

Sluttrapport for analyse av algetoksiner  
for Mattilsynets  
overvåkning- og karleggingsprogram  
gjeldende marine biotoksiner

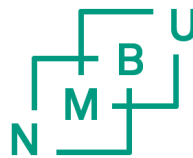
(Saksnr 2016/248004)

# Årsrapport 2016

Veterinærhøgskolen NMBU  
Institutt for mattrygghet og  
infeksjonsbiologi  
Algelaboratoriet

John A. Aasen Bunæs og Marit Spidsberg Paulsrud

---



Norges miljø- og  
biovitenskapelige  
universitet



## Innledning

Algelaboratoriet ligger under Norges miljø- og biovitenskapelige universitet, Veterinærhøgskolen, Institutt for mattrygghet og infeksjonsbiologi og er nasjonalt referanselaboratorium for marine algetoksiner i skjell. Denne referansefunksjonen omfatter de fettløselige toksingruppene: OA-, YTX-, PTX- og AZA-gruppen, og de vannløselige toksingruppene: STX- og DA-gruppene. Den vil i tillegg omfatte eventuelle nye påviste algetoksiner/toksingrupper.

Fra 2014 ble prøvene fra både mattilsynet og produsentene analysert ved NMBU. Det ble i 2016 gjennomført kjemiske analyser av 706 prøver og av disse ble 94 av prøvene undersøkt på mus i tillegg til kjemi. Av de 706 prøvene kom 248 fra oppdrettere (143 fra produksjonsanlegg og 105 fra naturlige forekomster). Det kom 458 prøver inn på overvåknings- og kartleggingsprogrammet (416 prøver til OK-programmet og 42 prøver sluttproduktkontroller/høstekontroller) og 1 forskningsprøve.

Laboratoriet mottar også prøver ved mistanke om matforgiftning med algetoksiner ved konsum av skjell. Det ble i 2016 ikke mottatt noen prøver angående matforgiftning fra Mattilsynet.

## Metodikk

### Fettløslige toksiner (tidligere DSP)

Metoden er en LC-metode hvor de fettløselige-toksinene (OA-, YTX-, AZA- og PTX-gruppene) blir separert v.h.a. ionekromatografi på en C18 kolonne med påfølgende MS-deteksjon. Metoden er beskrevet i EU-Harmonised Standard Operating Procedure for determination of Lipophilic marine biotoxins in molluscs by LC-MS/MS, version 4, July 2011, men enkelte modifikasjoner er foretatt. Intern SOP: M-AL-10.

### Saksitoksin gruppe (tidligere PSP)

Metoden er en LC-metode hvor STX-toksinene blir separert v.h.a. ionekromatografi på en C8 kolonne med påfølgende postkolonne-derivatisering og fluorimetrisk deteksjon. Metoden er beskrevet i AOAC Official Method 2011.02, Paralytic Shellfish Toxins in Mussels, Clams, Oysters and Scallops. (2011), men enkelte modifikasjoner er foretatt. Intern SOP: M-AL-12.

### Domoin syre gruppe (tidligere ASP)

Metoden er en LC-metode hvor DA-toksinene blir separert v.h.a. ionekromatografi på en C18 kolonne med påfølgende UV-deteksjon. Metoden er beskrevet av Quilliam MA og Wright JLC (Quilliam MA., Xie M., Hardstaff WR., Rapid extraction and cleanup for Liquid Chromatography determination of Domoic acid in unsalted seafood. *Journal of AOAC International*, vol 78, No. 2, 543-554, 1995 og Wright JLC, Quilliam MA. 1995 (7). Hallegraeff GM, Anderson DM, Cembella AD, Enevoldsen HO, eds. Manual on Harmful Marine Microalgae. IOC Manuals and Guides No. 33. Paris: UNESCO. P. 113-133). Intern SOP: M-AL-11.

