005. Vi presenterer dog her det som vart analysert som ledd i programmet, men tilleggsrapportar på dette temaet fins.

Etoxyquin

Bestemming av sum etoxyquin vart utført på 20 fullfôr i 2005 (tabell 14) mot 21 i 2004. Om utfordingar på metodesida her, sjå side 18. Målt konsentrasjon varierte frå 6 til 116 mg/kg mot ein variasjon frå 3 til 88 mg/kg fôr i 2004. I 2003 varierte innhaldet av etoxyquin i fôrprøvene frå 10 mg/kg til 98 mg/kg fullfôr.

Tabell 14. Innhald av antioksidantane etoxyquin, BHA og BHT og summering av desse i fullfôr, fiskemjøl, ensilasje og fiskeolje. Verdiane er gitt som mg/kg prøve.

Matriks	Etoxyquin (mg/kg)	BHA (mg/kg)	BHT (mg/kg)	Sum Antiox. (mg/kg)
Fullfôr				
Gjennomsnitt	38	0,44	21	58
Min.-maks.	(5,6-116)	(<0,07-2,9)	(<0,01-80,4)	(6,8-145)
Fiskemjøl				
Gjennomsnitt	119	i.a.	2,0	i.a.
Min.-maks.	(10-343)		(<0,01-18,7)	
Ensilasje				
Gjennomsnitt	14	i.a.	3,1	i.a.
Min.-maks.	(1,3-22,9)		(<0,01-9,4)	
Fiskeolje				
Gjennomsnitt	5,8		113	i.a.
Min.-maks.	<0,01-28	<10	23-175	
Veg. olje				
Min.-maks.	<0,01-0,14	<10	<10-12	i.a.

Etoxyquin-innhaldet i fiskemjøl (n=11) varierte frå 10 til 343 mg/kg i 2005 mot ein variasjon frå 8 til 194 mg/kg fôr i 2004. I fiskeolje (n=10) var innhaldet av etoxyquin lågt og varierte frå <0,01 til 28 mg/kg og i vegetabilsk olje (n=12) var innhaldet svært lågt og i området frå <0,01 til 0,15 mg/kg.

Ingen av resultatata for sum antioksidantar i fiskefôr viser fôr over grenseverdien på 150 mg/kg, som gjeld for sum av syntetiske antioksidantar.

BHA og BHT

NIFES utarbeidde i 2005 nye metodar med svært låge kvantifiseringsgrenser for dei syntetiske antioksidantane butylert hydroksyanisol (BHA) og butylert hydroksytoluen (BHT) i fôr og proteinkjelder, og metodane vart brukt i overvåkingsprogrammet for fiskefôr og fôringrediensar mot slutten av 2005. Ny metode for oljer vart ikkje ferdig i 2005 men vi fekk utført analyse hos underleverandør. Resultata viser at BHA er lite i bruk som antioksidant innan oppdrett sidan der er lite både i ingrediensar og svært lite i fullfôr (Tabell 14). BHT vert derimot brukt som truleg den viktigaste antioksidant i fiskeoljer og der vart det funne frå 23 til 175 mg/kg med eit snitt på 113 mg/kg (N=10). I fullfôr finn vi 21 mg/kg fôr. Dette er eit felt det enno er lite data å samanlikna med. Vi reknar med aukande interesse for dette feltet ut frå at Japan sette relativt låge MRL-grenser for syntetiske antioksidantar.

Medisinrestar

I 2005 vart det også plukka ut 30 fôr som kvar vart analysert på ein av dei tre følgjande medisinar brukt innan oppdrett; florfenicol, fluemequin og oksolinsyre. Alle analysar var negative dvs. under deteksjongrensene på henholdsvis 0,4 ng/g, 0,1 µg/g og 0,1 µg/g.

