

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

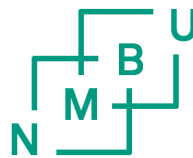
(Saksnr 2017/167450)

# Årsrapport 2017

Veterinærhøgskolen NMBU  
Institutt for mattrygghet og  
infeksjonsbiologi  
Algelaboratoriet

Marit Spidsberg Paulsrud og John A. Aasen Bunæs

---



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 2017 gjennomført kjemiske analyser av 915 prøver hvor av 440 prøver var sendt inn fra overvåknings- og kartleggingsprogrammet (403 prøver til OK-programmet og 37 prøver sluttproduktkontroller/høstekontroller) og 434 kom fra oppdrettere (200 fra produksjonsanlegg (hvor av 50 fakturert næringen) og 234 fra naturlige forekomster). I tillegg ble det sendt inn 41 forskningsprøver (hvor av 15 fakturert mattilsynet).

Laboratoriet mottar også prøver ved mistanke om matforgiftning med algetoksiner ved konsum av skjell. Det ble i 2017 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 2017 ble det for overvåknings- og kartleggingsprogrammet gjennomført kjemiske analyser av 440 prøver (403 for kostholdsråd og 37 for sluttprodukt og høstkontroll). For produsentene ble det gjennomført 434 kjemiske analyser hvor av 234 prøver naturligbestand, 150 prøver produksjon betalt av mattilsynet og 50 prøver produksjon betalt av skjell dyrker (Tabell 1 a og b). I tillegg ble det mottatt 15 prøver forskning/annet (Tabell 2) der man bla annet kan se at det ved høye forekomster av PSP toksiner både vil forekomme PSP i krabbe brunmat, og i kamskjellets muskel + gonade (men at muskel + gonade gir lavere forekomster enn ved analyse av hele kamskjellet)

**Tabell 1a. Antall prøver undersøkt for algetoksiner for overvåkningsprogrammet i 2017**

	Mus	Kjemi					
	DSP	OA	YTX	AZA	PTX	STX	DA
Produksjonsområder, kostholdsrådstasjoner og rutinestasjoner	99	403*	403*	403*	403*	403*	403*
Sluttproduktkontroller/Høstkontroller	0	37	37	37	37	37	37
Produsenter (Produksjon)	0	150	150	150	150	150	150
Produsenter (Naturligbestand)	0	234	234	234	234	234	234
Forskning/annet	0	15	15	15	15	15	15

\*170 prøver inngikk i forvaltningsstøtten

**Tabell 1b. Antall prøver undersøkt for algetoksiner, betalt av produsentene i 2017**

	Kjemi					
	OA	YTX	AZA	PTX	STX	DA
Produsenter (Produksjon)	50	50	50	50	50	50

**Tabell 2. Resultatoversikt forskning/annet**

Uke	Sampleid	Vårt jnr, LID	Høstedata	ObjektType	Prøveobjekt	Innsenders jnr	Kommentar	Kjemi:hhv. µg OA/YTX/AZA/PTX/STX/DA ekv/kg skjellm.						
								DSP/MS	YTX/MS	AZA/MS	PTX/MS	PSP	ASP	
21	170523-0013	AL17-00314	22.05.2017	BLÅSKJELL, RSM	Petterhavna, Rissa	160517028233	PSP positiv						25584	
23	170607-0030	AL17-00380	06.06.2017	BLÅSKJELL, RSM	Petterhavna, Rissa		PSP positiv						6369	
27	170704-0029	AL17-00494	03.07.2017	BLÅSKJELL, RSM	Petterhavna, Rissa		PSP positiv						739	
21	170523-0014	AL17-00315	22.05.2017	BLÅSKJELL, RSM	Rundhaugen, NTMV 302		PSP positiv						2314	
22	170530-0006	AL17-00334	28.05.2017	BLÅSKJELL, RSM	Tønsberg, Vallø	240517029908	Mistanke om ASP							<500
22	170530-0007	AL17-00335	28.05.2017	STILLEHAVSØSTERS	Tønsberg, Vallø	240517029907	Mistanke om ASP							<500
23	170607-0014	AL17-00364	06.06.2017	KAMSKJELL(HELE), RÅ	Rataran	60617031404	PSP (M+G vs helt skjell)						17752	
23	170607-0015	AL17-00365	06.06.2017	KAMSKJELL(G+M), RÅ	Rataran	60617031405	PSP (M+G vs helt skjell)						7732	
23	170607-0016	AL17-00366	06.06.2017	KAMSKJELL(HELE), RÅ	Sula	60617031403	PSP (M+G vs helt skjell)						14657	
23	170607-0017	AL17-00367	06.06.2017	KAMSKJELL(G+M), RÅ	Sula	60617031398	PSP (M+G vs helt skjell)						1029	
36	170905-0027	AL17-00717	01.09.2017	KRABBE BRUNMAT KOKT	Frøya		PSP i krabbe						490	
36	170905-0028	AL17-00718	04.09.2017	KRABBE BRUNMAT KOKT	Hitra		PSP i krabbe						193	
39	170926-0014	AL17-00789	25.09.2017	BLÅSKJELL, RSM	Kallveldfjorden, AAG 0301	220917049770	Sammenlikning B, SØ og FØ	156	<100	<20	<20	<20	<100	<500
39	170926-0015	AL17-00790	25.09.2017	STILLEHAVSØSTERS	Kallveldfjorden, AAG 0301	220917049776	Sammenlikning B, SØ og FØ	78	<100	<20	<20	<20	<100	<500
39	170926-0016	AL17-00791	25.09.2017	FLATØSTERS	Kallveldfjorden, AAG 0301	220917049778	Sammenlikning B, SØ og FØ	96	<100	<20	20	<100	<500	

