



N I F E S
NASJONALT INSTITUTT
FOR ERNÆRINGS- OG
SJØMATFORSKNING

ÅRSRAPPORT 2008 og 2009

OVERVAKNINGSPROGRAM FOR FÔRVARER TIL FISK OG ANDRE AKVATISKE DYR

Amund Måge, Kåre Julshamn, Marit Espe
& Bjørn Tore Lunestad

Nasjonalt institutt for ernærings- og sjømatforskning

Postboks 2029 Nordnes, 5817 Bergen

E-mail: ama@nifes.no

Samlerapport, arbeid utført på oppdrag av Mattilsynet, Tilsynsavdelingen,
Seksjon fisk og sjømat.

FORORD

Denne rapporten samlar og summerer opp resultat frå det offentlege overvakingsprogrammet for fiskefôr og fôrråstoff i 2008 og 2009. Mattilsynet er oppdragsgjevar for overvakinga. Overvakingsprogrammet er ein del av Norge si nasjonale oppfølging av nasjonalt og internasjonalt regelverk på dyrefôr.

Det regelverk som i dag gjeld i Norge er "Forskrift om fôrvarer" som vart sett i kraft i Norge 7. november 2002. Denne forskrifta blir jamleg, og relativt ofte, endra og oppdatert i tråd med endringar i EU si fôrlovgiving, etter norske høyringsrundar på endringar frå EU. Forskrifta er fastsett av Landbruks- og matdepartementet og Fiskeri og kystdepartementet i fellesskap, og gjeld også fôrvarer til fisk.

Dette overvakingsprogrammet byrjar no å få ei lang historie. Programmet "Fôrvarer til fisk og andre akvatiske dyr" var tidlegare ein del av Fiskeridirektoratet sitt tilsyn med tilknytte verksemdar i tråd med gjeldande forskrifter fram til utgangen av 2003. Frå 1. januar 2004 vart denne verksemda og dette programmet 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 i forsiktig omfang på slutten av 1980-talet ved Fiskeridirektoratet sitt Sentrallaboratorium. NIFES vart delaktig i 1996 i høve til analysar og rapportering, mens forvaltningsmyndigheit, dvs. Fiskeridirektoratet/Mattilsynet har drive prøvetaking ute i verksemdene, ofte kombinert med inspeksjon. I løpet av 2008 vart det klart at på grunn av den økonomiske situasjonen ville programmet for 2009 bli svært redusert. Dette har både omfatta talet på analysar, men også intern tidsbruk i Mattilsynet til prøvetaking. Denne prosessen starta i 2007 med å redusere tidsressursen til prøvetaking slik at talet på uttekne prøvar vart redusert frå 790 prøvar i 2006 til 473 i 2007. Talet vart redusert vidare til 353 prøvar i 2008 og så heilt ned til 25 prøvar i 2009. Talet på analysar vart forsøkt halde oppe i 2008, men med ytterlegare nedgang i budsjettet i 2009 vart også analysevolumet redusert. Programmet har no gått over i ein fase der overvakingsprogrammet er vinkla mot gjennomsnittsverdiar og tidstrendar i høve til det omfattande regelverk som fins. Men når det gjeld meir dagleg tilsyn så er dette i stor

grad overlate til fôrverksemdene sin internkontroll. Det nasjonale målet om å ta ut ein prøve pr. 1000 tonn produsert fiskefôr basert på statistikk to år før er då sjølvsagt forlate.

Teknisk ansvarlig for programmet ved Nasjonalt institutt for ernærings- og sjømatforskning (NIFES) har vore Elin Krohnstad ved prøvemottak, som har vore ansvarleg for prøveregistrering, prøvesplitting og prøveflyt til de forskjellige laboratoria. Tone Galluzzi, Anne Karin Godvik og Kjersti Borlaug, var ansvarlege for dei mikrobiologiske analysane. Dagmar Nordgård, John Nielsen, Pablo Cortez, Karstein Heggstad, Tadesse T. Negash, Jannicke Berntsen, Kari Breistein Sæle, Kjersti Pisani, Josef Malaiamaan, Betty Irgens, Thu Thao Ngyen, Tina Rosvold, Lene H. Johannessen, Ingjerd Hauvik, Britt Elin Øye har vore ansvarlege for analyser knytt til pesticid, dioksin og dioksinliknande PCB, PCB₇ og PBDE.

Jorun Haugsnes, Berit Solli, Siri Bargård, Tonja Lill Eidsvik, Laila Sedal og Edel Erdal har analysert for metall og metallspeciering.

Rita Hannisdal, Lina Beyer Vågenes, Rosini Nguyen, Felicia D Couillard og Eva Torgilstveit har utført analysar av medisinrestar. På næringsstoffsida har Georg Olsen utført analysar av totalt feitt, Ingjerd Hauvik og Elilta Hagos har analysert feittsyrer, Joseph Malaiamaan, Elilta Hagos og Lene Vallestad har utført proteinalysar. Anne Karin Syversen, Tina Constance Rosvold, Kari Elin Rød, Kjersti Ask og Sissel Nygaard tok seg av analyse av feittløyselege vitamin, fargestoff og antioksidantar.

I eit så variert overvakingsprogram er vi avhengige av ei rad underleverandørar.

Veterinærinstituttet i Oslo har utført analysar av mykotoksin, LabNett i Stjørdal har analysert prøvar av fiskemjøl og fôrblendingar for eventuelt innhald av kjøttbeinmjøl og blodmjøl. Eurofins Norge har utført PAH-analysar og har i sitt system også stått for analysar av melamin. Isconlab i Heidelberg, Tyskland, har stått for analysar av nitrosamin.

Vi takkar alle som har delteke i gjennomføringa av prosjektet og ein spesiell takk til Sylvia Frantzen for korrekturlesing.

NIFES, 1. september 2010

INNHALD

FORORD	2
INNHALD	4
INNLEIING	6
EKSPERIMENTELT	8
PRØVETAKINGSPLAN.....	8
ANALYSEPARAMETRAR.....	9
ANALYSEMETODAR.....	12
<i>Prøvepreparering og analysar av mikroorganismar i fôr</i>	12
<i>Analysar av Mykotoksiner</i>	13
<i>Analysemetodar – metall, inklusive speciering</i>	15
<i>Analysemetodar, organiske miljøgifter</i>	17
<i>Bestemmelse av PCB₇ med GC-MS</i>	17
<i>Bestemming av polybromerte flammehemmarar (PBDE) ved GC-MS (metode 238 og 292)</i>	18
<i>Analyse av legemidlar</i>	20
<i>Næringsstoff og antioksidantar</i>	21
RESULTAT MED KOMMENTARAR	24
FORBODNE FÔRMIDLAR.....	24
<i>Fôr og fôrmidlar med gener som kodar for antibiotikaresistens (ARG-GMO)</i>	24
<i>Prosessert animalsk protein (kjøttbeinmjøl og blodmjøl)</i>	24
UØNSKA STOFF	24
<i>Mikrobiologiske parametarar</i>	24
<i>Mykotoksin</i>	26
ORGANISKE FRAMANDSTOFF - PESTICID, MM.....	27
<i>Pesticid</i>	27
<i>PCB og Dioksin</i>	36
<i>Nitrosaminer</i>	47
<i>Uorganiske framandstoff/metall</i>	48
<i>Radioaktive stoff</i>	52
TILSETNINGSSTOFF	53
<i>Fargestoff</i>	53
<i>Antioksidantar</i>	53
ESSENSIELLE STOFF MED ØVRE GRENSEVERDIAR	56
STOFF SOM AV ULIKE ÅRSAKER HAR/KAN FÅ FOKUS OG DER EIN TRENG BAKGRUNNSDATA.....	63

REDELEG HANDEL - KONTROLL AV DEKLARERTE NÆRINGSSTOFF	64
<i>Hovudnæringsstoff</i>	64
<i>Tilsetningsstoff</i>	65
GENMODIFISERTE FÔRVARER	65
TILRÅDDE SATSINGAR	66
VOLUM	66
FLYT	66
ANALYTTAR.....	67
<i>Mikrobiologi</i>	67
<i>Legemidler</i>	67
<i>Kontaminantar</i>	67
<i>Tilsetjingsstoff og Næringsstoff</i>	68

INNLEIING

Produksjonen av norsk laksefisk har halde fram med å vekse dei siste åra. Og med den også forbruket av fôr i oppdrettsnæringa. I år 2008 vart det omsett 1 182 000 tonn med fôr. Dette var ein auke på 6 % samanlikna med 2007. Det vart det året importert om lag 18 000 tonn, ein reduksjon på 27 % i høve til 2007. I 2009 auka fôromsetnaden vidare til om lag 1 370 000 tonn. Til samanlikning er totalt kraftfôrforbruk i norsk landbruk (både kjøtt og mjølk) på om lag frå 1,7 til 1,8 mill tonn og er ganske stabilt (Statistisk Sentralbyrå, 2010).

I 2002 vart Forskrift om fôrvarer (Fôrvareforskrifta) sett i kraft. Forskrifta er fastsett av Landbruks- og Matdepartementet (LMD) og Fiskeri- og kystdepartementet (FKD) i fellesskap, og gjeld også fôrvarer til fisk. Fôrvareforskrifta byggjer i stor grad på EU-rettsakter (forordningar, direktiv og vedtak) som Noreg, gjennom EØS-avtalen, har forplikta seg til å følgje. Forskrifta regulerer mange tilhøve omkring innhald, merking og omsetjing av fôrvarer. Desse krava gjeld mellom anna import av fôrvarer og korleis omsetjing skal skje. Forskrifta gjev også retningslinjer på korleis styresmaktene skal kontrollere at regelverket vert følgt, både med omsyn til prøvetaking og analysar. I tillegg til Fôrvareforskrifta, er det også anna regelverk som regulerer fôrvareområdet. Dette regelverket har til dømes som formål å hindre overføring av smittsame sjukdomar og inkluderer regelverk som mellom anna er knytt til import av fôrvarer av animalsk opphav, avfallshandsaming og bruk av animalsk biprodukt i fôr.

På fôrområdet skal det offentlige regelverket sikra mattryggleik, dyrehelse, godt miljø og høg kvalitet på produkta og vidare også at det skjer reieleg handel. Hovudansvaret for at regelverket vert følgt ligg imidlertid hos verksemdene og deira internkontroll. 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). Programmet har sidan vorte utvida til også å omfatta fôrmidlar (råvarer/ingrediensar). Dei første åra prøvde ein etter ein norsk modell å ta ut ein prøve pr. 1000 tonn produsert fiskefôrblending. Dette er det ikkje lenger økonomi til. I staden vil ein satse på å gjere fleire analysar på dei prøvane som vert tekne ut.

Denne rapporten omfattar programmet for 2008 og 2009. I 2009 vart det klart at det berre var midlar til eit sterkt redusert program slik at det vart valt ei løysing med berre ein rapport, noko som også sparte pengar på rapporteringssida. Det er likevel forsøkt å halde på at det er analysar som stadfestar mattryggleik som er i fokus.

I 2008 og 2009 har Mattilsynet sine inspektørar utført prøvetakinga hos fôrprodusentane etter ein eigen prøvetakingsplan fastsett tidleg på året. 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 målet med rapporten er å summere opp dei viktigaste resultatane som er funne og setje dei inn i ei utvikingsline.

EKSPERIMENTELT

Prøvetakingsplan

Mattilsynet hadde laga og distribuert prøvetakingsplan for programmet for 2008 og for 2009. Det har over toårsperioden skjedd ei stor endring når det gjeld tal på prøvar som vert tekne ut i programmet. I 2008 vart det samla inn totalt 359 prøvar som vist i Tabell 1. Dette var eit framhald i ein minkande prøvetakingstrend i det offentlege programmet. NIFES mottok til saman 473 prøvar av fullfôr og fôringrediensar til analyse i 2007, 790 prøvar i 2006 og 772 prøvar i 2005. I 2009 vart det derimot kun samla inn 25 prøvar og alle var då fullfôr frå dei tre største leverandørane. I 2008 og 2009 vart det ikkje teke ut prøvar av importert fôr i dette programmet, men det kan no verte gjort i grensekontrollprogrammet. I 2007 og 2006 vart det i tillegg prøveteke prøvar av importert fôr frå Havsbrun Færøyane. NOFIMA (tidl. SSF) i Bergen og Maripro er produsentar av marint yngelfôr.

Tabell 1. Oversikt over prøvar frå fiskefôrfabrikkane i 2008. Om 2009, sjå tekst.

Fabrikk	Fôr	Ensi- lasje	Fiske- mel	Reke- mel	Fiske- Olje	Veg. Olje	Mais	Kvei- te/Hve- te	Soy a	Solsik- kemjø l	Vit./ Miner- al-mix	”An- dre” ¹⁾
Biomar, Karmøy	30		1		1			1	1	2	1	13
Biomar, Myre	29		1		2	2	1	2	1	1		3
Ewos, Bergneset	17							1	1	1	1	3
Ewos, Florø	31						1	4	2	2	1	2
Ewos, Halsa	20							1				3
Skretting, Averøy	34	1	1		2	3		9	6	6	1	22
Skretting, Stavanger	23											
Skretting, Stokmarknes	30	1	1		1	2		1	1	1	1	3
Polarfeed, Øksfjord	5							1	1	1	2	3
SSF, Bergen							1	1	1			2
Maripro, Karmøy	2											
Ewos, Dirdal						1	1	1	1	1		1
SUM	221	2	4		6	8	4	22	15	15	7	55

¹⁾ ”Andre” inkluderer: Miljøprøver, gjær og raps

Analyseparametrar

Tabell 2. Analyseparametrar, utførande laboratorium og tal på analysar utført i 2008/2009..