## Prøveomfang

I 2016 ble det for overvåknings- og kartleggingsprogrammet gjennomført kjemiske analyser av 458 prøver (416 for kostholdsråd og 42 for sluttprodukt og høstkontroll), og av disse ble 94 av prøvene også undersøkt på mus. For produsentene ble det gjennomført 281 kjemiske analyser hvorav 105 prøver naturligbestand, 143 prøver produksjon betalt av mattilsynet og 33 prøver produksjon betalt av skjelldyrker (Tabell 1 og 2).

**Tabell 1. Antall prøver undersøkt for algetoksiner for overvåkningsprogrammet i 2016**

	Mus	Kjemi					
	DSP	OA	YTX	AZA	PTX	STX	DA
Produksjonsområder, kostholdsrådstasjoner og rutinestasjoner	94	416*	416*	416*	416*	416*	416*
Sluttproduktkontroller/Høstkontroller	0	42	42	42	42	42	42
Produsenter (Produksjon)	0	143	143	143	143	143	143
Produsenter (Naturligbestand)	0	105	105	105	105	105	105
Forskning/annet**	0	1	1	1	1	1	1

\*170 prøver inngikk i forvaltningsstøtten

\*\*Vest-i-havet, Rogøysund HBO355. Positiv østers vs blåskjell.