## Resultater

### Trender for 2017

Det ble i 2017 i hovedsak analysert blåskjell, men også flatøsters, stillehavsøsters, kamskjell, kuskjell, sandskjell, hjerteskjell, o-skjell, knivskjell, teppeskjell, krabbe, snegle og kråkeboller ble analysert.

- For OA-gruppen ble det funnet 23 analyseresultater på eller over 160 µg ekv/kg skjellmat i løpet av 2017 fordelt på 14 produksjon, kostholdsrådstasjon og rutinestasjonsprøver, ingen fra sluttproduktprøver, 5 prøver fra produsenter (fire av prøvene er fra Rundhaugen) og 4 forskningsprøver (Forskningsprøvene var fra Kaldvellfjorden i Agder. Ingen av disse forskningsprøvene ble fakturert mattilsynet).

Forekomsten av OA-gruppe toksiner i løpet av året er vist i Figur 1 a og b, her er det vist totalantall prøver og antall positive prøver i forhold til uke (hvh OK-programmet og prøver fra skjelldyrkere). Første positive prøve over grenseverdien ser vi i Engelsen i Østfold og Follo mot slutten av juni. Deretter er det forekomster av OA-gruppen frem til oktober langs Sørlandskysten og i nedre deler av Vestlandskysten. Vi ser også forekomster av OA-gruppen over grenseverdien i Trondheimsområdet og så langt nord som Kjempebakken i Troms. Uttaksstedet Rundhaugen i Innherred og Fosen (Trondheimsområdet) fikk en økning i toksinnivået til over grenseverdien i juli og lå deretter over grenseverdien til oktober. Skjell fra dette området kom ut på markedet og forårsaket matforgiftning.

Som forskningsprøver ble DSP positive prøver fra Kaldvellfjorden i Agder høstet ved to forskjellige uker i september. Det ble sammenliknet blåskjell og stillehavsøsters (AL17-00742 og 743), begge var positive over faregrensa. Ved andre uttak var det sammenlikning mellom blåskjell, flatøsters og stillehavsøsters (AL17-00767, 768 og 769) hvor blåskjellene var over faregrensen, mens flatøsters og stillehavsøstres var godt under faregrensen. Dessuten ble det på samme uttakssted tatt ute en prøve AL17-00838 blåskjell i oktober som var over faregrensen. Ingen av disse forskningsprøvene ble fakturert mattilsynet.