Parameter	Laboratorium	Analysar		
		2007	2008	2009
I. Forbodne formidlar				
Kjøttbeinmjøl	Lab-Nett	166	120	0
Blodmjøl	Lab-Nett	166	120	0
Melamin	Eurofins	18	0	0
II. Uønska stoff, Mikrobiologi				
<i>Salmonella</i> sp.	NIFES	323	327	0
Enterobacteriaceae	NIFES	323	277	0
Gjær/Mugg	NIFES	323	277	0
Mykotoksiner	Vet. Inst.	44	40 ¹⁾	0
III. Uønska stoff, Organiske framandstoff				
PCB ₇	NIFES	105	76	25
Pesticid (inkl. DDT)	NIFES	74	62	25
Dioksin+ dioksinliknande PCB	NIFES	60	62	25
Polybromerte flammehemmarar	NIFES	40	37	25
PAH	Eurofins	24	41	25
Nitrosamin	Isconlab, Heidelberg	57	57	25
IV. Uønska stoff. Uorganiske				
Totalt As, Cd, Pb, Hg, F, Sn	NIFES	83	48	25
Uorganisk As	NIFES	30	14	10
Metyl Hg	NIFES	41	27	25
TBT	NIFES	43	21	0
V. Tilsetjingsstoff				
Astaxanthin	NIFES	58	21	0
Cantaxanthin	NIFES	58	21	0
BHA	NIFES	58	41	25
BHT	NIFES	58	41	25
Etoxyquin	NIFES	58	41	25
VI. Essensielle næringsstoff med grenseverdi				
Mineral (Fe, Zn, Mn, Cu, I, Co; Se, Mo)	NIFES	102	32	25
Vitamin A & D		20	21	0

(Tabell 2 fortset på neste side)

Tabell 2 (forts)

VII. Rederligheit av deklareerte stoff				
Fett, aske, protein, vann, fetttsyreprofil	NIFES	58	58	25
VIII. Legemidler				
Totalt av ulike stoff	NIFES	40	50	10

¹⁾ 40 prøvar analyserte for eit varierende utval av 10 parametrar avhengig av prøvetype.

Tabell 2 viser kva parametrane som har vore med i analyseprogrammet i perioden 2007 til 2009 og talet på utførte analysar for dei enkelte parametrar. Talet på analysar er langt større enn tabellen viser då nokon av nemningar er samlekategoriar, t.d. inkluderer ein dioxinanalyse+DL-PCB 29 enkeltstoff og pesticidgruppa endå fleire enkeltkomponentar. Fokus dei to siste åra har vore på stoff der det er etablert øvre grenseverdier i EU og Norge. Det gjeld bl.a. uønska stoff/organismar som mikroorganismar, tungmetall, organiske miljøgifter men også tilsetjingsstoff (t.d. astaxanthin, BHT og etoxyquin) og regelverk knytt til krav om deklarerings. Det er også inkludert fleire stoff som for eksempel polybromerte flammehemmarar der grenseverdier er forventet å koma eller det er fokus på ”carry-over” slik at ein opparbeider ein kunnskapsbase og eit talgrunnlag når desse vert innført. I hovudsak vart alle fôrprøvar også analysert for mikrobiologiske parametrar, men her vil verksemdene sine eigenkontrollar basert på kritiske kontrollpunkt utgjere langt større kontrollvolum.

Vi tok melamin ut att av programmet i 2008 sidan det ikkje har vore rapportert nye tilfelle på fiskeførsida. Men vi har halde fram analyseserien for nitrosamin som kan dannast under prosessering.

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

Analysar av næringsstoff, tilsetjingsstoff, uønska stoff vart utført fortløpande og analyseresultata rapportert til det distriktskontor i Mattilsynet der prøven vart teken. Ved funn av verdier som overstig grenseverdier vert Mattilsynet varslet umiddelbart (evt. etter reanalyse).

Som vist i Tabell 2 vart dei fleste analysane utført av NIFES, med unntak av mykotoksin som vart utført ved Veterinærinstituttet (Oslo) og blodmjøl og kjøttbeinmjøl vart analysert ved LabNett

AS (Eurofins) sitt laboratorium i Stjørdal. Nitrosaminer vart analysert ved Isconlab i Heidelberg, Tyskland og for PAH har vi også i denne perioden brukt Eurofins som underleverandør.

I overvakingsprogrammet for 2008 og 2009 vart det også inkludert analysar for eit utval lovlege eller ulovleg brukte fôrtilsette legemidlar til oppdrettsfisk. Bruk av legemiddel til fisk skal berre kunne skje etter føreskriving av veterinær eller fiskehelsebiolog. Det vart analysert for stoffa ivermektin, emamektin, 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. For kjemiske analysar vart prøvane malt til fint pulver, splitta og overført til tette flasker og fordelt til aktuelle analysar. For prøvar til mikrobiologisk undersøking, vart prøvar i uspretta emballasje sendt til analyse utan prøvesplitting.

NIFES sitt laboratorium er akkreditert av Norsk Akkreditering etter standarden ISO 17025 for ei rad kjemiske og mikrobiologiske metodar og har akkrediteringsnummer Test-50.

Prøvepreparering og analysar av mikroorganismar i fôr

I dette overvakingsprogrammet er prøvar av fullfôr, fôrråvarer eller miljøprøvar undersøkt med tanke på *Salmonella*-bakteriar, mengda bakteriar i familien Enterobacteriaceae og mengda muggsopp i prøvane. Analyseprogrammet har variert avhengig av prøvetypen. I programmet for 2009 var ikkje mikrobiologiske parametar inkluderte.

Påvisning av *Salmonella*-bakteriar vert gjennomført i fem trinn: Innveging av 25 gram prøve til oppformering i ein generell vekstbuljong, oppformering i selektiv vekstbuljong, immunologisk deteksjon ved ein ELFA metode (Enzyme Linked Fluorescent Assay, *miniVidas*), for positive prøvar også platespreiing på selektiv agar, biokjemisk undersøking og verifisering ved nasjonalt referanselaboratorium. Dette er ein kvalitativ metode, som er basert på metodestandard frå AFNOR (VIDAS *Salmonella*, Bio-12/16-09/05). Denne AFNOR metoden er i hovudsak lik gjeldande NMKL metode nr. 71, ”*Salmonella*. Påvisning i livsmedel”, men har eit ekstra initielt trinn der ein raskt kan avgjere om prøven er negativ eller positiv for *Salmonella*. Dersom prøva er positiv, vert NMKL 71 fylgd. Alle isolat frå positive prøvar vart typa ved Nasjonalt folkehelseinstitutt sitt referanselaboratorium eller ved Veterinærinstituttet i Oslo.

Påvisning av bakteriar i familien Enterobacteriaceae i fôr er basert på ein kvantitativ metode. Ei prøve på 10 gram blir homogenisert med 90 ml fortynningsvatn og ein fortynningsserie blir sett opp. Ei definert mengd frå ei passende prøvefortynning vert så støypt inn i eit selektivt næringsmedium (Fiolettraud-gallesalt-glukose agar, VRBG). Etter inkubering dannar bakteriar i familien Enterobacteriaceae koloniar med karakteristisk utsjånad. Desse vert talde og deretter undersøkt vidare biokjemisk. Prosedyren som er nytta til denne analysen 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. Ei prøve på 10 gram vert homogenisert med 90 ml fortynningsvatn og ein vidare fortynningsserie vert sett opp. Ei definert mengd frå passende prøvefortynning vert plata ut på eit selektivt næringsmedium (Dichloran-rose Bengal-Chloramphenicol agar, DRBC). Etter inkubering dannar muggsoppen koloniar med karakteristisk utsjånad. Desse vert talde. Metoden baserer seg på siste utgåve av NMKL metode nr. 98, ”*Mögel och jäst. Bestämning i livsmedel*”.

Analysar av Mykotoksiner

Aflatoksin

Metoden vert brukt til kvantitativ analyse av aflatoksinane B₁, B₂, G₁ og G₂, og summen av aflatoksiner (B₁+ B₂+G₁+G₂) i korn, kraftfôr, maisprodukt, nøter, kokos og liknande produkt med høgt feittinnhald. Metoden baserer seg i stor grad på metode evaluert i SMT-CT-96-2045-prosjektet for aflatoksin (Standard Measurement and Testing, prosjekt i EU). VI deltok i prosjektet, der i alt 48 prøvar vart undersøkte. Halvparten av disse var nøter. Metoden har vore akkreditert sidan 1996.

Aflatoksinane B₁, B₂, G₁ og G₂ vert ekstrahert frå oppmala og homogenisert prøve med acetonitril- vatn (60+40). Oppreinskinga skjer på immunoaffinitetskolonne (monoklonalt antistoff), og kvantitativ bestemming v.h.a. HPLC utstyrt med omvendt fase C18 kolonne, fluorescens detektor og spennings (Kobra) celle. KBr vert tilsett i mobilfasen. Ved å føre mobilfasen gjennom ei Kobra celle der det er lagt på spenning, vert det danna Br₂. Brom vert då addert til dobbeltbindinga i B₁ og G₁ metabolittane.

Ochratoksin A

Metoden vert brukt til kvantitativ bestemming av mykotoksinet ochratoksin A i næringsmiddel som korn- og kornprodukt (inkl. mais), kaffi, frukt- og bærprodukt, mjølk og nyrevev. Metoden har vore akkreditert sidan 1996, og baserer seg i stor grad på metoden som vart evaluert i “SMT project CT96-2045 for validation of analytical methods for Mycotoxins”.

Ochratoksin A vert ekstrahert frå mjølk, ost, frukt- og bærprodukt, og nyrevev med kloroform. Toksinet vert så tilbakeekstrahert til ei natriumbikarbonat-løysing. For korn og mais vert det ekstrahert med acetonitril - vatn (60+40, v/v), mens frå kaffi vert ochratoksin A ekstrahert frå homogenisert prøve med metanol - bikarbonat (50+50, v/v). Vidare vert ekstraktet fortynna med PBS (fosfatsalt-buffer) og reinsa på immunoaffinitetskolonne (monoklonalt antistoff). Ochratoksin

A vert bestemt kvantitativ v.h.a. HPLC utstyrt med omvendt fase C18 kolonne og fluorescensdetektor.

Zearalenon

Metoden vert brukt til kvantitativ bestemming av zearalenon i mais, korn, fôr og andre næringsmiddel, samt i produkt av animalsk opphav (vevsprøvar, blod/serum o.l.). Metoden er ikkje akkreditert. Men VI arbeider i desse dagar med innkjøring av ny metodikk der både trichothecener og zearalenon vert analysert i same metode. Det vil bli send inn søknad om akkreditering i løpet av få månadar.

Metoden baserer seg i stor grad på metode evaluert i “SMT project CT96-2045 for validation of analytical methods for Mycotoxins”. Zearalenon vert ekstrahert frå homogenisert prøve med acetonitril-vatn (75+25, v/v). Ekstraktet vert så fortynna med PBS og vert reinsa på ein immunoaffinitetskolonne (monoklonalt antistoff), og vert bestemt kvantitativt v.h.a. HPLC utstyrt med omvendt fase C18 kolonne og fluorescensdetektor. Det vert nytta α -zearalenol som internstandard.

Trichothecener (DON, NIV, HT-2 og T-2 toksin)

Metoden vert nytta til bestemming av trichothecener i korn (inkl. mais), kraftfôr, stråfôr og liknande. Metoden har vore akkreditert sidan 1996. Metoden er basert på reinsing ved bruk av MycoSep#225 kolonner frå Romers Lab. Derivatiseringsmetoden er henta frå Hans Pettersson, SLU, Sverige. I tillegg er metoden testa ut i “EU-SMT project 4-CT96-2047 Intercomparison of trichothecene analysis and feasibility to produce certified standards and reference material”.

Metoden baserer seg på ekstraksjon av prøvematerialet med acetonitril - vatn (84+16) og direkte oppreinsing av prøve-ekstraktet på ei MycosepTM #225 kolonne. Eluatet vert overført til derivatiseringsglas og dampa inn under nitrogen. Residuet blir så derivatisert med PFP-reagens med imidazol som katalysator/initiator. Alle alkoholgruppene i trichothecenane vert derivatisert og det blir danna C₂F₅-COO-. Dei derivatiserte trichothecenane vert så bestemt kvantitativt med GC-MS med elektronisering (EI+) og selektiv ionemonitoring (SIM).

Som nemnt under zearalenon, vil denne metoden verta erstatta av ein ny LC-MS metode ved VI.

Analysemetodar - metall, inklusive speciering

Bestemming av metall med ICPMS (metode nr. 197)

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 induktivt kopla plasma-massespektrometer (ICPMS). Før sluttbestemming vart prøvane dekomponert i ekstra rein salpetersyre og hydrogenperoksid og oppvarma i mikrobølgeovn (Milestone-MLS-1200). Det vart brukt kvantitativ ICPMS til bestemming av metalla: jern, kopar, sink, arsen, tinn, kadmium, kvikksølv og bly. Rhodium vart brukt som intern standard for å korrigere for eventuell drift i instrumentet og gull vert brukt som stabilisator for kvikksølvbestemminga. 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 dei sertifiserte 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 ønskeleg. God rettleik er funnen når analysert verdi av sertifisert referansemateriale fell innanfor konsentrasjonsområdet for sertifisert verdi $\pm 95\%$ konfidensintervall. For alle dei analyserte grunnstoffa låg analyserte verdiar stort sett innanfor dei sertifiserte konsentrasjonsområda. Det betyr at både systematiske og tilfeldige feil for dei ulike analysane var under kontroll.

Bestemming av uorganisk arsen (metode nr. 261)

Homogen og frysetørka prøve vart veid inn og tilsett ei løysing 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. Arsenspeciane, inkludert uorganisk arsen, vart separert på ei anionbyttekolonne (ICSep ION-120) og bestemt som $^{75}\text{As}^+$ med bruk av ICPMS som arsendetektor (Agilent kvadropol ICP-MS 7500c instrument). ICPMS instrumentet var kopla til eit HPLC-instrument, pumpe, degassar 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 vart 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 arsenspeciar vart oppdaga. Ingen sertifisert referansematerial for uorganisk arsen er førebels kommersielt tilgjengeleg 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 (Metode nr. 286)

Metoden for å analysere TBT med basisk ekstraksjon og sluttbestemming med bruk av gaskromatografi og ICPMS har blitt innkjørt og validert. Ekstraksjonen er alkalisk og føregår i mikrobølgeovn. Instrumentparametrar for denne metoden er gjevne i tabell 3.

Tabell 3. Parametrar ved bestemming av TBT ved bruk av GC og ICPMS.