Essensielle stoff med øvre grenseverdier

Jern

Resultata av jernanalysar i fullfôr i 2005 (Tabell 15) varierte frå 83 til 353 mg/kg med ein middelvei på 198 mg/kg, mot ein variasjon frå 126 til 400 mg/kg fôr med ein middelvei på 213 mg/kg i 2004. Verdiane i fiskemjøl varierer også mykje og ein del av dette jernet kjem truleg frå produksjonsprosessen. Øvre grenseverdi for jern i fullfôr er sett til 750 mg/kg.

Sink

Resultata av sinkanalysar i 2005 (Tabell 15) varierte frå 31 til 254 mg/kg mot ein variasjon frå 96 til 191 mg/kg i 2004. Dette var ein mykje større variasjon enn året før. Middelveien på dei analyserte prøvane gjekk også ned frå 148 til 122 mg Zn/kg. Såleis er det ein fallande trend ved at norske fôrprodusentar har redusert sinktilsetjinga i tråd med at grenseverdien er redusert frå 250 mg/kg til 200 mg/kg observert. Det som også var tydeleg var at i etterkant av kadmiumproblema i sinkulfat vart det sendt ein del fôr ut med svært lågt sinkinnhald, godt under behovet. Dette er ikkje lovregulert, men sjølvsagt ikkje ønskeleg ut frå dyreetiske aspekt. Tabell 15 viser at sink-

innhaldet i fiskemjøl varierte frå 45 til 64 mg/kg prøve mot ein variasjon frå 51 til 90 mg/kg prøve i 2004 og at det i fiskeolje var mindre enn 1 mg/kg i gjennomsnitt.

Kopar

Analysane av kopar i ferdig fôr (Tabell 15) varierte frå 2,5 til 15 mg Cu/kg med ein variasjon frå 5,3 til 21 mg/kg fullfôr i 2004. Middelverdien for 23 analysar var 8,7 i 2005 mot ein middelverdi på 11 i 2004 og 9,8 mg/kg prøve i 2003. 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. Dei fôra med lågast innhald vil kunne vera i fare for å vera for låge. Tabell 15 viser vidare ein variasjon av koparinnhaldet i fiskemjøl frå 1,9 til 5,3 mot 2,7 til 11 mg/kg prøve i 2004. I fiskeolje er det knapt detekterbare verdiar av kopar.

Tabell 15. Innhald av essensielle sporelement med øvre grenseverdiar (jern, sink, mangan, kopar, kobolt, molybden og selen) i fiskefôr 2004 og 2005. Verdiane er gjevne som mg/kg prøve. Minimums- og maksimumsverdiar er gjevne i parentes.

Prøve (n)	År	Jern (mg/kg)	Sink (mg/kg)	Kopar (mg/kg)	Mangan (mg/kg)	Kobolt (mg/kg)	Molybden (mg/kg)	Selen (mg/kg)
Fiskefôr (n=23)	2005	198 (83-353)	122 (31-254)	8,7 (2,5-15)	30 (0,8-52)	0,52 (0,07-1,8)	0,83 (0,18-3,8)	1,3 (0,18-3,8)
Fiskefôr (n=40)	2004	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=8)	2005	208 (97 - 354)	55 (45-64)	3,0 (1,9-5,3)	4,0 (1,6-10)	<0,1	<1-3,6	1,8 (1,3-2,3)
Fiskemjøl (n=10)	2004	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=7)	2005	2,2 <1,2-4,8	0,61 <0,5-1,3	<0,2-0,4	<0,4	<0,01	<1	0,08-0,15
Fiskeolje (n=6)	2004	5,5 1,8-13	<1,5	<0,3-0,6	0,01-0,11	<0,01	<0,01	<0,1-0,2
Ensilasje (n=4)	2005	183 99-324	39 26-55	4,2 1,7-9,1	3,1 2,6-4,0	<0,1	<1	1,2 1,0-1,3
Øvre grenseverdi ¹⁾		750	200	25	100	2	2,5	0,5