**Tabell 2. Antall prøver undersøkt for algetoksiner, betalt av produsentene i 2016**

	Kjemi					
	OA	YTX	AZA	PTX	STX	DA
Produsenter (Produksjon)	33	33	33	33	33	33

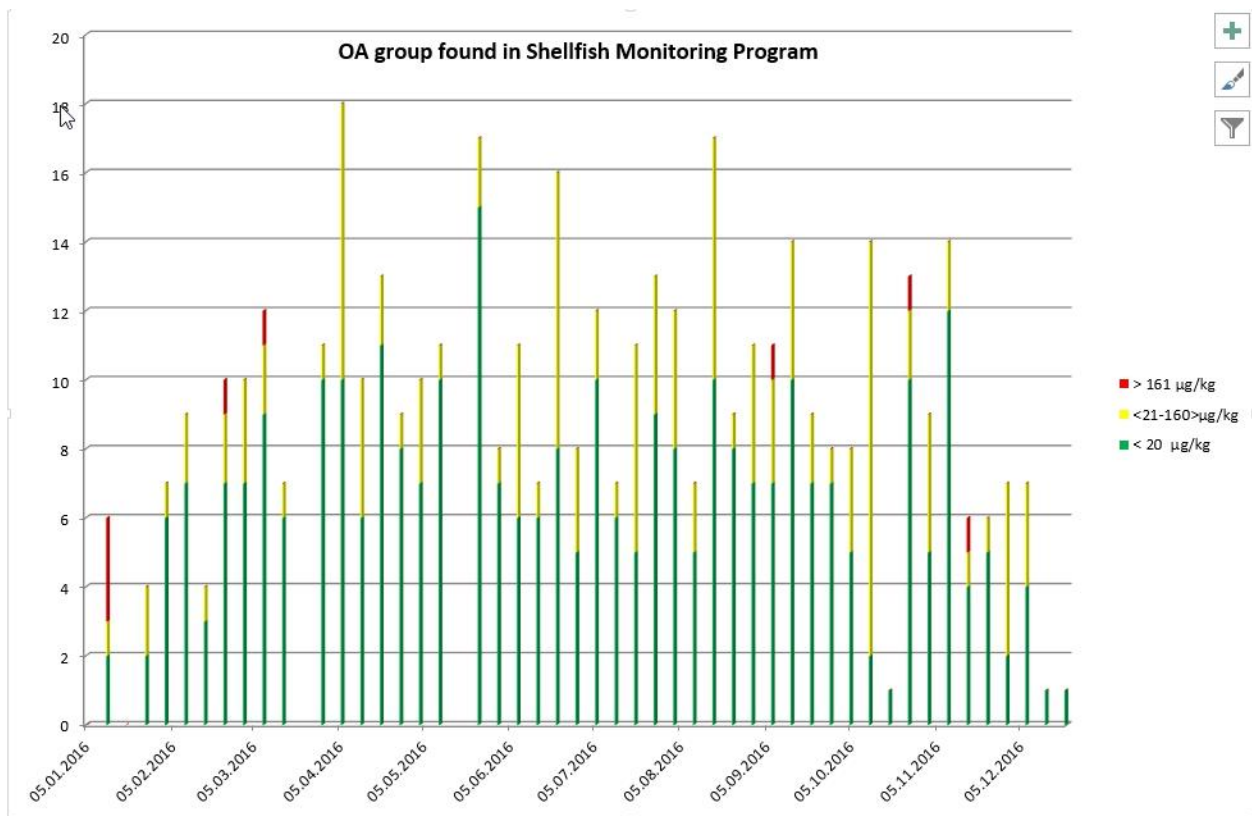
## Resultater

### Trender for 2016

Det ble i 2016 i hovedsak analysert blåskjell, men også østers, kamskjell, kuskjell, sandskjell, hjerteskjell, o-skjell, snegle og kråkeboller ble analysert.

- For OA-gruppen ble det funnet 11 analyseresultater på eller over 160 µg ekv/kg skjellmat i løpet av 2016 fordelt på 8 produksjon, kostholdsrådstasjon og rutinestasjonsprøver, ingen fra sluttproduktprøver, 2 prøver fra produsenter og 1 forskningsprøve (Viganeset Vest, O-skjell, Sør-Rogaland, Sirdal og Flekkefjord. Sammenlikning blåskjell, kråkeboller og o-skjell (ikke fakturert mattilsynet)). Forekomsten av OA-gruppe toksiner i løpet av året er vist i Figur 1, her er det vist totalantall prøver og antall positive prøver i forhold til uke (kostholdsrådstasjoner og rutinestasjoner, sluttproduktkontroller og høstekontroller og forskning).  
For OA-gruppen ble det fra høsten 2015 og utover til og med februar 2016 funnet høy konsentrasjon på Flødevigen i Agder. Den faller til under grenseverdien ved overgangen til mars og holder seg der ut året. På sommerlokaliteten Flekkerøy som også ligger i Agder var OA-gruppen over grenseverdien ved årets første prøvetaking i mars 2016, deretter ligger også denne stasjonen under grenseverdien resten av året. Finnøysundet i Agder holdt seg under grenseverdien hele året. Utenom prøvene fra Agder var det i kostholdsrådet 2016 kun en lokalitet (Møkland) med OA-gruppen over grenseverdien. Møkland i Midtre Hålogaland ble høstet i september og falt til under grenseverdien igjen ved neste prøve i oktober. Man ser ellers varierende mindre mengder av OA-gruppen gjennom året, men ingen over grenseverdien. En av skjelldyrkerne sine prøver var over grenseverdien. Den ble høstet i oktober på Skalnestangen i Innherred og Fosen. Dessuten ble det i oktober foretatt en sammenlikning mellom blåskjell, kråkeboller og o-skjell fra Viganeset Vest i Sør-Rogaland, Sirdal og Flekkefjord hvor o-skjellene var over grenseverdien mens blåskjell og kråkeboller lå langt under (forskningsprøver ikke fakturert mattilsynet).
- For YTX-gruppen ble det ikke funnet analysesvar på eller over 3750 µg ekv/kg skjellmat i løpet av 2016.
- For PTX-gruppen ble det ikke funnet noen prøver på eller over 160 µg ekv/kg skjellmat i 2016.
- For AZA-gruppen ble det funnet to prøver på eller over 160 µg ekv/kg skjellmat i 2016 fordelt på 1 prøve fra kostholdsrådstasjon og 1 prøve fra produsent. Prøvene (blåskjell) ble hhv høstet i slutten av oktober og begynnelsen av november på Rogøysund i Hardanger og Sunnhordland.
- For DA-gruppen ble det funnet tre prøver på eller over 20 000 µg ekv/kg skjellmat i 2016. Alle 3 prøvene kom fra skjelldyrkere og var kamskjell høstet i perioden august/september i hhv Trondheim, Midtre Hålogaland og Helgeland.
- For STX-gruppen ble det funnet 24 prøver med analyseresultater på eller over mattilsynets varslingsgrense på 400 µg STXdiHCl ekv/kg skjellmat fordelt på 15 prøver fra kostholdsrådstasjon og rutinestasjonsprøver, 9 prøver fra produsenter og ingen sluttprodukt/høsteprøver. Av analyseresultatene på eller over mattilsynets varslingsgrense ligger 1 av prøvene fra produsentene og 6 av kostholdsrådstasjon og rutinestasjonsprøvene over 800 µg STXdiHCl ekv/kg. Forekomsten av STX-gruppen av toksiner i løpet av året