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

Bestemming av metylkvikksølv med GC-ICPMS (metode nr. 260)

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

Analysemetodar, organiske miljøgifter

Bestemmelse av PCB₇ med GC-MS

To ulike opparbeidingsmetodar vart brukt for analyse av PCB₇:

1. Eigen metode for opparbeiding av PCB₇ (NIFES metode nr. 137): Frysetørka prøve vart tilsett intern standard (PCB-53) og blanda med hydromatriks før ekstraksjon med heksan på ASE 300 under heva trykk og temperatur. Fettet vart brote ned online ved at ASE-cellen vart pakka med svovelsyreimpregnert silicagel. Ekstraktet vart vidare syrebehandla med konsentrert svovelsyre for å bryte ned restar av fett.
2. Fellesmetode for opparbeiding av dioksiner og dioksinliknande PCB, PCB₇ og PBDE (NIFES metode nr. 292): Metoden vart utført som beskrive nedanfor under bestemmelse av dioksiner, furaner, non-orto PCB og mono-orto PCB.

Etter endt opparbeiding vart prøven analysert på GC-MS i SIM-modus med EI-ionisering. Kvantifiseringa av dei ulike analyttane baserast på intern standard og ein ett-punkts kalibreringskurve (lineær gjennom origo). For kvalitetssikring av metoden vart det analysert blank og kontrollprøve saman med prøven, og metoden vart prøvd i minimum ein ringtest per år.

Metoden kvantifiserar PCB-forbindingar PCB 28, 52, 101, 118, 138, 153 og 180 (PCB₇). Metoden er akkreditert. Resultatene oppnådd med felles opparbeidingsmetode (metode nr. 292) har blitt sammenlikna med resultatata fra metode nr. 137 med tilfredsstillande resultat.

Dioksin (PCDD/PCDF), non-orto-PCB og mono-orto-PCB (metode nr. 292 og 228)

Fellesmetode for opparbeiding av dioksin og dioksinliknande PCB, PCB₇ og PBDE (NIFES metode nr. 292): Homogenisert og frysetørka prøve vart blanda med hydromatriks og tilsatt ¹³C-merkede internstandardar (27 standardar for dioksin, furanar og dioksinliknande PCB, ein standard for PCB₇ og ein standard for PBDE). Blandinga vart overført til ein ASE 300 med eit lag av svovelsur kiselgel i botnen (for nedbrytning av fett) og ekstrahert med heksan under heva trykk og temperatur. Vidare oppreinsing vart gjort kromatografisk ved hjelp av PowerPrep med inn- og utkopling av tre kolonner: ein liten silica-kolonne (fjerna restar av feitt frå prøven), ei basisk alumina-kolonne og ei karbonkolonne. For vasking og eluering av kolonnene vart det brukt dei same mobilfasane som beskrive ovanfor under opparbeiding i metode 228. Mono-orto PCB, PCB₇

og PBDE vart eluert i 50 % DCM/heksan fraksjonen, mens PCDD/PCDF og non-orto PCB ble eluert i toluenfraksjonen.

Etter opparbeiding vart volumet av aktuell fraksjon redusert ved inndamping før tilsetning av ¹³C-merka kongenere som gjenvinningsstandardar (for kvalitetssikring/kontroll) før analyse på høgoppløyselig GC-MS (HRGC-HRMS) i SIM-modus med electron impact (EI) ionisering.

Metoden kvantifiserer til saman sju kongenear av dioksin (PCDD), 10 kongenear av furanar (PCDF), fire kongenear av non-orto PCB (PCB-77, 81, 126 og 169) og åtte kongenear av mono-orto PCB (PCB-105, 114, 118, 123, 156, 157, 167 og 189). Konsentrasjonen av kvar kongenear vart rekna om til toksisitetsekvivalentar, ng TE/kg våtvekt, ved å multiplisera kvar kongenarkonsentrasjon med sine respektive toksisk ekvivalensfaktorar (WHO-TEF 1998). Når summen bereknast vert konsentrasjonar som er mindre enn kvantifiseringsgrensa (LOQ) sett lik LOQ (upperbound LOQ). Metodens kvantifiseringsgrense (LOQ) avheng bl.a. av matrisa (varierende mengde prøve innvegd) og bereknast for kvar enkelt analyse. Metoden med eigen opparbeidingsmetode for dioksin (metode nr. 228) er akkreditert. Resultata oppnådd med felles opparbeidingsmetode (metode nr. 292) har blitt samanlikna med resultat frå metode nr. 228 med tilfredsstillande resultat.

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

Bestemming av polybromerte flammehemmarar (PBDE) ved GC-MS (metode 238 og 292)

To ulike opparbeidingsmetodar vart benytta for analyse av PBDE:

- 1) Eigen metode for opparbeiding av PBDE (NIFES metode nr. 238): Frysetørka prøve vart tilsatt intern standard (PBDE-139) før ekstraksjon med heksan og diklormetan i en ASE 300. Feittet vart brote ned direktekopla ved at ASE-cella vart pakka med svovelsyreimpregnert silikagel. Ekstraktet vart vidare syrebehandla med konsentrert svovelsyre for å bryte ned restar av fett.
- 2) Fellesmetode for opparbeiding av dioksin og dioksinliknande PCB, PCB₇ og PBDE (NIFES metode nr. 292): Metoden vart utført som beskriven over under bestemming av dioksin, furanar, non-orto PCB og mono-orto PCB.

Etter endt opparbeiding vart rensed ekstrakt analysert på GC-MS (Thermo Quest Trace GC 2000/Trace DSQ massespektrometer). Prøveløysingane vart injisert i kolonnen ved hjelp av prøveveksler (Thermo Quest CE Instruments AS 3000), og analysen på GC-MS vart gjort i SIM

modus med negativ kjemisk ionisering. Kvantifiseringa vart gjort ved hjelp av intern standard og ei fempunkts kalibreringskurve. For kvalitetssikring vart metoden prøvd i minimum ein ringtest (SLP) per år.

Metoden kvantifiserer sju ulike kongenerar av polybromerte difenyletere (PBDE-28, 47, 99, 100, 153, 154 og 183). Metoden med eigen opparbeidingsmetode for PBDE (metode nr. 238) er akkreditert for feit og mager fisk, fôr og oljer. Resultata oppnådd med felles opparbeidingsmetode (metode nr. 292) har blitt samanlikna med resultata frå metode 238 med tilfredsstillande resultat.

Presisjon, som intern reproduserbarheit, har vore bestemt til mellom 15 og 25 % for dei forskjellige kongenerane.

PAH (underleveranse)

I 2008 og 2009 vart alle PAH analysane utført av Eurofins. Metoden til bestemming av PAH som vart brukt av Eurofins er akkreditert. Prinsippet for metoden baserer seg først på ei forsøping, dernest på GPC oppreisning (dvs. ein molekylstørrelse kromatografi) og til slutt vart dei ulike PAH-sambindingane bestemt med GC-MS analyse. Følgjande 13 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.

Melamin (Underleveranse)

På grunn av at det var rapportert funn av melamin i dyrefôr i USA vart det analysert for melamin i enkelte prøvar av fôrråstoff frå tredjeland. Desse analysane vart analysert av Eurofins i Hamburg, Tyskland, ved hjelp av FDA metode som brukar GC-MS. Det vart analysert for 4 komponentar (kvantifiseringsgrense i parentes i µg/kg); ammeliid (<20), ammelin (<10), cyanuric syre (<10) og melamin (<5).

Nitrosamin (Underleveranse)

På grunn av mistanke om prosessdanning av nitrosamin vart det i 2008 og 2009 også analysert relativt mange fôrprøvar for nitrosamin. Laboratoriet som er brukt er Isconlab i Heidelberg, Tyskland.

Metoden er ein standardmetode utvikla av DKFZ (German Cancer Research Center). Det vert analysert for tre komponentar; NDMA = N-Nitrosodimethylamine, NDBA = N-

Nitrosodibutylamine, NDEA = N-Nitrosodiethylamine. Kvantifiseringsgrensa er 1 µg/kg for alle desse tre komponentane.

Analyse av pesticid med GC-MS (metode 380)

Prøvematerialet vart blanda med hydromatriks, tilsett intern standard (ei blanding av ¹³C merka pesticid (Cambridge Isotope Laboratories, USA)) og ekstrahert med heksan ved hjelp av Accelerated Solvent Extractor (ASE® 300™, Dionex, USA). Ekstraktet vart oppkonsentrert ved hjelp av nitrogen og varme (Turbovap II™ Zymark, USA) og deretter delt i to like delar. Vidare oppreinsing og analyse vart utført etter to ulike metodar:

1. Oppreinsing ved bruk av konsentrert svovelsyre, deretter sluttbestemming på GC-MS i EI. DDT og metabolittar, heksaklorbenzen (HCB) og pentaklorbenzen vart bestemt med denne metoden.
2. Oppreinsing ved bruk av acetonitril, 10 % heksan i acetonitril og 2 % etylacetat i heksan på eit automatisert SPE system, ASPECT™ XL4 (Gilson, Middleton WI, USA). Tre ulike SPE-kolonner vart brukt; Chem Elut™, QuEChERS og BondElut® C18. Sluttbestemming på GC-MS i NCI. Følgjande analyttar vart bestemt ved denne metoden: toksafen (26, 32, 40+41, 42a, 50 og 62), cis- og transklordan, oksyklordan, cis- og trans nonaklor, aldrin, dieldrin, isodrin, heptaklor, heptaklor A, α- og β-endosulfan, endosulfan sulfat, mirex og heksaklor sykloheksan (HCH, α-, β- og γ-isomere).

For begge metodane vart analysen utført med GC-MS (TRACE GC Ultra™/DSQ™ Single Quadrupole GC/MS, Thermo Finnigan, Bremen, Tyskland) i SIM modus. Gasskromatografen var utstyrt med ei Rtx-5ms kolonne (Restek, USA). Saman med kvar prøveserie vart det opparbeidd ei kalibreringskurve som vart nytta til kvantifisering.

Analyse av legemidlar

Oksolinsyre og flumekin (Eurofins)

Analysane av oksolinsyre og flumekin vart utførte av Eurofins ved hjelp av væskekromatografi-massespektrometri (LC-MS/MS) i positiv modus. Deteksjonsgrensa for denne metoden brukt på fiskefôr var 50 ng/g for både oksolinsyre og flumekin.

Florfenikol (metode nr. 290)

Analysar av florfenikol vart utførte etter ein fleirtrinns ekstraksjonsprosedyre for å unngå analytiske vanskar med det høge feittinnhaldet i fiskefôr. Etter ekstraksjon vart analysen

gjennomført ved LC-MS med elektropray ionisasjon (ESI). Deteksjonsgrensa for florfenikol i fiskefôr analysert ved denne metoden er 0,4 ng/g.

Emamektin og ivermektin (metode nr. 130 og 131)

Analysar av emamektin og ivermektin vart utførte etter ein fleirtrinns ekstraksjon med acetonitrill og heptan, med påfølgjande kolonneopprensing. Etter ekstraksjon og opprensing vart analysen gjennomført ved LC-MS med atmosfæretrykk kjemisk ionisasjon (APCI). Stoffa vart innbyrdes brukte som internstandard for kvarandre. Deteksjonsgrensa for emamektin og ivermektin i fiskefôr analysert ved denne metoden var høvesvis 2,5 ng/g og 25 ng/g.

Næringsstoff og antioksidantar

Retinol (vitamin A1 og A2)(metode nr. 049)

Prøvane vart forsåpa, og det uforsåpbare materialet vart ekstrahert. Vitamin A-formene vart bestemt med HPLC (normalfase) ved hjelp av UV-detektor. Innhaldet av A₁ og A₂ vart rekna ut ved hjelp av ekstern kalibrering (standardkurve). Metoden er validert og akkreditert, og bygger på CEN (Comitè Européen de Normalisation) prEN 12823-1 (1999), Foodstuffs – Determination of vitamin A by high performance liquid chromatography- Part 1: Measurement of all-trans-retinol and 13-cis-retinol.

Vitamin D (metode nr. 036)

Prøvane vart forsåpa og det uforsåpbare materialet vart ekstrahert. Prøvane vart så reinsa på ein preparativ HPLC kolonne, og 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 med bruk av UV detektor. Innhaldet vart fastsett ved hjelp av intern standard (krava til bruk av intern standard vart funne å vera 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 (metode nr. 044)

Karotenoida vart ekstrahert frå prøvane med diklormetan og etanol under kraftig mekanisk risting. Løysingsmidlane vart dampa av og prøven løyst i passande fortynningar med heksan. Prøven vart

separert på normalfase HPLC og detektert på UV-detektor ved 470 nm og analyttane vart så kvantifisert ved hjelp av ekstern standardkurve. Metoden er akkreditert.

Etoxyquin (metode nr. 229)

Prøvane vart verna mot oksidasjon initiert av lys, oksygen eller overgangsmetall ved at det vart tilsett pyrogallol, askorbinsyre og EDTA 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) og etoxyquin dimer (EQDM) vart kvantifisert ved bruk av "reverse phase" HPLC og fluorescensdeteksjon. 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 rapporterte tidlegare også deetylert etoxyquin, men som beskrive i tidlegare rapport, var vi ikkje nøgd med attvinning av denne forma. Dei oppgjevne verdiane i rapporten er summen av EQ og EQDM.

BHT og BHA (metode nr. 250 og 294)

BHT vart først ekstrahert med 0,1% askorbinsyreløysning i acetonitril. BHT vart så bestemt på HPLC (omvent fase) ved hjelp av fluoresensdetektor. Innhaldet vart berekna ved hjelp av ekstern kalibrering. Metoden er ikkje akkreditert. BHA vart også ekstrahert med 0,1% askorbinsyreløysning i acetonitril og bestemt på HPLC (omvent fase) ved hjelp av fluoresensdetektor. Innhaldet vart berekna ved hjelp av ekstern kalibrering. Berre monoforma vart bestemt av BHT og BHA. Metodane er akkreditert.

Enkeltfeittsyrer i totalfeitt (metta, einumetta og fleirumetta cis feittsyrer) (metode nr. 41)

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 metylet før feittsyreestrene vart separert og detektert på kapilarkolonne GC. Metoden er validert og akkreditert.