¹⁾ Gjeld fullfôr, grensa gjeld vidare berre når sporelementa er tilsett (jf. Se)

Mangan

Resultata frå analysar av mangan i fullfôr viste ein vidare nedgang frå 2004 til 2005 i og med at snittet gjekk ned frå 34 i 2004 til 30 mg/kg i 2005. I 2003 då det vart funne eit snitt på 45 mg/kg. Eit enkelt fôr til marin yngel vart funne å kun ha 0,8 mg Mn/kg og to laksefôr var også under 10 mg/kg. Generelt er det såleis ein sterk nedgang i fôrkonsentrasjonen av Mn. Dette er i tråd med regelverket ettersom EU har redusert øvre grenseverdi for fiskefôr frå 250 til 100 mg/kg i 2003 men det er likevel slik at ein no må passe på at det ikkje oppstår mangel. Tabell 15 viser vidare ein variasjon av manganinnhaldet i fiskemjøl frå 1,6 til 10 mg/kg mot 2,7 til 11 i 2004 og 4,1 til 39 mg/kg prøve i 2003. I fiskeolje var konsentrasjonen så låg at det ikkje bidreg til totalinnhaldet av Mn i fiskefôr.

Kobolt

Koboltnivåa i fullfôr og ingrediensar i 2004 og 2005 er vist i Tabell 15. Resultata varierte frå 0,07 til 1,8 i 2005 mot ein variasjon frå 0,061 til 1,6 mg/kg i 2004. Gjennomsnittsverdien var 0,52 mg/kg i 2005 mot 0,45 mg/kg fullfôr i 2004 og 2003. Det er lite behovsdata for kobolt hos fisk. EU har redusert sin øvre grenseverdi frå 10 til 2 mg/kg fullfôr og ingen fôr er nær denne verdien. Tabell 15 viser vidare ein at koboltinnhaldet i fiskemjøl er mindre 0,1 mg/kg. Kobolt vart ikkje analysert over bestemmingsgrensa i fiskeoljer.

Selen

Selen vart analysert i 23 prøvar av fullfôr i 2005, noko lågare enn dei to føregåande åra (Tabell 15). Resultata varierte frå 0,18 til 3,8 mg/kg i 2005 mot 0,7 til 4,1 i 2004. Middelveidien var på 1,3 mg/kg fullfôr både i 2005 og 2004 og 2003. Det er sett ein øvre grenseverdi for selen er på 0,5 mg Se/kg i fullfôr. Øvre grenseverdi vert berre gjort gjeldande i dei tilfelle fôret vert tilsett ekstra selen. Sjølv om dei fleste 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, men snittet var lægre, 1,8 mg/kg i 2005 enn i 2004 då gjennomsnittsverdien var så høg som 3,4 mg/kg med ein variasjon frå 1,5 til heile 10 mg/kg. Det kan også vera mogelege bidrag frå vegetabilske råvarer (avhengig av Se i jordsmonn) og fiskeolje i fôret.

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 tilsetjing som hevar Mo-konsentrasjonen i fullfôr.

Jod

Det vart analysert 17 fôrprøvar for jod i 2005 mot 40 i 2004 (data ikkje i tabell). Analyseresultata i 2005 varierte frå 1,1 til 10 mg/kg med eit snitt på 3,6 mg I/kg. I 2004 var variasjonen 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. Også i år er det lægste fôret akkurat på anbefalt nedre grense på 1,1 mg/kg, men nedre grenser er anbefalingar og ikkje forskriftsfesta.

Det var gjort eit større arbeid på jod i fiskefôr i år 2000 då 96 fiskefôr vart analysert 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 vi har summerast desse ved kvantitativ analyse av vitamin A.

Det vart analysert 20 prøvar av fullfôr for vitamin A i 2005 og resultata er vist i tabell 16. 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 5 til 69 mg/kg prøve, med eit snitt på 19 mg/kg fullfôr med eit snitt på 31 mg/kg i 2004 og 16 mg/kg 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.