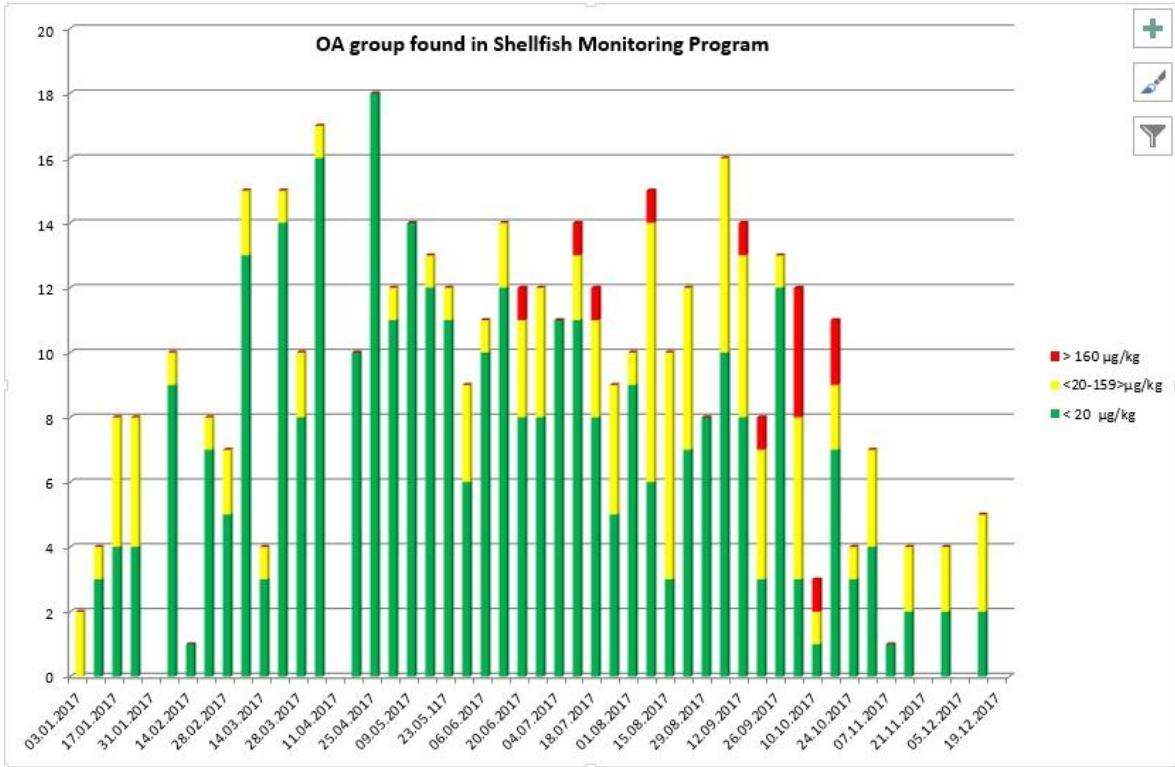
- For YTX-gruppen ble det ikke funnet analysesvar på eller over 3750 µg ekv/kg skjellmat i løpet av 2017.
- For PTX-gruppen ble det ikke funnet noen prøver på eller over 160 µg ekv/kg skjellmat i 2017.
- For AZA-gruppen ble det ikke funnet noen prøver på eller over 160 µg ekv/kg skjellmat i 2017.
- For DA-gruppen ble det i 2017 ikke funnet toksinverdier over faregrensen (20 000 µg ekv/kg skjellmat) i prøver sendt inn av mattilsynet, men det ble funnet 32 prøver over faregrensen sendt inn av næringen. Prøvene fra næringen var kamskjell høstet i hovedsak i perioden mai-september. Det relativt høye antallet prøver over faregrensen (det ble kun funnet tre prøver over faregrensen i 2016) skyldes høy forekomst av ASP i områder hvor næringen ønsket å høste kamskjell for salg (Trondheimsområdet og nordover til Helgeland). Det ble derfor sendt inn uforholdsmessig mange prøver i disse områdene. Forekomsten av DA-gruppen av toksiner i løpet av året er vist i Figur 2 a og b, her er det vist totalantall prøver og antall positive prøver i forhold til uke.

- For STX-gruppen ble det i OK-programmet 2017 funnet 32 prøver (alle blåskjell) med analyseresultater på eller over mattilsynets varslingsgrense på 400 µg STXdiHCl ekv/kg skjellmat. Forekomsten av STX-gruppe toksiner i overvåkningsprogrammet 2017 i løpet av året er vist i Figur 3 a, her er det vist totalantall prøver og antall positive prøver i forhold til uke. Det ble i tillegg funnet 11 prøver over mattilsynets varslingsgrense i forskning/annet (Blant annet for å se på sammenhengen mellom kun å analysere muskel og gonade vs å analysere hele skjellmaten). Det oppstår en oppblomstring for STX-gruppen langs Vestlandskysten i mars/april med første analyseresultat over mattilsynets varslingsgrense i midten av mars på stasjonen Kalvøysundet i Sør-Rogaland, Sirdal og Flekkefjord. Deretter beveger forekomsten av PSP-toksiner seg oppover langs kysten og når Trondheimsområdet i mai, før den kommer til Troms i slutten av juli. Siste blåskjellprøve over varslingsgrensa i Trondheimsområdet ble tatt ut i slutten av august.