Totalfeitt (syreekstraksjon og hydrolyse) (metode nr. 083)

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. Løysninga vart avkjølt, og syra filtrert av. Prøven vart så tørka i varmeskap. Feittet

vart ekstrahert med petroleumbensin på Soxtec. Inndampingsresten vart vegd. 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". Frå hausten 2009 vart denne metoden endra noko vi vil beskriva i neste rapport.

Protein (metode nr. 171)

Nitrogeninnhaldet i prøven vart bestemt ved Dumas metode som baserer seg på at den biologiske prøven vart brent i eit brennkammer, alt nitrogen vert omgjort til gass og nitrogengassen sin varmeleiingsevne vart målt slik at ein får målt nitrogeninnhaldet i prøven. Proteininnhaldet i prøven vart så berekna ved å multiplisere nitrogeninnhaldet med faktoren 6,25. Analysemetoden er validert og akkreditert ved bruk av Leco FP-528 Nitrogenanalysator. Metoden krev at prøvane er godt homogenisert. Faktoren på 6,25 vil kunne variere dersom proteinråvara kjem frå andre kjelder, som til dømes melamin, bakterieprotein, einskilde plantar m.m., det bør difor vurderast om ny målemetode basert på reelt innhald av aminosyrer bør takast i bruk for å finne den sanne verdi av protein.

Aske (metode nr. 099)

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) (metode nr. 097)

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 henhald til NMKL metode nr. 23, 3. utgåve, 1991.

RESULTAT MED KOMMENTARAR

Forbodne fôrmidlar

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

For disse henviser vi til eigen rapport frå Mattilsynet.

Prosessert animalsk protein (kjøttbeinmjøl og blodmjøl)

Prosesserte animalske protein er med nokon unntak forbodne å bruka i fôr til produksjonsdyr, fisk inkludert. I 2008 vart det til saman undersøkt 120 prøvar for kjøttbeinmjøl og blodmjøl, ein nedgang frå 166 i 2007. Det vart ikkje påvist kjøttbeinmjøl eller blodmjøl i nokon prøvar mot ein i 2006 og tre i 2005. Desse var for øvrig under grenseverdi. Det er kun blodmjøl frå drøvtyggarar som er forbodne etter 29.03.2007. I 2009 var det ikkje rom for analysar av desse parametrane i det reduserte programmet.

Uønska stoff

Mikrobiologiske parametrar

I overvakingssystemet for 2009 inngjekk det ikkje mikrobiologiske analysar. I 2008 vart til saman 327 prøvar av fullfôr, fôrråstoff eller miljøprøvar undersøkt med omsyn på *Salmonella*, 211 av desse prøvane var fullfôr. I tillegg vart også 277 prøvar av fullfôr eller fôrråstoff undersøkte med omsyn på sopp og Enterobacteriaceae. Resultata for mikrobiologisk analyse er oppsummert under.

Gjeldande forskrift har mikrobiologiske grenseverdier for muggsopp, Enterobacteriaceae og *Salmonella*. For muggsopp set forskrifta ei anbefalt øvre grense på 1000 kim/g (KDE/g, kolonidannande einingar per gram) for fullfôr og 10 000 kim/g for fôrmidlar av animalsk opphav. For *Salmonella* og Enterobacteriaceae er absolutt grenseverdi høvesvis 0 og 300/g for både fullfôr og fôrmidlar av animalsk opphav.

Muggsopp

Av totalt 211 undersøkte prøvar av fullfôr hadde tre (1,4 %) eit kimal for muggsopp som var høgare enn den generelle grenseverdien i forskrifta på 1000 kim/g. I 2007 hadde 12 av 256 prøvar (4,7 %) verdier over 1000 kim/g.

I 66 prøvar av fôrråstoff hadde 36 (55 %) eit kimal for muggsopp som var høgare enn 1000 /g. I 2007 viste tilsvarende analysar at 16 av 52 prøvar (30,8 %) hadde verdier over 1000 kim/g.

Når ein finn muggsopp i fôr kan det vera ein peikepinn om feilhandtering eller feil lagring av råvarer eller det ferdige fôret. Muggsopp kan veksa og overleva i næringsmidlar og fôrvarer med låg vassaktivitet ($a_w < 0,80$), og mange artar kan også vekse i et breitt temperaturintervall. Førekost av muggsopp gir risiko for produksjon av soppgifter (mykotoksin). Mykotoksiner vert rekna som sekundærmetylitter hjå muggsopp, det vil seie stoff som vert danna som biprodukt av soppen sitt stoffskifte utan at dei er til kjend nytte for soppen sjølv. Dei viktigaste mykotoksinproduserande slektene er *Penicillium*, *Aspergillus* og *Fusarium*. Dei fleste mykotoksin er stabile overfor varme og kjemisk handsaming og nokre av dei kan være svært giftige sjølv i små konsentrasjonar.

Enterobacteriaceae

I 2008 hadde ein av 211 prøvar av fullfôr eit innhald av bakteriar i familien Enterobacteriaceae som var høgare enn den øvre grenseverdien på 300 kim/g som er sett i forskrifta. Den eine enkeltverdien var 12 100 kim/g. Ein prøve utgjør omlag 0,5 % av dei undersøkte prøvane dette året. I 2007 var tilsvarende tal 0,4 %. Det er også ei tilrådd generell grense på 10 kim/g. Til saman to av fôrprøvane undersøkt i 2008 hadde eit innhald av bakteriar i familien Enterobacteriaceae med verdier som låg over 10, men under 300 kim/g fullfôr.

Det vart også undersøkt til saman 66 prøvar av fôrråstoff, både vegetabiliske og animalske. I 40 av desse prøvane vart det funne verdier av bakteriar i familien Enterobacteriaceae over 10 kim/g, men dette vert sett på som eit mindre problem sidan dei skal gjennom ei varmhandsaming i fôrtilverkningsprosessen. For dei vegetabiliske fôrråvarene er det ikkje gitt grenseverdi i forskrifta.

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

Salmonella

Det vart påvist *Salmonella* bakteriar i ei av dei 211 undersøkte prøvane av fullfôr i 2008. Isolatet var *Salmonella enterica* serovar Mbandaka (6,7: z 10: e, n, z 15). Til saman 66 prøvar av norskprodusert fiskemjøl eller importerte vegetabiliske råvarer vart også undersøkte med tanke på førekomst av *Salmonella*. Ingen av dessa prøvane var positive for *Salmonella*.

I tillegg er det i 2008 undersøkt 50 miljø-/prosessprøvar frå deltakande anlegg. Av desse var to prøvar positive for *Salmonella*. Desse var *Salmonella enterica* serovar Senftenberg (1,3,19: g,s,t :-) og *Salmonella enterica* serovar Lexington som ikkje blei undersøkt for seroprofil.

Denne rapporten omhandlar berre dei mikrobiologiske analysane NIFES utfører på oppdrag frå Mattilsynet. Tilverkingsanlegg som produserer fiskefôr må som ein del av sitt HACCP basterte eigenkontroll system, undersøkje minst fire prøvar med omsyn på *Salmonella* i løpet av ein 14 dagers periode. Dersom *Salmonella* vert påvist, må tilverkingsanlegget rapportere dette til Mattilsynet. Resultat frå desse undersøkingane kan ein finne ved å søkje på ”Zoonoserapporten” på heimesida til Veterinærinstituttet i Oslo (www.vetinst.no).

Mykotoksin

I 2009 vart det ikkje undersøkt prøvar for mykotoksiner, medan det i 2008 vart undersøkt til saman 40 prøvar. Desse fordelte seg på 34 prøvar av vegetabiliske fôrmidlar, fire prøvar av fiskemjøl og to prøvar av ensilasje. I analysespekteret for vegetabiliske fôrmidlar inngjekk aflatoksinane B1, (0,25 µg/kg) B2, (0,10 µg/kg), G1 (0,20 µg/kg) og G2, (0,15 µg/kg), deoxynivalenol (DON) (20,0 til 40,0 µg/kg), nivalenol (30,0 til 60,0 µg/kg), HT-2 toksin (20,0 µg/kg) og T2 toksin (30,0 µg/kg), zeralenon (2,0 og 2,5 µg/kg) og , ochratoksin A (0,015µg/kg). Deteksjonsgrensene kan variera avhengig av prøvetype, og er for det einskilde toksinet vist i parentes etter kvar parameter. Dei animalske fôrmidlane ensilasje og fiskemjøl vart berre undersøkt for ochratoksin A.

For aflatoksin B1 hadde ei prøve av mais ein verdi over deteksjonsgrensa (0,42 µg/kg). Det vart ikkje påvist andre aflatoxiner (B2, G1, G2) i nokon av dei undersøkte prøvane. For deoxynivalenol (DON) hadde 13 prøvar konsentrasjonar over deteksjonsgrensa. Desse var 10 av kveitemjøl (22 til 618 µg/kg) og to prøvar av mais (185 og 617 µg/kg) og ei prøve av solsikkemjøl (25 µg/kg). For zeralenon hadde til saman 13 prøvar påvisbare konsentrasjonar. Desse var åtte prøvar av kveitemjøl (2,5 til 184,0 µg/kg), tre prøvar av mais (218 til 1403 µg/kg) og to prøvar av solsikke (2,8 og 83 µg/kg). Ochratoksin A over påvisningsgrensa vart funne i til saman

15 undersøkte prøvar. Desse var fire prøvar av kveitemjøl (0,03 til 2,3 µg/kg), to prøvar av soya (0,02 µg/kg), tre prøvar av mais (0,06 og 5,8 µg/kg), fem prøvar av solsikke (2,4 til 5,8 µg/kg) og ei prøve av raps (0,02 µg/kg). Tricotecener i klasse A (HT-2 og T2) over påvisingsgrensa vart funne i ei prøve av mais (HT-2 toksin 22 µg/kg).

Av dei fire prøvane av fiskemjøl, hadde alle prøvane ein konsentrasjon av ochratoksin A over deteksjonsgrensa (0,015 µg/kg), med verdier på 0,06 til 0,13 µg/kg .

I begge dei to prøvane av ensilasje var konsentrasjon av ochratoksin A 0,06 µg/kg. Også her var deteksjonsgrensa 0,015 µg/kg.

Organiske framandstoff - Pesticid, mm

Pesticid

Pesticid er fellesnemning for plantevernmiddele som gjennom aktiv bruk vert tilført miljøet for å verne planteproduksjonar. Sjølv om plantevern er hovudbruksområde kan dei også verte brukt blant anna i husdyr mot sopp, insekt og parasittar og i skogbruk. Mange av pesticida vert seint nedbrotne, spesielt dei klorerte, og vil i ulik grad kunna verta transportert til det marine miljø gjennom luft eller vatn og kan såleis koma inn i både marine og terrestriske næringskjeder og også nå førråstoffa til fiskefôr. Innan plantevernfeltet pågår det stadig nyutvikling av blant anna kva type middele som vert brukt i ulike produksjonar mot ulike skadegjerarar rundt om i verda og styresmakter i ulike land risikovurderar jamleg nye og etablerte middele og mange stoff vert trekt frå marknaden. Spekteret av pesticid som vart inkludert i dette overvakingsprogrammet vart utvida mykje i 2004 frå i hovudsak kun vera retta mot DDT til å inkludere stoff som aldrin, dieldrin, endrin, endosulfan, heptaklor, klordan og ulike toksafen. Vi har sidan også utvida med mirex. Desse er spesielt plukka ut fordi det er kjent at dei kan hopast opp i marint fett og fordi EU har sett grenseverdier for fleire av desse stoffa og Norge har inkorporert desse grensene i norsk fôrlovgjeving. Det er her behov for stadig å vurdere nye stoff for inkludering i overvakinga. I løpet av 2008 og 2009 har NIFES hatt ei større omlegging av analysemetodane for pesticid for å kunne utføra fleire analysar på kvar prøveopparbeiding. Då vert også kvantifiseringsgrensene endra og det kan gje enkelte utfordringar når det gjeld å samanlikna data frå år til år.

DDT

DDT vart brukt intensivt over heile verda i ein periode frå 2. verdskrig til ut på 70-talet. Stoffet er svært lite nedbrytbart og har vore vurdert som eit miljøproblem sidan slutten av 1960-talet. Vi analyserer på to isomere former av utgangsstoffet DDT (o,p- og p,p-) og dei to formene også i nedbrytingsprodukta DDE og DDD. Det vart i 2008 analysert 77 prøvar for DDT (inklusive råstoff) mens det i 2009 vart analysert 25 prøvar, alle fullfôr. Det er viktig å merka seg at sidan vi bruker "upperbound LOQ" kalkulasjon for summen av dei seks formene vil endring i kvantifiseringsgrensa spela inn på resultatata. Vi har i 2009 auka kvantifiseringsgrensa frå i området 0,2-0,3 µg/kg til 1 µg/kg for alle DDT-formene slik at minimumsverdi i prinsippet no er 6 µg/kg. Dette betyr meir for prøvar med relativt lågt innhald slik som fiskemjøl, mens det i fiskolje betyr veldig lite.

Resultata for sum DDT i fullfôr i 2008 (tabell 4) var i snitt 12 µg/kg og har vist ein nedadgåande trend dei siste åra. Snittet auka noko i 2009 noko til 15,6 µg/kg som delvis skuldast auka kvantifiseringsgrense. Men det er framleis langt lågare enn i 2005 og 2006. Grensa i Norge/EU er på 50 µg/kg i fullfôr slik at det stort sett er relativt god margin frå grenseverdien. For DDT ligg målte verdiar dog framleis relativt nær grenseverdien for mange fôrprøvar slik at her må ein følgje utviklinga nøye. Dei siste åra er også bruken av DDT i tropiske strøk tiltakande slik at ny spreing ikkje kan utelukkast.

Tabell 5 viser at sum DDT i analysert fiskemjøl i 2008 varierte frå 0,7 til 12 µg/kg med eit snitt på 5,3 µg/kg. Tilsvarende i 2007 var frå 2,2 til 17 µg/kg med eit snitt på 8,3 µg/kg. I 2006 varierte desse prøvane frå 0,6 til 20 µg/kg med eit snitt på 8,1 µg/kg. I 2005 var konsentrasjonen frå 2,3 til 15 µg/kg med eit gjennomsnitt på 7,8 µg/kg og før det fann vi i snitt på 10 µg/kg i 2004 og 7,2 i 2003. Det har dog vorte analysert relativt få prøvar i året av fiskemjøl (kun fire i 2008, ingen i 2009) og gjennomsnittsverdiar gjev eit noko skeivt bilete fordi det er relativt stor skilnad på DDT i fiskemjøl frå Nordsjøen/Atlanteren og dei som vert importert frå Sør-Amerika. Her er gjerne fiskemjøl frå europeiske havområde 10 gonger høgare i DDT enn dei frå Sør-Amerika. Dette gjer at fordelinga av prøvar frå desse to hovudområda vil vera med å bestemma konsentrasjonen.