Vitamin D₃

Øvre grenseverdi for vitamin D₃ i fiskefôr er 3000 I.E./kg, noko som tilsvarar 0,075 mg/kg fôr. Alle dei 20 analyserte prøvane i 2005 hadde høgare innhald av vitamin D₃ enn den øvre grenseverdien (Tabell 16). Grenseverdien er som for mineral berre gjort gjeldande i dei tilfelle vitamin D vert tilsett fôrblandingane. 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 0,1 mg/kg til 0,4 mg/kg, med eit gjennomsnitt på 0,24 mg/kg mot 0,35 mg/kg i 2004 og 0,48 mg/kg i 2003.

Tabell 16. Innhald av vitaminer (vitamin A som all-trans, 9- og 13-cis retinol og vitamin D₃) i fiskefôr prøvetatt i 2004 og 2005. Verdiane er gitt som mg/kg prøve

Vitamin	År	Gjennomsnitt (mg/kg)	Minimum (mg/kg)	Maksimum (mg/kg)
Vitamin A (n=20)	2005	19	5	69
Vitamin A (n=21)	2004	31	10	121
Vitamin D ₃ (n=20)	2005	0,24	0,10	0,40
Vitamin D ₃ (n=21)	2004	0,35	0,21	0,75

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. Resultata frå analysane for 2003 er tilgjengelege på www.mattilsynet.no.

Feittsyrefordeling av total feitt i fôrråstoff

Det vart analysert betydeleg fleire feittsyresprofilar i år enn i fjor. Det var analysert samansetjing av seks ensilasjeprovar, ti fiskeoljer og tolv prøvar av vegetabilske oljer, i hovudsak raps. Det er tydeleg at dette er eit felt det er lett å trakka feil ved lagring og prøvetaking i og med at vi reklassifiserte to oljer etter analyse. Ei olje som var oppgjeven som fiskeolje måtte vera vegetabilsk og ei som var oppgjeven som vegetabilsk måtte vera marin. Vi veit ikkje om desse feilmerkingane var slik på fôrfabrikk eller om dei oppsto ved prøvetaking.

Tabell 17 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 60 % av summen av metta feittsyrer i alle oljene. Blant dei einumetta feittsyrene er det større skilnad. 18:1 er totalt dominerande i vegetabilsk olje, mens det for dei marine oljene er jamnare fordeling mellom 18:1, 20:1 og 22:1, dog er 18:1 størst der også. Som forventa er innhaldet av ω -3 feittsyrene størst i dei marine oljene. Dette gjer stort utslag i tilhøvet mellom ω -3 og ω -6 der

tilhøvet er 0,6 for vegetabiliske oljer mens det er over 12 fiskeoljene. Feitt frå ensilasje ligg i mellom desse.

Tabell 17. Prosentvis fordeling (gjennomsnitt) av fetttsyrer (FS) i dei analyserte fôrvarene

Feittsyrer	Ensilasje (n=6)	Fiskeolje (n=10)	Vegetabilsk olje (n=12)
Metta FS	23,3	26,8	8,6
Ein-umetta FS	45,8	32,8	60,7
Fleir-umetta FS	28,3	36,3	23,6
Tilhøvet feittsyrer	n-3/n-6 3,5	12,3	0,6

Redeleg handel - kontroll av deklarererte næringsstoff

Hovudnæringsstoff

Protein, fett, vann og aske

Som i tidlegare er talet på analysar av deklarererte hovudnæringsstoff (dvs, protein, feitt, vann og aske) relativt lågt. Dette skuldast at fokuset i programmet i større grad er retta mot analyse av kontaminantar.