er vist i Figur 2, her er det vist totalantall prøver og antall positive prøver i forhold til uke (kostholdsrådstasjoner og rutinestasjoner, sluttproduktkontroller og høstkontroller og forskning. Det oppstår en oppblomstring for STX-gruppen om våren og utover sommeren. I den sørlige halvdel av landet ser man den første prøven med analyseresultat over mattilsynets varslingsgrense i midten av mars på stasjonen Kalvøysundet i Sør-Rogaland, Sirdal og Flekkefjord. Deretter i april beveger forekomsten av PSP-toksiner seg oppover langs kysten i løpet av sommeren, og ender i august opp med det siste analysesvaret over mattilsynets varslingsgrense i Skulgambukt i Tromsø. Cap Clara i Nordmøre og Romsdal har den høyeste forekomsten av PSP i 2016 med 26949 µg/kg i mai før den i august går under mattilsynets varslingsgrense. For alle områdene var STX-gruppen under grenseverdien for omsetning i løpet av juni, noen få kostholdsrådsstasjoner hadde toksiner frem til august.



**Figur 1.** Forekomsten av OA-gruppe toksiner i overvåkningsprogrammet 2016



## Fakturering

Prøvene ble fakturert i henhold til avtalte priser (Tabell 3 og 4).

Tabell 3. Priser for 2016. Produksjonsområder, kostholdsradstasjoner, rutinestasjoner, sluttproduktkontroll, høstkontroll, produsenter (produksjon) og forskning/annet

Analyse	NOK pr stk u/moms
DSP	890
YTX	890
AZA	889
PTX	889
PSP	2950
ASP	2276
DSP MUS	3390

Tabell 4. Priser for 2016. Produsenter (naturlig bestand)

Betaler	NOK pr prøve u/moms
Mattilsynet (kjemisk analyse)	7784
Mattilsynet (administrasjon-fakturering)	180
Skjelldyrker (Egenandel skjelldyrker)	1000

Det ble totalt analysert 416 prøver for kostholdsradstasjon og rutinestasjonsprogrammet 2016. 170 prøver inngikk i forvaltingsstøtten og 246 prøver ble fakturert for kjemisk analyse hvor av 94 prøver også er fakturert for mus. Dette gir en totalsum på 2479524 KR uten moms (Tabell 5).

Det ble analysert og fakturert 42 sluttprodukt og høstkontrollprøver i 2016. Dette gir en totalsum på 368928 KR uten moms (Tabell 5).

Det ble analysert og fakturert for 248 prøver fra produsenter hvor av 105 er naturlig bestand (totalsum på 836220 KR uten moms (Tabell 5)) og 143 prøver produksjon (totalsum på 1256112KR uten moms (Tabell 5)).

I tillegg ble det etter avtale med Mattilsynet fakturert for 1 forskningsprøve (Vest-i-havet, Rogøysund HBO355. Possitiv østers vs blåskjell) med en totalsum på 8784 KR uten moms (Tabell 5).



Tabell 5 Antall prøver fakturert Mattilsynet og priser for 2016.

	<b>Antall Mus (DSP)</b>	<b>Antall Kjemi</b>	<b>Pris NOK Pr stk u/moms</b>	<b>Pris NOK Total u/moms</b>
Produksjonsområder, kostholdsrådstasjoner og rutinestasjoner	-	246	8784	2160864
Produksjonsområder, kostholdsrådstasjoner og rutinestasjoner	94	-	3390	318660
Sluttproduktkontroll/ høstekontroll	-	42	8784	368928
Produsenter (Produksjon)	-	143	8784	1256112
Produsenter (Naturligbestand)	-	105	7784+180	836220
Forskning/annet	-	1	8784	8784

### **Annen informasjon: Referansefunksjonen**

Innen området marine algetoksiner deltar MatInf i internasjonalt arbeid.