Dette er faktisk mindre markert for fiskeoljer der vi i 2008 fann eit snitt av sum DDT på 32 µg/kg. Her er det også ein fallande trend i og med at sum DDT i fiskeolje i 2007 hadde eit snittinnhald på 59 µg/kg mot 87 µg/kg i 2006, og 95 i 2005..

Rapsolje, den vanlegaste brukte vegetabiliske olja viste eit snitt på 3,9 µg/kg i 2008 for sum DDT. Vegetabilisk olje viste, 5,0 µg/kg i 2007, 15,6 i 2006 (n=5) og 5,4 µg/kg i 2005. I 2008 analyserte vi også ei enkelt palmeolje som inneheldt 11 µg/kg av sum DDT.

Vi ser som tidlegare ulik fordeling av DDT-metabolittar. Konsentrasjonen av pp-DDE utgjer som regel rundt 50% av sum DDT i fullfôr, fiskemjøl, ensilasje og fiskeolje, medan andelen pp-DDE i vegetabilisk olje utgjorde mindre enn 25% av sum DDT. pp-DDT utgjorde ca. 10% i dei produkta som inneheld fisk. I 2006, då verdiane var ekstra høge, var det eit hopp i andel pp-DDT i vegetabilisk olje.

Tabell 4. Gjennomsnittsinnhald av ulike DDT-former ($\mu\text{g}/\text{kg}$) i fullfôr (inklusive variasjon). Sum DDT er rekna ut som "Upper Bound", dvs at verdiar lågare enn kvantifiseringsgrensa vert sett lik kvantifiseringsgrensa når dei 6 formene vert summert

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- 2009 (n=25)	1,1 (<1-3,0)	1,7 (<1-4,7)	<1,0	3,6 (1,0-11,5)	<1,0	7,2 (2,8-20)	15,6 (8,0-39)	50
Fiskefôr- 2008 (n=57)	0,8 (<0,18- 4,3)	1,9 (0,2-6,2)	0,9 (0,1-3,6)	2,5 (0,1-12)	0,5 (0,2-1,5)	5,4 (0,1-19)	11,9 (1,5-39)	50
Fiskefôr-2007 (n=22)	0,64 (<0,18- 1,9)	1,9 (0,3-6,2)	1,0 (0,2-2,9)	3,7 (0,7-8,0)	0,6 (0,2-2,9)	7,8 (1,8-18)	15,6 (4,5-39)	50
Fiskefôr-2006 (n=22)	1,0 (<0,18- 3,9)	2,7 (0,6-15)	1,2 (0,2-3,2)	4,3 (1,3-11,4)	1,1 (0,5-1,8)	8,5 (0,6-24)	18,7 (5,8-49)	50
Fiskefôr-2005 (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)	24,1 (7,1-52)	50

Tabell 5. Gjennomsnittsinnhald av ulike DDT-former ($\mu\text{g}/\text{kg}$) i fôrråstoff med vekt på fiskemjøl og oljer. Konsentrasjonsområdet er gitt i parentes. Sum DDT er rekna ut som "Upper Bound", dvs at verdiar lågare enn kvantifiseringsgrensa vert sett lik kvantifiseringsgrensa når dei 6 formene vert summert.

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)
Fiskemjøl 2008 (n=4)	0,31 (<0,18- 0,46)	0,76 (<0,24- 1,8)	0,39 (0,12- 0,91)	1,1 (0,1- 2,5)	0,25 (0,15- 0,37)	2,7 (0,46-7,0)	5,3 (0,7-12)	50
Fiskemjøl 2007 (n=10)	0,5 (<0,18- 1,2)	1,0 (<0,24- 2,6)	0,5 (0,14- 1,0)	1,6 (0,48- 3,6)	0,32 (0,16- 0,47)	4,4 (0,74-8,5)	8,3 (2,2-17)	50
Fiskemjøl 2006 (n=9)	0,5 (<0,18- 1,0)	0,8 (<0,24- 2,0)	0,8 (<0,09- 2,1)	1,7 (<,09- 5,0)	0,6 (0,20- 2,2)	3,8 (0,3-9,9)	8,1 (0,6-20)	50
Fiskemjøl 2005 (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 2008 (n=6)	0,6 (0,2-1,0)	3,6 (1,4-5,9)	4,3 (1,5-6,7)	7,0 (2,0-10)	1,2 (0,8-2,1)	15 (6,9-23)	32 (14-43)	500
Fiskeolje 2007 (n=10)	1,9 (0,3-5,5)	7,8 (1,9-18)	3,5 (1,3-6,4)	14,9 (3,4-33)	1,7 (0,7-2,5)	29 (4,4-61)	59 (13-123)	500
Fiskeolje 2006 (n=10)	2,7 (0,5-7,7)	10 (3,3-21)	5,2 (2,9-12)	22 (6,3-45)	5,1 (2,2-11)	42 (10-81)	87 (36-162)	500
Fiskeolje 2005 (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

Tab 5 forts								
Prøvar	op-DDT (µg/kg)	pp-DDT (µg/kg)	op-DDD (µg/kg)	pp-DDD (µg/kg)	op-DDE (µg/kg)	pp-DDE (µg/kg)	Sum DDT (µg/kg)	Grense (EU og Norge)
Vegetabilsk olje-Raps 2008 (n=7)	0,38 (<0,18- 1,6)	1,48 (0,28-4,0)	0,28 (0,12- 0,38)	0,54 (0,1-2,4)	0,45 (0,15- 0,9)	0,96 (0,22-3,0)	3,9 (2,0-6,2)	500
Vegetabilsk olje-Raps 2007 (n=8)	0,26 (<0,18- 0,7)	2,0 (0,8-4,1)	0,17 (<0,09- 0,5)	0,45 (<0,09- 1,2)	1,4 (0,9-2,4)	0,7 (<0,12- 1,6)	5,0 (3,2-6,8)	500
Vegetabilsk olje-2006 (n=5)	0,9 (<0,18- 1,8)	11,5 (2,3-32)	0,3 (<0,09- 0,5)	1,0 (0,6-1,5)	1,5 (0,6-2,1)	0,5 (0,13-0,9)	15,6 (4,9-37)	500
Vegetabilsk olje-2005 (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 er ei kompleks blanding av mange relativt like klorerte komponentar. I tråd med lovverket presenterer vi dette som summen av toksafenkomponentane nummerert 26, 50 og 62. Vi måler i tillegg toksafen 32, og frå 2009 også sum av toksafen 40+41 og toksafen 42, men desse inngår ikkje i summene og vert ikkje rapportert her. Analysetala er oppgitt som ”upperbound LOQ” etter same teknikk som for dioksin. For ikkje-detekterte komponentar var kvantifiseringsgrensa henholdsvis 1,0, 2,5 og 1,5 µg/kg for henholdsvis toksafen 26, 50 og 62 slik at lågaste verdi var mindre enn 5 µg/kg fram til 2008. No er den forbetra til 1,0 for dei tre komponentane og lægste rapporterte verdi i 2009 er då <3,0 µg/kg.

Tabell 6 gjev data for toksafen i fôr og fôrråstoff dei siste åra. I ferdig fôr fann vi i 2009 eit snitt på 4,9 µg/kg (variasjon frå <3 til 9,4 µg/kg) og eit snitt på 6,4 µg/kg i 2008 (variasjon frå <5 til 15 µg/kg). Dette er noko lågare enn dei to føregåande åra då vi fann eit snitt på 9,5 µg/kg med ein variasjon frå <5,0 til 26 µg/kg i 2007, mens vi i 2006 fann eit snitt på 7,8 µg/kg med ein variasjon frå <5,0 µg/kg til 30 µg/kg. Det vart målt toksafen i marine oljer i 2008 og då fann vi eit snitt på 23 µg/kg og variasjon frå <5 til 37 µg/kg. Til samanlikning fann vi i 2007 eit snitt på 31 µg/kg med ein variasjon frå <5 til 88 µg/kg (n=10), mens vi i 2006 fann eit snitt på 28 µg/kg og ein

variasjon frå <5 til 92 µg/kg. I 2005 fann vi for øvrig nøyaktig same gjennomsnittsverdi som i 2006. I vegetabilske oljer eller rapsolje vart det verken i 2005, 2006, 2007 eller 2008 detektert dei tre toksafenformene som inngår i lovverket i prøvane.

Av fiskemjøl vart det kun analysert 4 prøvar i 2008 og ingen i 2009. Snittet var rundt 6 µg/kg på dei fire (ikkje i tabell) I 2007 fann vi verdiar på mellom <5,0 og 14 µg/kg og eit snitt på 7,2 µg/kg, noko som var høgare enn snittet på 5,7 µg/kg i 2006, men lågare enn snittet i 2005 som var 8,9 µg/kg.

Grensa i EU og norsk fôrlovgeving var 100 µg/kg for sum toksafen på både ferdig fôr og alle typar ingrediensar i 2005. Dette vart i desember 2005 vedteke endra til 200 µg/kg for oljer, 50 µg/kg for ferdig fôr og 20 µg/kg for andre ingrediensar enn olje, inklusive fiskemjøl.

Klordan

Klordan har også vorte målt i programmet sidan 2005. I vurderinga av desse pesticida har vi summert formene *cis*- og *trans*- klordan pluss *cis*- og *trans*- nonaklor og også pluss oksyklordan og brukt "upperbound LOQ" summering av desse fem. Vi held fram med dette sjølv om dette nok verkeleg er "worst-case" i høve til regelverk. *Trans*-nonaklor og *cis*-klordan er som regel dei to som har flest målingar over kvantifiseringsgrensa og som då tel mest i denne summeringa.

Summen av kvantifiseringsgrensene var 4,5 µg/kg slik at <4,5 µg/kg var den lågaste verdi fram til 2008, men også her er kvantifiseringsgrensa forbetra slik at i 2009-datasettet er lågaste mogelege verdi <3 µg/kg.

Vi ser elles at det er ei relativt jamn utvikling i data for klordan i fullfôr. I 2009 fann vi i snitt 5,1 µg/kg og i 2008 6,4 µg/kg i 2007 låg snittet på 7,0 µg/kg og i 2006 7,7 µg/kg. Ingen fullfôr var i 2008 eller 2009 over grenseverdien på 20 µg/kg. I dei analyserte fiskeoljene frå 2008 var snittverdien 15 µg/kg med ein variasjon frå 4,8 til 22 µg/kg mens vi i 2007 fann eit snitt på 17,4 µg/kg med ein variasjon frå <4,5 til 51 µg/kg og eit snitt på 11,3 µg/kg og ein variasjon frå <4,5 til 28 µg/kg i 2006. Ei analysert olje var over EU-grensa i 2005, mens ingen var over i perioden 2006 til 2008. I fiskemjøl fann vi i 2008 eit snitt på 6,4 µg/kg med variasjon frå <4,5 til 10 µg/kg. I 2006 gjorde vi stort sett ikkje funn av kvantifiserbare verdiar, mens det i 2005 vart funne eit snitt på 6,6 µg/kg.

Det vart i 2008 analysert til saman 12 vegetabiliske oljer (mest raps) og ei rad vegetabiliske mjøl (mais, kveite, soya, tapioka) og ingen av desse gav utslag på ein einaste av dei fem ulike stoffa som inngår i klordannivået.

Aldrin, dieldrin, endrin, isodrin, mirex og HCB

På grunn av metodeomlegging vart ikkje dieldrin målt i 2007 eller 2008, men målt i fullfôr i 2009.

Aldrin og dieldrin vert normalt vurdert saman i toksikologisk samanheng, i og med at aldrin vert omdanna til dieldrin. Vi finn dog normalt ingen positive kvantifikasjonar av aldrin.

Nivået av dieldrin i fiskefôr i 2009 var i snitt 3,3 µg/kg og sist denne vart målt i 2006 var snittet 4,3 µg/kg (tabell 6).

Tabell 6. Gjennomsnittsinnhald av ulike pesticid (µg/kg) i fullfôr til fisk (inklusive variasjon) i 2008 og 2009. For forklaring på sum-verdiar, sjå teksten.

Prøvar	Dieldrin (µg/kg)	Sum Endo- sulfan (µg/kg)	HCB (µg/kg)	Sum klordan (µg/kg)	Sum toksafen (µg/kg)
Fiskefôr-2009 (n=24)					
Gjennomsnitt	3,3	1,0	2,1	5,1	4,9
Min	1,5	<0,9	<1,5	3,2	<3,0
Max	5,0	1,2	3,8	8,6	9,4
Fiskefôr-2008 (n=21)					
Gjennomsnitt		1,6	1,6	6,4	6,4
Min	i.a	<1,1	0,4	4,6	<5,0
Max		2,6	4,1	11	15
Fiskefôr-2007 (n=20)					
Gjennomsnitt		1,2	2,0	7,0	9,5
Min	i.a	<1,1	0,5	<4,5	<5,0
Max		1,8	5,3	17	26
Fiskefôr-2006 (n=20) ¹⁾					
Gjennomsnitt					
Min	4,3	1,3	2,3	7,7	7,8
Max	0,7	<1,1	0,60	<4,5	<5,0
	8,3	2,1	7,2	9,2	30
GRENSE	10	5	10	20	50

Endrin har ikkje vore målt sidan 2006. Då viste ingen prøvar reelle verdiar med ei kvantifiseringsgrense på 2,5 µg/kg. I 2009 har vi teke inn to nye klarerte pesticid som har vore av interesse i fisk nemleg isodrin og mirex. Ingen av desse gav kvantifiserbare verdiar i fôr i 2009 med deteksjonsgrense på høvesvis 1.5 og 0,5 µg/kg.