Proteininnhaldet i 62 analyserte fôrprøvar varierte frå 28,1 g/100g til 56,3 g/100g i 2005 mot ein variasjon frå 32,8 til 53 g/100 gram prøve i 2004. I gjennomsnitt var det ein proteinkonsentrasjon på 41,0 g/100g i fiskefôra. Avvik frå deklarererte verdiar er gjeve i Tabell 18.

Det vart vidare analysert 85 fullfôr og seks fiskemjøl for feitt i 2005. Mengda feitt vart analysert delvis hos NIFES og delvis hos Norsk Matanalyse i Ålesund. Feittmengda i dei analyserte fullfôra varierte frå 14,3 g/ 100 g til 41,4 g/100 gram prøve med eig gjennomsnitt på 31,2 g/100g. I 2004 var tilsvarande variasjon frå 22 g/100 gram prøve til 38,9 g/100 gram prøve. Hovudårsaka til å analysere feitt i fullfôr i dette programmet er å kontrollere analysert verdi mot deklarerert verdi og avvik frå deklarerert verdi for de ulike fôra er gjeve i Tabell 18.

Målt vassinnhald i fullfôr (n=51) varierte mellom 4,1 til 20,3 g/100 gram, men dersom ein tek ut ein prøve som var eit mjukfôr til marin yngel er variasjonen frå 4,1 til 12,1 g/100 gram mot 3,3 og

11,6 g/100 gram fôrprøve. Gjennomsnittet uten dette mjukforet var 6,1 g/100 gram. Det er frivillig å deklare vassinnhald dersom vassinnhaldet er under 14 %.

Tabell 18. Tal på fôrprøvar som avviek frå deklarasjonen for protein, feitt og aske (tal på avvik/tal prøvar analysert)

Fabrikk	Protein		Fett		Aske	Astaxanthin	
	< dekl	> dekl	< dekl	> dekl	> dekl	< dekl	> dekl
Biomar							
Karmøy	0/4	0/4	¼	0/4	0/4		
Myre	0/6	0/6	0/6	0/6	1/6	1/6	0/6
Ewos							
Bergneset	1/8	0/8	¼	1/4	0/8		
Florø	0/7	1/7	1/6	0/6	2/7	0/8	0/8
Halsa	0/7	1/7	1/6	0/6	0/8		
Skretting							
Averøy	0/5	0/5	0/9	0/9	1/6		
Stavanger	0/3	0/3	1/5	0/5	0/4	0/5	0/5
Stokmarknes	0/8	0/8	0/8	0/8	0/8	0/3	0/3

Analyseresultata 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 verdien for aske i fullfôr var for øvrig på 10,4 g/100 gram. Avvik frå deklarete verdiar er gjeve i Tabell 18.

Tilsetningsstoff

Pigment

Det vart påvist eitt avvik i forhold til deklart mengde astaxanthin i fôret (Tabell 18). Når det gjelder cantaxanthin er dette verken deklart eller funne i dei analyserte fôra.

Genmodifiserte fôrvarer

Alle prøvene som vart analysert for GMO var tekne før nytt regelverk vart gjort gjeldande 15. september 2005. I dette programmet vart det analysert 16 fôrprøver, 4 maisprøver (gluten og heilmjøl), 7 prøver av soyaråvarer (bønner og konsentrat av soyabønner) og to rapsprøver. Resultat frå desse analysane er samla saman med andre data frå analysar av ARG-GMO og GMO på Mattilsynet si heimeside www.mattilsynet.gmo/tilsynsprosjekt og vert ikkje presentert og kommentert vidare i denne rapporten.

Legemidler

Det vart ikkje påvist oksolinsyre, flumekvin eller florfenikol i konsentrasjonar over påvisningsgrensa for det enkelte stoffet i nokre av dei 30 prøvane av fullfôrblendingane som vart undersøkte.

TILRÅDDE SATSINGAR

For å få maksimal nytte av data i denne rapporten i høve til å visa flyt av kontaminantar og næringsstoff i oppdrettsnæringa ville det vera nyttig om ein på fiskesida kunne samle data og publisere rapportar som viste flyt av fôr og viktige råstoff i heile oppdrettsnæringa.