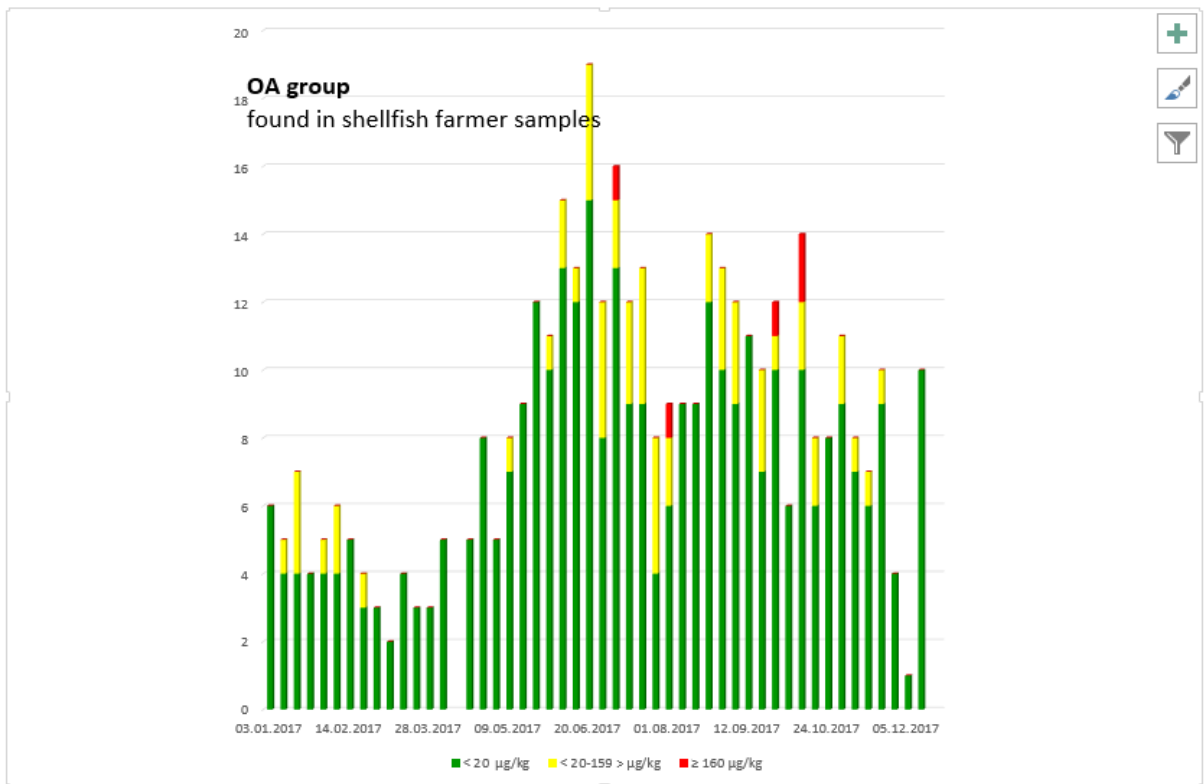
Fra næringen ble det mottatt 111 prøver på eller over faregrensen på 800 µg STXdiHCl ekv/kg fordelt på 10 prøver med blåskjell, 3 prøver med knivskjell og 98 prøver med kamskjell. Det høye antallet prøver over faregrensen i kamskjell (det ble ikke funnet kamskjellprøver over faregrensen i 2016 (kun en blåskjellprøve)) skyldes høy forekomst og lang avgiftningstid av PSP i områder hvor næringen ønsket å høste kamskjell for salg (Trondheimsområdet). Det ble derfor sendt inn uforholdsmessig mange prøver i disse områdene.

På grunn av den høye og langvarige forekomsten av PSP ble det av næringen sendt inn krabbep prøver til analyse. Ingen av disse prøvene oversteg faregrensen (800 µg STXdiHCl ekv/kg), den krabbep prøven med høyest forekomst av PSP lå på 773 µg STXdiHCl ekv/kg og ble høstet på Frøya.