Av heksaklorbenzen (HCB) vart det funne eit snitt på 2,1 µg/kg i fullfôr i 2009 med ein variasjon frå <1,5 til 3 µg/kg. I 2008 var snittet på 1,6 og i 2007 på 2,0 og 2,3 µg/kg i 2006. Så her er det relativt låge verdiar, men ganske stabile over denne perioden. Det vart t.d. funne eit snitt på 2,2 µg/kg i 2004.

Heptaklor, endosulfan og HCH

To former av heptaklor, heptaklor og heptaklor-endoepoksid vart målt både i ferdig fôr, oljer og proteinråstoff i 2007. Ingen prøvar var over bestemmingsgrensene på høvesvis 2,5 og 0,5 µg/kg i 2008. I 2009 var kvantifiseringsgrensa endra til 0,9 µg/kg, men vi fann heller ikkje då reelle verdiar av dei to formene i fullfôret.

Tabell 7. Gjennomsnittsinnhald av ulike pesticid (µg/kg) i fôrråstoff, fiskeolje, rapsolje og fiskemjøl (inklusive variasjon) i 2008 og 2009. For forklaring på sum-verdiar, sjå teksten.

Prøvar	Sum				
	Dieldrin (µg/kg)	Endo- sulfan (µg/kg)	HCB (µg/kg)	Sum klordan (µg/kg)	Sum toksafen (µg/kg)
Fiskeolje 2008 (n=6)					
Gjennomsnitt	-	1,3		15	23
Min	-	<1,1		4,8	<5,0
Max	-	1,7	i.a.	22	37
Fiskeolje 2007 (n=10)					
Gjennomsnitt	-	1,6	7,6	17	31
Min	-	<1,1	1,4	<4,5	<5
Max	-	3,1	16	51	88
Fiskeolje 2006 (n=10)					
Gjennomsnitt	-	1,6	8,6	11	28
Min	-	<1,1	0,40	<4,5	<5,0
Max	-	1,9	20	28	92
Rapsolje 2008 (n=8)					
Gjennomsnitt		1,3	0,18	<4,5	<5,0
Min	-	<1,1	0,12	<4,5	<5,0
Max	-	1,7	0,23	<4,5	<5,0
Rapsolje 2007 (n=8)					
Gjennomsnitt		1,4	0,14	<4,5	<5,0
Min	-	<1,1	<0,07	<4,5	<5,0
Max	-	2,9	0,43	<4,5	<5,0
Veg. olje 2006 (n=10)					
Gjennomsnitt	-	1,6	0,14	<4,5	<5,0
Min	-	<1,1	<0,07	<4,5	<5,0
Max	-	4,1	0,43	<4,5	<5,0
GRENSE OLJER	200 ²	100	200	50	200

Tab. 7 (forts)

Prøvar		Sum Endo- sulfan (µg/kg)	HCB (µg/kg)	Sum klordan (µg/kg)	Sum toksafen (µg/kg)
Fiskemjøl 2008 (n=4)					
Gjennomsnitt	i.a.	<1,1		6,6	6,0
Min		<1,1		<4,5	<5,0
Max		<1,1	i.a.	11,3	7,7
Fiskemjøl 2007 (n=10)					
Gjennomsnitt	i.a.	<1,1	1,45	6,4	7,2
Min		<1,1	0,08	<4,5	<5,0
Max		<1,1	2,9	10,1	14
Fiskemjøl 2006 (n=10)					
Gjennomsnitt	2,8	<1,1	1,38	<4,5	5,7
Min	2,1	<1,1	0,14	<4,5	<5,0
Max	3,5	<1,1	2,7	5,5	7,5
GRENSE	10	100	10	20	20

¹⁾ n=4 for dieldrin i både fiskemjøl og fullfôr pga usikker nedre kvantifiseringsgrense

²⁾ Gjeld sum aldrin og dieldrin.

Gamma-HCH (Lindan) vart i 2008 som i 2006 og 2007 år målt med ei betydeleg lågare bestemmingsgrense enn tidlegare og kun ei olje i 2007 har gjeve utslag på kvantifiseringsgrensa på 2 µg/kg. I 2009 vart grensa ytterlegare senka til 0,9 µg/kg men det var likevel ikkje funne reelle verdiar i 25 fullfôr i 2009. I 2007 gav som nemnt ei marin olje ei måling på 2,3 µg/kg, mens alle andre målingar av fôr og ingrediensar har vore under kvantifiseringsgrensa.

Endosulfan har ein svært låg øvre grenseverdi på 5 µg/kg i fiskefôr (mot 100 µg/kg i fôr til andre dyr). Vi har sidan 2006 kunna analysere på tre ulike former og summere desse slik at vi no har fått mykje betre datagrunnlag for å vurderer mengdene i fôr. Gjennomsnittet i 2009 og 2008 var på høvesvis 1,0 og 1,6 µg/kg (tabell 7) og i 2007 var på 1,2 µg/kg og variasjonen var frå <1,1 til 1,8 µg/kg. Sjølv med ei "upperbound LOQ" vurdering av summen av dei tre formene alfa-endosulfan, beta-endosulfan og endosulfansulfat er fôra godt under grensa og den låge grenseverdien ser pr. i dag ikkje ut til å vera problematisk å halde.

PCB og Dioksin

Vi rapporterer som i tidlegare rapportar resultatata for PCB som summen av følgjande sju av i alt 209 kongenarar: PCB-28, PCB-52, PCB-101, PCB-118, PCB-138, PCB-153 og 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 planare PCB-kongenarar (totalt 12 dioksinliknande PCB) vert målt saman med dioksin der ein kongener (PCB-118) er overlappande, og vert rapportert i begge stoffgrupper.

Det vart analysert 57 fôrprøvar for PCB₇ i 2008 som i 2007 mot 54 i 2006 og 46 i 2005 (tabell 8). I 2009 vart det målt 25 prøvar av fullfôr. Resultata i fullfôr i 2008 varierte frå 2 til 27 µg/kg med eit snitt på 7,9 µg/kg. Dette var ein nedgang frå 2007 då middelvarden var 9,2 µg/kg og vidare ein nedgang frå 12,0 µg/kg begge dei to føregåande år (2006 og 2005). Men så såg vi igjen ein auke til eit snitt på 13,9 µg/kg i 2009. Dette var om lag på linje med 2002 då PCB₇ varierte frå 4 µg/kg til 22 µg/kg fullfôr med ein middelvardi på 14 µg/kg fullfôr slik at det ikkje er nokon veldig klar trend her. PCB viser seg også å vera svært langsam når det gjeld å få reduksjonar i marint miljø.

I fiskemjøl analyserte vi kun 4 prøvar i 2008 og ingen i 2009. Snittet på prøvane frå 2008 var 3,4 µg/kg, men her må det kommenterast at snittverdi ikkje alltid gjev eit godt bilete. To av dei fire prøvane var frå Sør-Amerika og viste eit snitt på rundt 0,45 µg/kg og to var frå våre farvatn og viste eit snitt på rundt 6 µg/kg. Då vil også konsentrasjonen i eit gjennomsnitt vere veldig avhengig av kva type som vert teken ut og små prøveseriar er svært følsame for kva som er på lager ved prøvetaking. Snittet for dei noko større seriane av fiskemjøl målt for PCB₇ i 2007 var på 5,1 µg/kg, nøyaktig det same som året før. Det ser ut til at det er relativt små utslag frå år til år. Variasjonen i 2007 var frå 0,9 til 9,9 µg/kg, mot 1,2 til 11,5 µg/kg i 2006, og frå 2,8 til 9,7 µg/kg i 2005. I 2004 var gjennomsnittet av 5 prøvar på 6,7 µg/kg og i 2003 vart det funne ein middelvardi på 5 µg/kg.

Tabell 8. 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 fôråstøff. 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-118 ^{a)} (µg/kg)	PCB-138 ^{b)} (µg/kg)	PCB-153 (µg/kg)	PCB-180 (µg/kg)	Sum PCB ₇ (µg/kg)
Fiskefôr-2009 (n=25)	0,47	1,0	2,4	1,7	3,7	3,7	0,97	13,9 (4,4-44)
Fiskefôr-2008 (n=57)	0,33	0,63	1,3	1,3	1,9	2,0	0,50	7,9 (2,0-27)
Fiskefôr-2007 (n=57)	0,53	1,2	1,6	1,3	2,0	2,2	0,40	9,2 (1,6-29)
Fiskefôr-2006 (n=54)	0,45	1,7	1,9	1,6	2,8	3,0	0,60	12,0 (3,3-32)
Fiskemjøl, 2008 (n=4)	0,17	0,32	0,70	0,50	0,90	0,88	0,24	3,4 (0,25-8)
Fiskemjøl, 2007 (n=9)	0,30	0,63	0,85	0,69	1,1	1,3	0,25	5,1 (0,9-10)
Fiskemjøl, 2006 (n=8)	0,18	0,95	0,84	0,68	1,1	1,2	0,27	5,1 (1,2-12)
Fiskeolje-2008 (n=6)	1,4	2,5	4,4	2,7	4,4	4,7	0,9	21 (5,5-34)
Fiskeolje-2007 (n=10)	2,1	5,4	6,7	4,8	9,3	9,7	1,7	40 (4,0-76)
Fiskeolje-2006 (n=9)	2,1	10,1	9,1	6,7	12,3	13,5	2,9	57 (11-109)
Rapsolje 2008 (n=8)	0,30	0,15	0,45	0,63	0,51	0,39	0,17	2,4 (1,2-5,8)
Rapsolje 2007 (n=8)	0,74	0,91	0,25	1,0	0,30	0,62	<0,15	4,0 (1,6-8,5)
Vegetabilsk olje 2004-data (n=5)	0,19	0,15	0,37	3,8	0,98	0,69	0,08	6 (4,1-11)

I 2008 vart det analysert 6 prøvar av fiskeolje mot 10 i 2007 og altså ingen i 2009. Vi fann i 2008 eit snitt på 21 µg/kg mot eit snitt på 40 µg/kg i 2007 og såleis ein nedgang frå året før. Med utgangspunkt i snittet for desse to åra og ein bruk av rundt 30% av berre marin olje i fiskefôret ville ein såleis ha fått eit bidrag på 10 µg PCB₇/kg i ferdig fôr berre frå olja. I rapsoljene som vart analysert var PCB-konsentrasjonen rundt 10% av det som ein finn i dei marine oljene. Interessant nok vart det i 2008 analysert ein enkelt palmeoljeprøve og den viste 10 µg/kg og altså midt i mellom rapsoljer og fiskeolje.

Norge og EU har førebels ingen øvre grenseverdi for ikkje-dioksinliknande PCB i fiskefôr, men det har det siste året versert ulike forslag til å setje slike grenser. Med dei forslag som ligg føre vil

det verte valt å setje grense for PCB₆ der PCB-118 er teken av PCB₇ – lista i og med at den også inngår i dioksinanalysen. Normalt utgjer PCB-118 rundt 15% av PCB₇ i marine prøver slik at vi alt no kan vurdere om ulike forslag til grenseverdier vert å vurdere som problematiske ut frå at vi har lange tidsseriar for PCB₇ i fiskefôr og råstoff.

Dioksin

Det vart også i 2008 analysert 57 prøvar av fullfôr for dioksin og dioksinliknande PCB og i 2009 vart 25 prøvar av fullfôr analysert. I 2007 og 2006 vart det analysert 56 fullfôr for dioksin og dioksinliknande PCB (tabell 9) i fullfôr. Dioksin som presentert her inkluderer sum polyklorerte dibenso-p-dioksin (PCDD) og sum polyklorerte dibensofuraner (PCDF). Resultata er presentert som ”upperbound LOQ” dvs at for kongenerar som ikkje gjev utslag vert LOQ brukt som verdi. Når det gjeld sum DL-PCB så er det summen av både non-orto PCB (4 stk) og mono-orto PCB (8 stk) og dei også multiplisert med sine 1998-TEF verdier og summert. Også her er det ”upperbound LOQ” som vert brukt.

Resultata for dioksin (sum PCDD/PCDF) varierte i 2007 frå 0,10 til 1,5 ng TE/kg med eit snitt på 0,64 ng TE/kg gitt som WHO-toksiske ekvivalentar (TE). I dei to åra vi rapporterer for no har faktisk verdien i snitt auka i fullfôr (tabell 9) først til 0,74 i 2008 og vidare til 1,06 i 2009. I 2006 var snittet på 0,57 og i 2005 0,54 ng TE/kg. Auken her var jo uventa ut frå at det same skjedde med ikkje-dioksinliknande PCB. Men det er tydeleg at den minkande trenden vi har sett ikkje har halde fram. Ingen fôrprøvar i 2008 og 2009-programet hadde dioksininnhald høgare enn den øvre grenseverdien på 2,25 ng TE/kg som gjeld i Noreg og EU (tabell 10).

Tabell 9 viser vidare at sum mono-orto og non-orto PCB gav eit gjennomsnitt på 0,7 ng TE/kg i 2008 og 1,3 ng TE/kg i 2009 med ein variasjon frå 0,41 til 3,5 ng TE/kg. I 2007 var snittet på 1,2 med ein variasjon frå 0,18 til 3,2 ng TE/kg. Tilsvarende i 2005 var 1,5 ng TE/kg med ein variasjon frå 0,48 til 3,6 ng/kg. Total TE i fullfôr viste i 2009 i snitt på 2,4 ng/kg mot 1,5 i 2008 og 1,9 ng/kg i 2007. Gjennomsnittet var altså for første gong under 2,0 ng TE/kg i 2007 og gjekk vidare ned i 2008 for så å stige igjen i 2009. Men ingen enekeltverdier har vore over denne grensa dei siste to åre. Vi ser vidare at dioksinliknande PCB (DL-PCB) dei to siste åra har betydd relativt mindre for total TE enn tidlegare år.

Tabell 9. Innhold 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 (1998) i ng/kg (upperbound-LOQ).