Noen aktiviteter i 2016:

- Laboratorieleder deltar i CEN TC275/WG14.
- Deltar i EURL-Marine biotoxins; NRL-nettverk
- Kostholdsråd til publikum

### **Ringtester:**

Algelaboratoriet deltar regelmessig i ringtester arrangert av Quasimeme og EU-RLMB. Følgende ringtester ble utført i 2016 (Tabell 6):

**Tabell 6.** Ringtester utført ved Algelaboratoriet i 2016

År	Dato	Rapport Nr.	Metode	Organisator	Resultater	Kommentar
2016	April 2016 - Aug 2016	2016-01	M-AL 10	QUASIMEME R2016-1	OK	
2016	April 2016 - Aug 2016	2016-02	M-AL 11	QUASIMEME R2016-1	OK	
2016	April 2016 - Aug 2016	2016-03	M-AL 12	QUASIMEME R2016-1	OK (Noe lav på GTX 3)	
2016	Mai 2016 - Okt 2016	2016-04	M-AL 10	EURLMB/16/L/01 EURLMB/16/L/02 EURLMB/16/L/03	OK. (Noe lav DTX2, men zeta innenfor 3)	
2016	Mai 2016 - Okt 2016	2016-05	M-AL 11	EURLMB/16/A/01 EURLMB/16/A/02	OK	
2016	Mai 2016 - Okt 2016	2016-06	M-AL 12	EURLMB/16/P/01 EURLMB/16/P/02 EURLMB/16/P/03	OK på alle akkrediterte toks	
2016	Okt 2016 - XXX 2017	2016-07	M-AL 10	QUASIMEME R2016-2		Pågående (Ikke mottatt sluttrapport)
2016	Okt 2016 - XXX 2017	2016-08	M-AL 11	QUASIMEME R2016-2		Pågående (Ikke mottatt sluttrapport)

Ringtestene har generelt vært greit gjennomført, men det ble avdekket et avvik på STX-gruppen som det blir jobbet videre med, man vil få satt opp LC-MS/MS metode for verifisering av profil i løpet av 2017.

### Faglige råd/vurdering av risiko

Mange fagpersoner ved MatInf bidrar med rådgiving til Mattilsynet, enten i form av faglige møter, kontaktmøter, deltakelse i VKM, eller ved direkte kontakt for konkrete spørsmål fra forskjellige nivåer i Mattilsynet. Eksempler på aktiviteter:

- Gruppen har svart på generelle spørsmål pr. telefon/e-mail fra forskjellige nivåer i Mattilsynet
- Rådgiving til deltakere fra mattilsynet i forbindelse med behandling av dokumenter gjeldene CODEX møter i 2016 og/eller andre relevante EU møter omhandlende bivalve molluscs.

## **Annet**

### *Møter*

- Årlig deltakelse på et oppsummeringsmøte for Overvåknings- og kartleggingsprogrammet mellom Mattilsynet og medvirkende laboratorier (Algetoksiner)
- Deltakelse i elektronisk møte i CEN TC275/WG14 som er en gruppe for marine biotoksiner, opprettet i 2013.
- Deltakelse i arbeidsgrupper på metodesiden i EURLMB regi.

### *Komiteer, råd, styrer*

- Et medlem i subgruppe 3: Kjemi, NMKL

## **Faglig relevante aktiviteter finansiert av andre enn Mattilsynet**

Deltakelse i prosjekter, på kongresser, faglige møter, metodearbeid, nettverk og utførelse av oppdrag, er viktig for å opprettholde og videreutvikle kompetanse innenfor områdene NMBU har ansvaret for i henhold til avtalen med Mattilsynet. Eksempler på deltakelse i forskjellige fora for MatInfs ansatte i 2016:

- 22. Norske Symposium i Kromatografi, analyse relatert, faglig oppdatering.

Oslo 16.11.2017