Forbodne og uønska stoff

Legemidler

I analyseprogrammet for 2005 vart det inkludert dei tre mest brukte antibakterielle midla til norsk oppdrettsfisk. Desse stoffa vert blanda i fôret ved behandling av sjuk fisk. Med aukande verdshandel kan ein forventa seg meir råstoff frå land som er meir liberale i høve til å bruka medisin preventivt. For inneverande år vert det tilrådd at ein gjennomfører likande analysar med tanke på emamectin benzoat. Dette er det viktigaste stoffet brukt mot infeksjonar med lakselus, og vert blanda i fôret ved medikamentell behandling. Stoffet er også utbreidd brukt i mange andre oppdrettsnasjonar

Kontaminantar

Talet på kontaminantar som vert analysert i programmet har auka dei siste åra. Dette skuldast at komponentar som tidlegare har vore vurdert som relativt harmlause i høve til miljø og helse, ofte kjem i søkelyset for mogeleg toksisitet. Eit godt døme på det er dei bromerte flammehemmarane. No er også fluorerte sambindingar i søkeljoset og ein bør då framskaffa noko bakgrunnsdata for nivåa slik at ein veit kva nivå ein finn også før ein får fram toksisitetsdata på fisk og humant.

Det er også slik at lista av pesticid som er i aktiv bruk endrar seg og mange vert utfasa. Det som er utfordringa her er at dei tungt nedbrytelige vert målt i fleire tiår etter at bruken er utfasa. Bl.a. var

det klorerte pesticidet mirex eit av dei stoffa som vart diskutert i den mykje omtala Science-artikkelen frå Hites m.fl. om europeisk oppdrettslaks og det vil verte eit behov for å dokumentere nivået av dette stoffet også. Rett nok kom mange nye kontaminantar med i programmet i 2004, bl.a. fleire nye pesticid slik som toksafen, slik at med mirex vil alle dei klorerte kontaminantar målt i USA vera dekkja. Det er dog for mange av desse 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 venta seg at andre typar pesticid enn dei som til no har vorte analysert kan vera i brukt.

For enkelte kontaminantar der det kan vera vanskeleg jamt over å halda seg innanfor grenseverdiane kunne det vera viktig å gå vidare med nye forsøk for å framskaffa dokumentasjon på om grenseverdiane er rette, og basert på sunne vurderingar. Eit døme på dette kan vera kvikksølv og arsen, der ein har noko dokumentasjon, men der meir grunnlag kan vera nødvendig som eventuelt grunnleg for Norge til å gje innspel for å endra grenseverdiane. Dette gjeld også pesticidet endosulfan som det no er i gang forsøk på.

Kadmiumsaka frå våren 2005 har og vist at kontaminantar kan koma frå uventa hald og at det derfor er viktig å sjå på alle ingrediensar når ein skal dokumentere fôr. I 2005 vart det ikkje analysert på mineralblandingar og det kan vera grunnlag for å sjå på desse att.

Tilsetjingsstoff og Næringsstoff

Antioksidantar i fôr og fôrråstoff har vore i fokus mange gonger dei siste åra. Dette gjeld både naturlege og syntetiske. Det manglar enno 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.

Det er no 6 år sidan sist ein tok eit test på andre vitaminer enn dei to som det oppretta grenser for i fôrlovgjevinga. Desse er klart dei som må prioriterast, men ein kan etterkvart vurdere om ein også skulle gjera ny kontroll på andre vitamin som t.d. vitamin C og folat.

I dette programmet har ein no studert feittsyreprofil i ulike råstoff. Får å sjå utviklinga i ferdig fôr, som er vore avgjerande for feittsyreprofil i fillet, vil det vera nyttig og også vita feittsyreprofil i utvalgte fullfôr.