Prøve	Sum PCDD/PCDF (ng TE/kg ^a)	Sum DL-PCB (ng TE/kg ^b)	Sum Totalt (ng TE/kg)
Fiskefôr 2009 (n=25)			
Gjennomsnitt	1,06	1,3	2,4
Min.-maks.	(0,43-1,9)	(0,41-3,5)	(1,0-5,3)
Fiskefôr 2008 (n=57)			
Gjennomsnitt	0,74	0,71	1,5
Min.-maks.	(0,16-1,5)	(0,22-1,7)	(0,42-3,2)
Fiskefôr 2007 (n=56)			
Gjennomsnitt	0,64	1,2	1,9
Min.-maks.	(0,10-1,5)	(0,18-3,2)	(0,28-4,7)
Fiskefôr 2006 (n=56)			
Gjennomsnitt	0,57	1,42	2,0
Min.-maks.	(0,14-1,5)	(0,55-3,7)	(0,77-5,1)
Fiskefôr 2005 (n=57)			
Gjennomsnitt	0,54	1,53	2,1
Min.-maks.	(0,08-1,4)	(0,48-3,6)	(0,70-4,9)
Fiskefôr 2004 (n=48)			
Gjennomsnitt	0,74	1,90	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.	(0,26-2,5)	(0,62-3,8)	(1,1-5,6)
Fiskemjøl 2006 (n=10)			
	0,33	0,68	1,01
	(0,09-0,65)	(0,10-1,6)	(0,24-2,3)
Fiskemjøl 2005 (n=8)			
	0,46	0,69	1,15
	(0,12-0,73)	(0,07-1,3)	(0,19-1,9)
Fiskeolje 2006 (n=9)			
	2,7	6,0	8,7
	(0,33-4,6)	(2,1-11)	(2,9-15)
Fiskeolje 2005 (n=6)			
	2,4	4,6	7,3
	(0,26-5,2)	(1,7-6,7)	(2,0-12)
Premix 2008 (n=5)			
	0,21	0,02	0,23
	(0,11-0,35)	(0,00-0,02)	(0,13-0,37)
Premix 2007 (n=4)			
	0,48	0,15	0,63
	(0,08-1,4)	(0,04-0,41)	(0,12-1,46)
Vegetabilsk olje			
2004 (n=5)	0,17	0,17	0,34
	(0,09-0,43)	(0,02-0,63)	(0,12-1,1)

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

^{b)} Non-orto PCB kongenerar (IUPAC code PCB 77, 81, 126 og 169) og Mono-orto PCB kongenerar (IUPAC code PCB 105, 114, 118, 123, 156, 157, 167, 189)

Vi har i dette programmet ikkje kunna fylgje opp med nye analysar av marine oljer som sist vart målt i 2006 til 8,7 ng TE/kg (7,3 ng TE/kg i 2005), altså godt under grenseverdi på 24 ng/kg. Det var då likevel verdt å notere at vegetabilsk olje låg på 1/20 av denne verdien.

Av råvarer vart det i 2007 og 2008 kun analysert høvesvis 4 og 5 prøvar av premix. Dette vart gjort ut frå at det har vore tilfelle av forhøgja dioksin i mineralmix til husdyr. I dette materialet var dog dioksinkonsentrasjonen låg med eit snitt på 0,63 ng TE/kg i 2007 og 0,23 ng TE/kg i 2008 slik at desse bidreg lite til total TE i fôret ut frå desse målingane.

Tabell 10. Gjeldande grenser for dioksin og dioksinliknande PCB i på fôrområdet EU og Norge.

Matriks	Grense i Norge + EU 2005 PCDD+PCDF	Nye grense i tillegg til grenser i førre 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

Dersom EU sin ståande komité for fôrvarer vel å senka grensa ytterlegare med 25% som er varsla, vil dette også kunne gå greitt i høve til dei verdiane vi i dag finn. Vidare kan det verte justeringar i og med at faktorane som vert brukt i utrekning av TE er revidert frå WHO si side frå dei såkalla TE-1998 til TE-2005. Dette vil redusera TE noko i høve til dagens verdiar på ein gjeven analysert verdi i marine fôr og fôrmidlar. For detaljar her sjå på Vitskapskomiteen si heimeside (www.vkm.no).

Polybromerte flammehemmarar (PBF)

Det er fire hovudklasser av polybromerte flammehemmarar i bruk: tetrabromobisfenol A (TBBP-A), heksabromsyklododekan (HBCD), polybromerte difenyletere (PBDE), og polybromerte bifenyler (PBB). PBB har vore lite i bruk i Europa og er no også forbode i USA. Vi rapporterer kun PBDE i denne rapporten

Det har dei siste åra vore stort fokus på PBDE-sambindingar i fôr og mat og også i humane prøvar. Det er 209 forskjellige kjemiske former (kongenarar) av PBDE, namngitt i høve til tal på

bromatom og desse si plassering i ringstrukturane. Den mest utbreidde kongeneren som fins i menneske og i naturen er PBDE-47, men også PBDE-99 og 100 er vanlege. Vi måler også PBDE kongenerane 28, 153, 154 og 183 og summerer dette som PBDE₇. Tabell 11 viser gjennomsnittsinnhaldet (og minimum og maksimum nivå) av PBDE kongenarar (PBDE-28, 47, 99, 100, 153, 154, og 183) i fullfôr. Vi analyserte i 2007 ytterlegare tre kongener, 66, 119 og 138 for å få meir kunnskap om fordeling. Av desse vart PBDE-66 funne i dei fleste fôrprøvar, mens dei to andre i hovudsak gav verdiar mindre enn LOQ.

Vi har framleis valt å gje resultata som "upperbound LOQ" og dette er ei form for "worst case" rapportering som er i tråd med vedteken strategi for dioksin. Denne vert ikkje nødvendigvis følgt av andre for PBF. LOQ for metoden varierer frå 0,01 til 0,03 µg/kg og såleis var lågast mogelege rapporterte verdi i "upperbound LOQ" for sum PBDE₇ frå 0,08 i fullfôr til 0,21 µg/kg i marine oljer.

Resultata for analysar i fullfôr (tabell 11) viser at sum PBDE i fullfôr frå høvesvis 2008 og 2009 var 1,02 og 1,05 µg/kg. Variasjonen i prøvane var frå 0,3 til 3,4 µg/kg i 2009 og frå 0,25 til 2,1 µg/kg i 2008. Året før varierte konsentrasjonen frå 0,35 til 3,2 µg/kg med eit snitt på 1,6 µg/kg. Gjennomsnittskonsentrasjonen har minka mykje frå 2007 til 2008 og 2009. Tidlegare år var snittverdiane i fullfôr 1,4 µg/kg i 2006, 2,4 µg/kg i 2005 og 3,1 µg/kg i 2004. Ut frå at organiske miljøgifter ofte samvarierer kunne ein ha forventet ein liten auke frå 2008 til 2009 i fullfôr sidan vi fann dette i PCB og dioksininnhaldet, men det ser vi altså ikkje.

Det er berre i 2008 det er tilkome nye data på formiddelsida (tabell 12). Vi såg då at vi hadde ein nedgang i PBDE₇-innhald frå 2007 då vi målte 6,9 µg/kg til 2008 då vi fann eit snitt på 3,1 µg/kg, men vi ser også at innhaldet i marine oljer viser relativt stor variasjon både innan eit år og mellom år. I 2006 var den høgaste målte konsentrasjonen på 12 µg/kg og om lag 50 gonger høgare enn den lågaste olja med sum PBDE på 0,24 µg/kg. I fiskemjøl, som vart analysert for fjerde gong i 2008 fann vi denne gongen eit snitt (±SD) på 0,71 µg/kg ned frå eit snitt på 0,71 µg/kg i 2007 men klart opp frå den låge snittverdien på kun 0.3 ± 0.4 µg/kg i 2006. Første gong det vart målt for PBDE i dette programmet var i 2005 og då var snittverdien for sum PBDE $0,83 \pm 0,51$ µg/kg. Det vart også målt PBDE i vegetabilske oljer i 2008 (tabell 12). Vegetabilske oljer har svært låge nivå av sum PBDE₇ og dei målte verdiane låg i snitt på under 1/20-del av snittverdien i fiskeoljer.

Kongenerprofilen viste at PBDE-47 var den dominerande kongeneren og den utgjør om lag 60-70% av sum PBDE i fiskefôr. Denne høge andelen av PBDE-47 av sum PBDE er tilsvarende den som er funne i laksefilet. Vi har tidlegare vist at denne kongenerfordelinga ikkje gjeld i same grad for vegetabilsk olje (Maage et al., 2007).

Også HBCD var målt både i fiskefôr og i fôrråstoff i 2008. I år fekk vi kun mindre-enn verdier for HBCD med kvantifiseringsgrense på 1 µg/kg i fôr, 2 µg/kg i planteoljer, mens kvantifiseringsgrensa i marine oljer framleis var på 5,0 µg/kg. Mens det tidlegare år har vore ei og anna olje over grensa fann vi ingen i 2008.

Det er framleis ikkje sett grenseverdier verken nasjonalt eller i EU for bromerte flammehemmarar verken i fôr, fôringrediensar eller mat. Men EFSA har vore aktive på feltet og data frå NIFES blant anna i dette programmet har vore spelt inn slik at vi har kunne bidrege med å fagleg grunnlag for kva ein kan forventa å finne.

Det er likevel framleis viktig å følge utviklinga i konsentrasjon av bromerte flammehemmarar nøyre i og med at dette er stoff som framleis er i aktiv bruk. EU har vedteke restriksjonar på enkelte grupper av desse stoffa. Bruken av TBBP-A er forholdsvis stor i Asia i høve til Europa og Amerika, og med aukande handel og transport er det viktig å prøve å få denne substansen med på måleprogrammet.

Polyaromatiske hydrokarbon (PAH)

Det vart utført nokre få analysar av PAH i programmet i 2004, og frå 2005 har PAH vore fast med i programmet med analysar både av fullfôr og også for enkelte prøvar av fôrkomponentar. I 2004 og 2005 vart analysar også utført på NIFES, men av ulike grunnar har analysane frå 2006 vorte utført av underleverandør (Eurofins). Både i 2008 og 2009 vart det analysert over 20 prøvar for fullfôr. I 2008 vart det også analysert for ein del fôrråstoff.

Tabell 13. PAH i fullfôr til fisk prøvetekne i 2007, 2008 og 2009. Alle verdiar i µg/kg. Reelle verdiar viser kor mange verdiar som var over kvantifiseringsgrensa for den aktuelle analytt (0,5 µg/kg). N for dei ulike år framkjem av oppsettet av reelle verdiar.

Komponent	Fullfôr-2009		Fullfor-2008		Fullfôr 2007	
	Variasjon µg/kg	Reelle Verdiar	Variasjon µg/kg	Reelle Verdiar	Variasjon µg/kg	Reelle Verdiar
Fluorene	<0,5-9,1	21/25	<0,5-15	14/21	<0,5-11	8/11
Fenantren	2,6-77	25/25	<0,5-24	20/21	<0,5-14	11/11
Antracen	<0,5-2,3	5/25	<0,5-3,2	11/21	<0,5-2,0	7/11
Fluoranten	1,1-6,1	25/25	<0,5-6,5	18/21	0,6-5,8	11/11
Pyren	0,7-15	25/25	<0,5-7,1	18/21	<0,5-3,6	9/11
Benzo[a]antracen	<0,5-1,4	20/25	<0,5-1,3	5/21	<0,5-0,7	1/11
Benzo[b]fluoranten	<0,5-0,5	2/25	<0,5-0,7	1/21	<0,5	0/11
Benzo[k]fluoranten	<0,5	0/25	<0,5	0/21	<0,5	0/11
Benzo[a]pyren	<0,5-0,7	1/25	<0,5-0,8	2/21	<0,5	0/11
Indeno[1,2,3-cd]pyren	<0,5	0/25	<0,5	0/21	<0,5	0/11
Diebenzo[a,h]antracen	<0,5	0/25	<0,5	0/21	<0,5	0/11
Benzo[g,h,i]perylene	<0,5	0/25	<0,5-0,8	3/21	<0,5	0/11
SUM av kvantifiserte snitt ± SD	22 ±27		17 ±13		20 ±10	

Det er spesiell interesse knytt til dei tyngre og kreftframkallande PAH-komponentane der benzo(a)pyren har vore brukt som indikator for denne gruppa også på total PAH. Det er innført grenser for benzo(a)pyren i mat, men til no ikkje i fôr. Det er pr. dags dato ein diskusjon i relevante EU-organ på om grenseverdiar skal setjast for sum av fleire PAH, mest truleg fire.

Det vi generelt ser er at det er ein viss konsentrasjon av dei lettare PAH-sambindingane slik som fluoren, fenantren, fluoranten og pyren. I fullfør var snittet av fenantren, som er den vi har kvantifisert mest av, 12 µg/kg i 2009 og 7,1 i 2008. I 2007 var innholdet av denne komponenten 8 µg/kg. Det er få kvantifiseringar av benzo(a)pyren (sjå tabell 12).

Tabell 14. PAH i fôrmidlar analysert i 2008. Alle verdiar i µg/kg. Reelle verdiar viser kor mange verdiar som var over kvantifiseringsgrensa for den aktuelle analytt (0,5 µg/kg) . N for dei ulike år framkjem av oppsettet av reelle verdiar.

Komponent	Vegetabilske oljer 2008		Fiskeoljer 2008		Fiskemjøl 2008	
	Variasjon µg/kg	Reelle Verdiar	Variasjon µg/kg	Reelle Verdiar	Variasjon µg/kg	Reelle Verdiar
Fluorene	0,9-29	8/8	5,4-36	6/6	<0,5-5,9	3/4
Fenantren	6-160	8/8	8-81	6/6	3,8-46	4/4
Antracen	0,6-303	8/8	0,8-4,5	6/6	<0,5-6,3	2/4
Fluoranten	1,0-51	8/8	2,5-7,3	6/6	0,7-5,8	4/4
Pyren	5,9-65	8/8	1,9-19	6/6	<0,5-13	3/4
Benzo[a]antracen	<0,5-10	7/8	<0,5-1,3	1/6	<0,5-1,9	2/4
Benzo[b]fluoranten	<0,5-6,1	7/8	<0,5	0/6	<0,5-0,5	1/4
Benzo[k]fluoranten	<0,5-7,5	6/8	<0,5	0/6	<0,5	0/4
Benzo[a]pyren	<0,5-9,3	7/8	<0,5	0/6	<0,5-0,6	1/4
Indeno[1,2,3-cd]pyren	<0,5-5,4	7/8	<0,5	0/6	<0,5	0/4
Diebenzo[a,h]antracen	<0,5-0,7	1/8	<0,5	0/6	<0,5	0/4
Benzo[g,h,i]perylene	<0,5-6,8	7/8	<0,5	0/6	<0,5	0/4
SUM av kvantifiserte snitt ± SD	90 ±126		68 ±53		28 ±39	

Vi ser som tidlegare at når det gjeld PAH, i motsetnad til dei fleste andre organiske miljøgifter, så er det høgare konsentrasjonar i vegetabilske oljer enn i fiskeolje. Dette gjeld også indikatorkomponenten benzo(a)pyren som vi ikkje detekterte i seks prøvar av fiskeolje, mens vi fann kvantifiserbare mengder i 7 av 8 prøvar av vegetabilske oljer (raps). I vegetabilske oljer fann vi ein snittkonsentrasjon på 2,1 µg/kg av denne i 2008 mot 3,1 µg/kg i 2006 og dei to målingane i

2007 var på same nivå som i 2006 (3,0 µg/kg). I fiskeoljer fann vi ein kvantifisering ved analyse av fen oljer i 2007 og altså ingen i 2008.