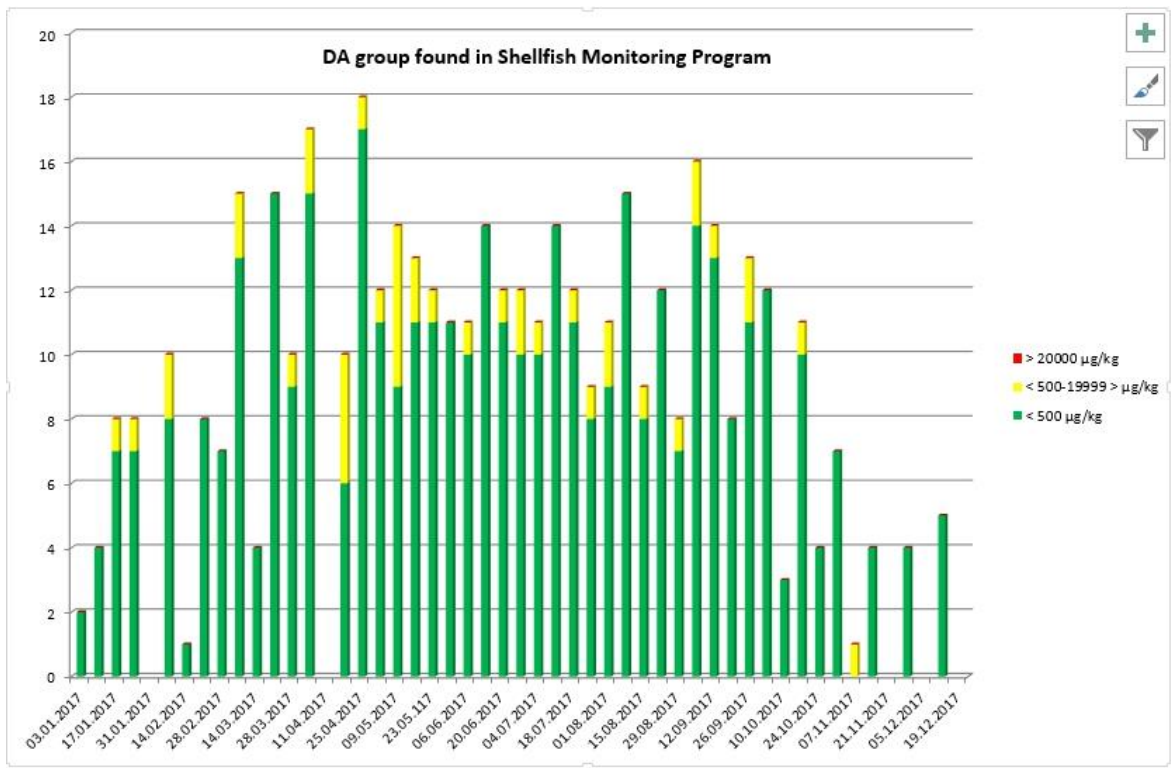
Forekomsten av STX-gruppe toksiner i prøver fra næringen 2017 i løpet av året er vist i Figur 3 b, her er det vist totalantall prøver og antall positive prøver i forhold til uke.



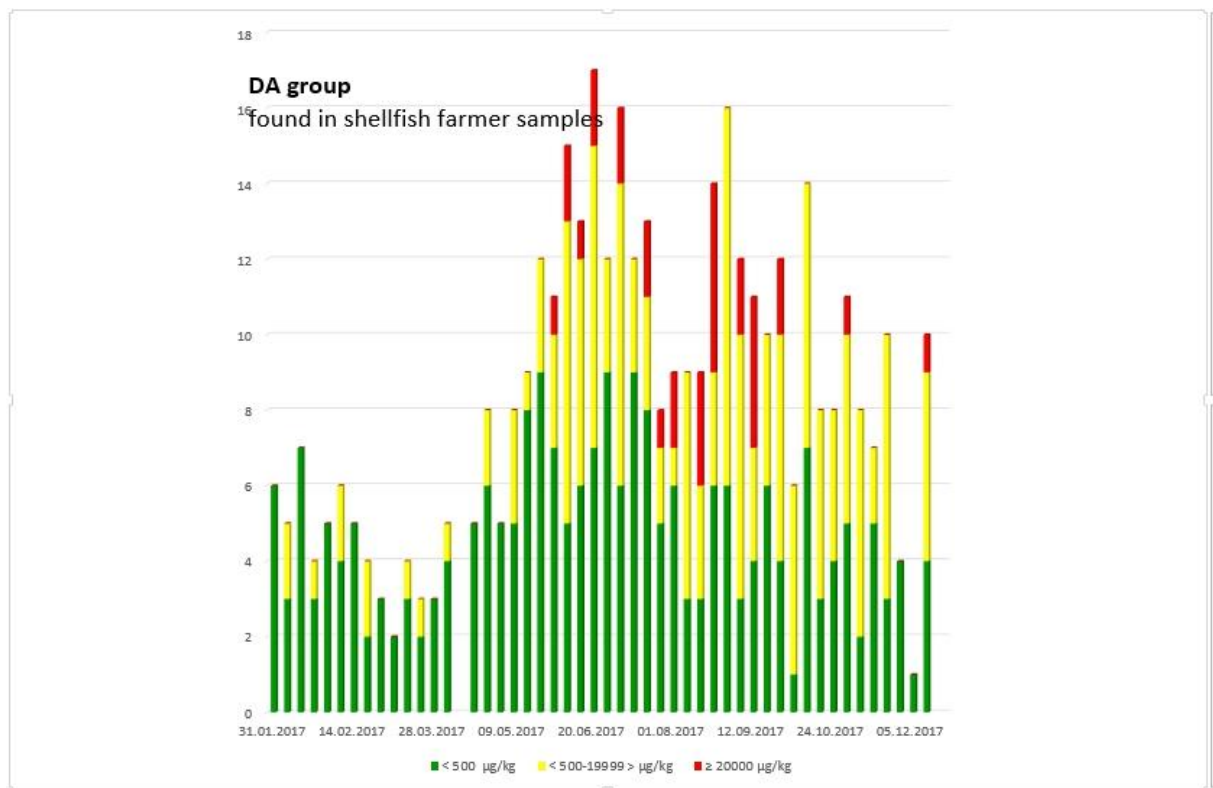
**Figur 1a.** Forekomsten av OA-gruppe toksiner i overvåkningsprogrammet 2017



**Figur 1b.** Forekomsten av OA-gruppe toksiner i prøver fra produsenter 2017

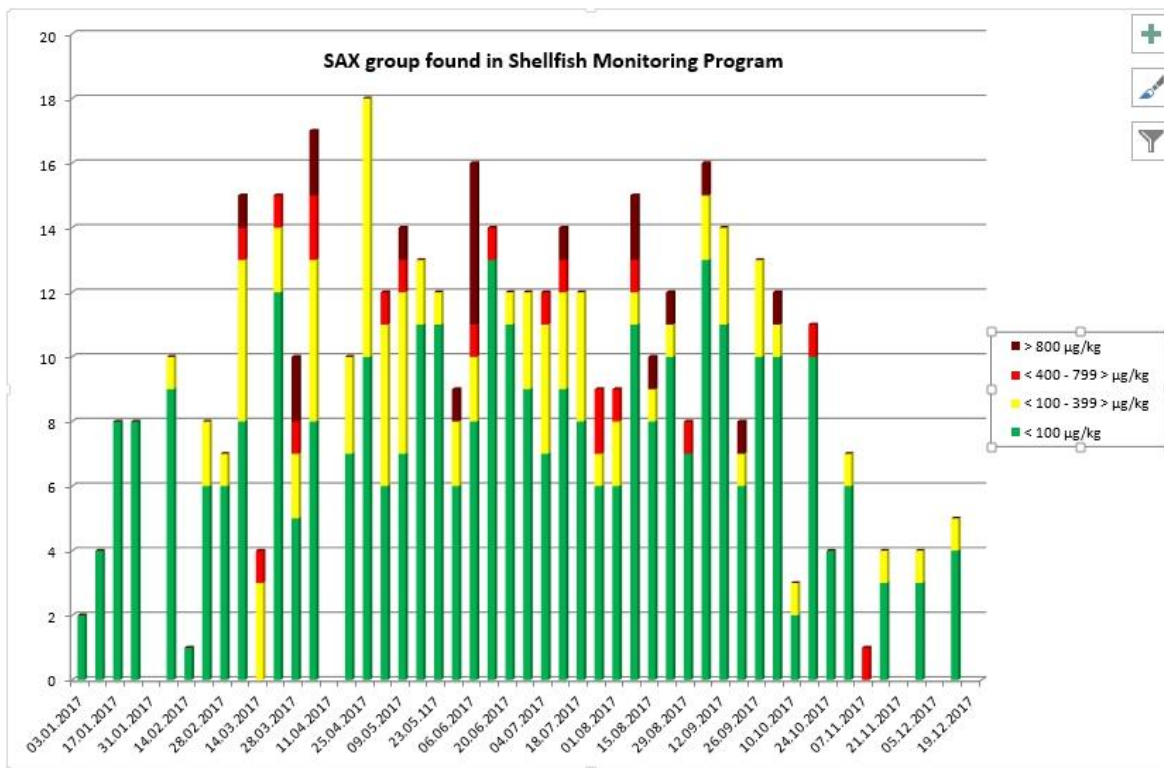


**Figur 2a.** Forekomsten av DA-gruppe toksiner i overvåkningsprogrammet 2017

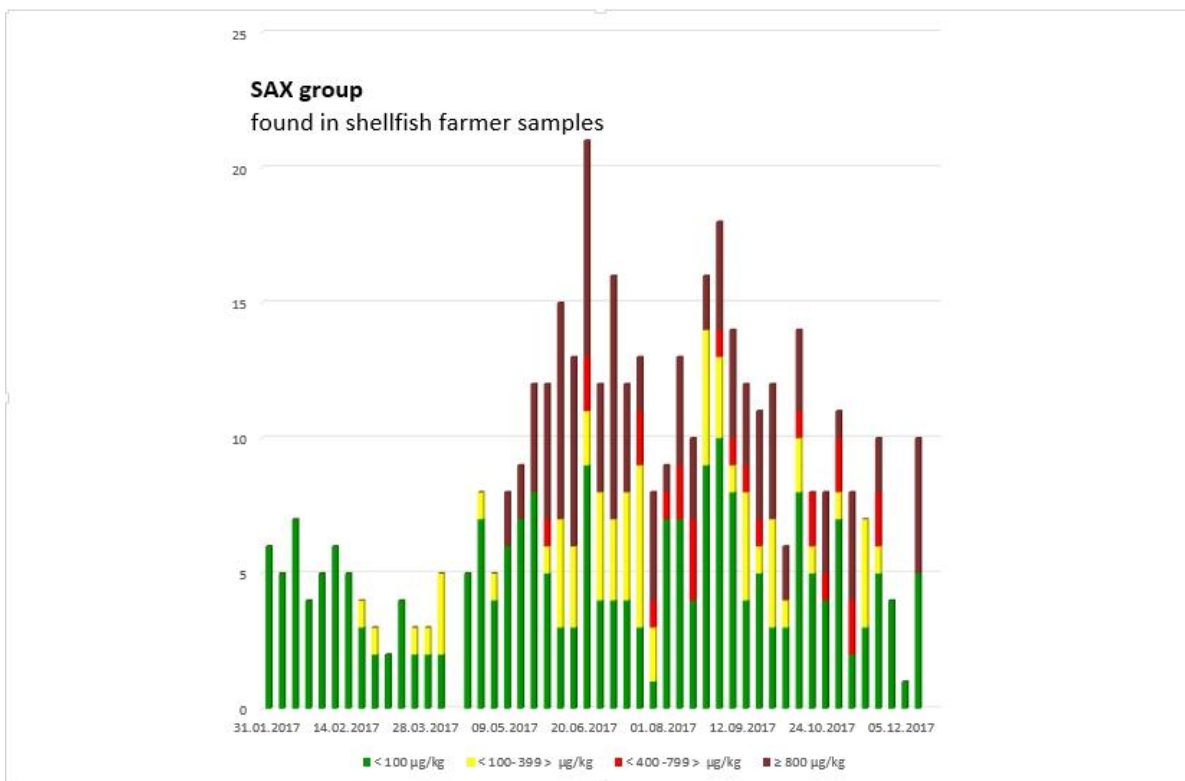


**Figur 2b.** Forekomsten av DA-gruppe toksiner i prøver fra produsenter 2017





**Figur 3a.** Forekomsten av STX-gruppe toksiner i overvåkningsprogrammet 2017



**Figur 3b.** Forekomsten av STX-gruppe toksiner i prøver fra produsenter 2017

## Fakturering

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

Tabell 3. Priser for 2017. Produksjonsområder, kostholdsrådstasjoner, rutinestasjoner, sluttproduktkontroll, høstkontroll, produsenter (produksjon) og forskning/annet

Analyse	NOK pr stk u/moms
OA-gr	921
YTX-gr	921
AZA-gr	921
PTX-gr	922
STX-gr	3056
DA-gr	2357
DSP MUS	3511

Tabell 4. Priser for 2017. Produsenter (naturlig bestand)

Betaler	NOK pr prøve u/moms
Mattilsynet (kjemisk analyse)	7098
Mattilsynet (administrasjon-fakturering)	186
Skjelldyrker (Egenandel skjelldyrker)	1000

Det ble totalt analysert 403 prøver for kostholdsrådstasjon og rutinestasjonsprogrammet 2017. 170 prøver inngikk i forvaltningsstøtten, mens 233 prøver ble fakturert for kjemisk analyse hvor av 99 prøver også er fakturert for mus. Dette gir en totalsum på 2467423 KR uten moms (Tabell 5).

Det ble analysert og fakturert 37 sluttprodukt og høstkontrollprøver i 2017. Dette gir en totalsum på 336626 KR uten moms (Tabell 5).

Det ble analysert 384 prøver og fakturert for 377 prøver fra produsenter hvor av 229 er naturlig bestand (totalsum på 1890988 KR uten moms (Tabell 5)) og 148 prøver produksjon (totalsum på 1346504KR uten moms (Tabell 5)). Differansen mellom antallet analyserte og fakturerte prøver kommer av at det for desember 2016 ble forhåndsfakturert 2 kjemi og 5 naturlig bestand for mye. Tilsvarende antall ble derfor ikke fakturert i 2017.

I tillegg ble det etter avtale med Mattilsynet fakturert for 15 forskningsprøver/annet (Se Tabell 2) med en totalsum på 62568 KR uten moms (Tabell 5).

Tabell 5 Antall prøver fakturert Mattilsynet og priser for 2017

\*Antallet fakturerte prøver (ikke antallet mottatte prøver) i fet skrift

Totalt fakturert		Antall*	Pris (eks mva) pr stk	Sum NOK eks mva
OK-prog (ikke museprøver)		134	9098	1219132
OK-prog (museprøver)		99	12609	1248291
Sluttpr/høstepr		37	9098	336626
Kval kontroll (gratis prøver)		150	9098	1364700
-Forhånds fakturert 2 kjemi prøver i des 2016		-2	9098	-18196
Kval kontroll (gratis prøver)		148		1346504
Naturlig bestand (8098 + 186kr)		234	8284	1938456
-Forhånds fakturert 5 natbest prøver i des 2016		-5	8284	-41420
-Fakturerte 180 kr (ikke 186kr) for 1 natbest prøve i jan		-1	6	-6
-Antall prøver kun analysert for ASP, PSP osv		-1	8284	-8284
Naturlig bestand		228		1888746
Naturlig bestand (kun PSP) (2056+186kr)		1	2242	2242
Forskning/annet		3	9098	27294
Forskning/annet (kun PSP)		10	3056	30560
Forskning/annet (kun ASP)		2	2357	4714

Det ble i des 2016 forhånds fakturert 2 kjemi og 5 nat best for mye. Tilsvarende antall blir derfor ikke fakt i 2017.

## Annem informasjon: Referansefunksjonen

Innen området marine algetoksiner deltar MatInf i internasjonalt arbeid.

Noen aktiviteter i 2017:

- Deltakelse i CEN TC 275/WG 14, gruppe for marine biotoksiner, elektronisk i 2017
- Deltar i EURL-Marine biotoxins; NRL-nettverk
- Kostholdsrad til publikum

## Ringtester

Algelaboratoriet deltar regelmessig i ringtester arrangert av Quasimeme og EU-RLMB. Følgende ringtester ble utført i 2017 (Tabell 6):

Tabell 6. Ringtester utført ved Algelaboratoriet i 2017

Dato	Rapport nr.	Metode	Organisator	Resultater
April 2017-Juli 2017	2017-01	M-AL 10	QUASIMEME R2017-1	OK, men noe høy verdi på hyd OA og DTX2i prøve
April 2017-Juli 2017	2017-02	M-AL 11	QUASIMEME R2017-1	OK
April 2017-Juli 2017	2017-03	M-AL 12	QUASIMEME R2017-1	OK
Mai 2017 -Okt 2017	2017-04	M-AL 10	EURLMB/17/L/01 EURLMB/17/L/02 EURLMB/17/L/03	OK, men noe høy verdi på hyd OA i en prøve
Mai 2017 -Okt 2017	2017-05	M-AL 11	EURLMB/17/A/01 EURLMB/17/A/02	OK

Mai 2017 -Okt 2017	2017-06	M-AL 12	EURLMB/17/P/01 EURLMB/17/P/02 EURLMB/17/P/03	OK
Okt 2017 -Feb 2018	2017-07	M-AL10	QUASIMEME R2017-2	OK, men litt høy på OA i en prøve
Okt 2017 -Feb 2017	2017-08	M-AL 11	QUASIMEME R2017-2	OK

Ringtestene har generelt vært greit gjennomført, men med noe høy verdi på noen hydrolyserte prøver som det blir jobbet videre med.

### 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
- Deltakelse i CODEX eWG: CCFFP Electronic Working Group on the Proposed Draft List of Methods for the Determination of Biotoxins in the Standard for Raw and Live Bivalve Molluscs. Ingen møter avholdt i 2017.

### Annet

#### *Møter*

- Årlig deltakelse på et oppsummeringsmøte for Overvåknings- og kartleggingsprogrammet mellom Mattilsynet og medvirkende laboratorier (Algetoksiner)
- Deltakelse i CEN TC 275/WG 14, gruppe for marine biotoksiner, elektronisk i 2017
- 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 2017:

- Det 16. norske seminar i massespektrometri, analyse relatert, faglig oppdatering.

Oslo 31.08.2018

John A. Aasen Bunæs  
Laboratorieleder

Marit Spidsberg Paulsrud  
KS-ansvarlig