Vi presenterer i tabell 14 også data på fiskemjøl (N=4) som basert på desse få data var høgare enn det vi fann i 2007. Då vart det analysert 10 prøvar av fiskemjøl og vi hadde bl.a. ingen reelle verdiar for BaP (mindre enn 0,5 µg/kg), mens vi no fann i ein av fire.

Nitrosaminer

I og med at deteksjonsgrensa for det mest vanlege nitrosaminet, N—Nitrosodimethylamin (NDMA) er så låg som 1 µg/kg fann vi positive verdiar for dei fleste av dei 57 analyserte fiskefôra i 2008. Gjennomsnittet låg på 33 ± 34 µg/kg med ein variasjon frå 1,3 til 153 µg/kg. I 2009 vart alle dei 25 prøvetekne fullfôra analysert og vi fann eit snitt på 24 ± 19 µg/kg med ein variasjon frå 2,5 til 72 µg/kg. I 2007 vart 56 fullfôr analysert for nitrosamin og vi fann eit snitt på 23 µg/kg med ein variasjon frå <1 til 145 µg/kg. Det var då tre verdiar over 100 µg/kg mens det i 2008 var to og altså ingen i 2009. Det er framleis lite data tilgjengeleg i fôr for å vurdere om dette er høgt eller lågt.

Uorganiske framandstoff/metall

Mineral og tungmetall vert beskrive to ulike stader i rapporten. Dei som vert omtala i denne første delen er dei grunnstoffa som primært er uønska, og som det ikkje er vist essensialitet for og som også i EU vert behandla etter direktiv for uønska stoff. Dei elementa som er essensielle vert handsama som aktuelle eller potensielle tilsetjingsstoff lenger bak i rapporten.

Speciering av uorganiske stoff

Mens ein tidlegare kun målte totalmengda av uorganiske stoff har ny kunnskap og nye analysemetodar ført til at ein i langt større grad også forsøker å finne ut kva kjemisk form grunnstoffet fins i ulike biologiske samanhengar. For enkelte av dei stoffa det har vore mykje fokus på slik som kvikksølv og arsen, er kjemisk form veldig vesentleg for vurderinga av skade av ulike mengder.

Arsen (total arsen og uorganisk arsen)

Vi har handsama arsen relativt grundig i dei føregåande årsrapportane (jmf. Måge m. fl., 2007, Måge m. fl. 2006 og Måge m. fl., 2005) på grunn av interessa for grunnstoffet og det faktum at mange fullfôrprøvar har vore over grenseverdien på 6,0 mg/kg dei siste åra. Sjølv om grensa i 2010 vert heva til 10 mg As/kg i fullfôr så var grensa på 6 mg / kg i 2008 og 2009. Det vart i 2008 og 2009 analysert høvesvis 21 og 25 prøvar av fullfôr for total arsen og uorganisk arsen (tabell 15). Snittverdien var høvesvis 3,6 og 2,4 mg As/kg. Mens middelerdien var på 4,0 mg/kg fullfôr i 2007. Begge åra var det ein verdi over grensa, men dersom ein tek omsyn til måleusikkerheit ville det ikkje ver grunnlag for å stoppe parti. Middelerdien ser ut til å visa ein synkande trend sidan den var på 4,7 mg/kg i 2006, 5,4 mg/kg i 2005. Den synkande gjennomsnittsverdien reflekterer i hovudsak truleg innblanding av vegetabiliske oljer med lågt arseninnhald og også vegetabilisk protein. Norge har tidlegare foreslått overfor EU å endra denne grenseverdien til 10 mg/kg og det skjer i desse dagar. Då har ein teke høgd for normal førekomst av arsen i marine fôringrediensar.

Innhaldet av arsen i fiskefôr skuldast bidra frå marine fôringrediensar både fiskemjøl og fiskeolje (tabell 16).

Uorganisk arsen vart målt i 10 fôrprøvar i 2009 og 14 i 2008. Nivået er i same område som funne tidlegare år, rundt 0,02 mg/kg slik at det er godt under 1% av total arsen som er uorganisk arsen, som vi har funne tidlegare.

Tabell 15. Innhald av sporelementa arsen, kadmium, kvikksølv, bly, tinn og fluor i fiskefôr 2007 2008 og 2009. Spasieringsdata er presentert for arsen, kvikksølv og tinn oppgjeve som mg/kg prøve. I tillegg er % metyl-kvikksølv av total-kvikksølv oppgjeve.

Spormetall	År	Tal analysar (N)	Gjennomsnitt (mg/kg)	Min. (mg/kg)	Maks. (mg/kg)	Grenseverdi -88 % ts- (mg/kg)
Arsen, tot	2007	22	4,0	2,3	8,7	6,0
Arsen, tot	2008	21	3,6	1,9	6,2	6,0
Arsen, tot	2009	25	2,4	0,7	6,4	6,0
Arsen, uorg.	2007	18	0,022	0,003	0,044	-
Arsen, uorg.	2008	14	0,024	<0,003	0,051	-
Arsen, uorg.	2009	10	0,018	0,010	0,034	-
Kadmium	2007	22	0,28	0,10	0,61	1,0
Kadmium	2008	21	0,34	0,09	0,72	1,0
Kadmium	2009	25	0,32	0,17	0,61	1,0
Kvikksølv	2007	22	0,042	<0,029	0,12	0,1
Kvikksølv	2008	21	0,053	<0,030	0,20	0,1
Kvikksølv	2009	25	0,036	<0,030	0,10	0,1
Metyl-Hg	2007	22	0,036	0,010	0,11	-
Metyl-Hg	2008	21	0,041	0,010	0,17	-
Metyl-Hg	2009	22	0,036	0,010	0,11	-
Me-Hg (%)	2007	22	83 %	35 %	109 %	
Me-Hg (%)	2008	21	74 %	33 %	140 %	
Me-Hg (%)	2009	25	79 %	33 %	100 %	
Bly	2007	22	0,09	<0,04	0,48	5,0
Bly	2008	21	0,11	<0,04	0,56	5,0
Bly	2009	25	0,07	<0,04	0,15	5,0
Tinn (Sn)	2007	22	0,046	<0,04	0,11	-
Tinn (Sn)	2008	22	0,042	<0,04	0,07	-
Tinn (Sn)	2009	25	0,040	<0,04	0,05	-
TBT-Sn	2007	22	0,003	<0,003	0,008	-
TBT-Sn	2008	21	0,003	<0,003	0,007	-
Fluor	2007	22	38	16	70	150
Fluor	2008	21	40	17	87	350
Fluor	2009	25	32	23	64	350

Kadmium (Cd)

I 2005 kom kadmium i fiskefôr i fokus i samband med saka om kadmiumforureina sinksulfat som førte til kadmiumkontaminert fôr. Kadmiuminnhaldet i fullfôr i 2008 og 2009 er gjeve i tabell 15 og for fôringrediensar i tabell 16. Resultata for fullfôr viste eit snitt på høvesvis 0,32 og 0,34 mg/kg i 2009 og 2008. Variasjonen i kadmium i fôr i desse to åra har vore mellom 0,09 og 0,72 mg/kg slik at med ein grenseverdi på 1,0 mg/kg ser det ut til å gå greitt med å halde grenseverdien.

Kadmiuminnhaldet i fiskemjøl varierte frå 0,26 mg/kg til 1,2 mg/kg prøve i 2008 med eit gjennomsnitt på 0,69 mg/kg, samanlikna med eit snitt på 0,50 i 2007 mg/kg, 0,53 i 2006 mg/kg, 0,44 mg/kg i 2005 og 0,39 i 2004. Vi har tidlegare påpeika ei bimodal fordeling av kadmium i fiskemjøl. I 2007 låg 10 prøvar rundt 0,2 mg/kg, mens 10 låg i området frå 0,5 mg Cd/kg til 1,7. Prøvane frå 2008 fell inn i dette mønsteret sjølv om talet på analysar var lite i 2008 og ingen nye prøvar kom til i 2009.

Verken i marine eller i vegetabiliske oljer målt i programmet var det detekterbare mengder kadmium slik at det normalt er proteinkjelda (i hovudsak fiskemjøl) som bestemmer nivået i fullfôr.

Som ein oppfølging av kadmiumforureininga i mineralmiks i 2005 vart det i 2007 plukka ut 9 mineral & vitaminmiksar på fabrikkane for tungmetallanalyse og vidare 7 i 2008. I 2007 fann vi kadmiumkonsentrasjonar frå 0,1 til 1,1 mg Cd/kg og i 2008 varierte dette frå 0,2 til 1,4 mg Cd/kg. (data ikkje i tabell) Bidraget av Cd frå mineralmix i ferdig fôr vil såleis vera lite ettersom innblandinga er liten.

Tabell 16. Innhald av arsen, kadmium, kvikksølv, bly og fluor i fiskemjøl, ensilasje, fiskeolje og vegetabilisk olje i 2006 til 2008 gjeve som mg/kg prøve. Andel metylkvikksølv av totalt kvikksølv er gjeve som prosent.

Føringrediens	Arsen (mg/kg)	Kadmium (mg/kg)	Kvikksølv (mg/kg)	Kvikksølv (%Me-Hg ⁺ av tot-Hg)	Bly (mg/kg)	Fluor (mg/kg)
Fiskemjøl 2008						
-(n=4)					0,12	
Gjennomsnitt	6,1	0,69	0,12	70	(<0,04-	8
Min.-maks.	(2,4-15,0)	(0,26-1,2)	(0,04-0,23)	(50-91)	0,28)	(6-9)
Fiskemjøl 2007						
-(n=20)				(n=17)	0,08	
Gjennomsnitt	6,5	0,50	0,13	80	(<0,04-	32
Min.-maks.	(1,9-13,0)	(0,14-1,70)	(0,05-0,24)	(63-120)	0,30)	(9-57)
Fiskemjøl 2006						
(n=16)				(n=15)	0,08	(n=13)
Gjennomsnitt	7,8	0,53	0,13	88	(<0,04-	35
Min.-maks.	(1,8-15,6)	(0,14-1,94)	(0,04-0,21)	(69-92)	0,33)	(13-65)
Ensilasje 2007						
(n=7)	2,0	0,13	0,04	-	0,30	(n=2)
Gjennomsnitt	1,4-2,8	0,06-0,18	0,03-0,04		0,04-1,7	24
Min.-maks.						(21-29)
Ensilasje 2006						
(n=8)	2,4	0,13	0,04	-	0,59	20
Gjennomsnitt	1,8-3,6	0,10-0,16	0,03-0,05		0,06-2,7	(13-25)

Min.-maks.					
Fiskeolje 2008					
(n=10)				-	
Gjennomsnitt	7,7				
Min.-maks.	6,8-8,4	<0,03	<0,03		<0,04
Fiskeolje 2007					
(n=10)				-	
Gjennomsnitt	8,3				0,05
Min.-maks.	4,6-11	<0,03	<0,03		<0,04
Fiskeolje 2006					
(n=10)				-	
Gjennomsnitt	10,3				0,05
Min.-maks.	7,0-16	<0,03	<0,03		<0,04-0,09
Rapsolje 2008					
(n=10)	0,08	<0,03	<0,03	-	0,06
Gjennomsnitt	<0,03-				<0,04-0,22
Min.-maks.	0,17				
Rapsolje 2007					
(n=10)	0,13	<0,03	<0,03	-	0,15
Gjennomsnitt	<0,03-0,5				<0,04-1,1
Min.-maks.					

Kvikksølv (Hg) inklusive speciering (Me-Hg⁺)

Det vart analysert 21 prøvar av fullfôr for kvikksølv (Hg) i 2008 og ytterlegare 25 i 2009 og resultatane er vist i tabell 15. Resultata i fullfôr varierte frå <0,03 til 0,2 over desse to åra. Gjennomsnittsverdiane låg på høvesvis 0,053 mg/kg i 2008 og 0,036 mg/kg i 2009. I 2007 var snittet midt mellom desse med ein middelværdi på 0,042 mg/kg. I 2006 var snittet på 0,06 mg/kg. I 2008 var det to fôrprøvar som hadde eit innhald av totalt Hg som var høgare enn Norge og EU sin øvre grenseverdi på 0,1 mg/kg i fullfôr (88 % tørrstoff). Dersom ein tek omsyn til usikkerheit i måling og tørrstoff var den eine av desse heller ikkje noko klart brot på grenseverdien. Begge desse prøvane var marine yngelfôr som har spesielt høgt proteininnhald.

I løpet av 2010 vert grenseverdien for kvikksølv i fullfôr heva til 0,2 mg/kg i Norge slik det alt har skjedd i EU. Dette er i tråd med våre anbefalingar.

Som vist i tabell 15 var andelen av metylkvikksølv i området 70-80% i snitt desse to åra. I 2007 vart metylkvikksølv også målt i alle fôrprøvane som vart analysert for totalt Hg og snittet låg på 83% av totalkvikksølv. Dette er som forventat ut frå at det er marine råstoff, spesielt fiskemjøl der Hg stort sett er organisk bunde (tabell 16), som bidreg med kvikksølvet.

Kvikksølvinnhaldet i andre fôringrediensar er relativt låge (tabell 16). Vi ser også at kvikksølvkonsentrasjonen i fiskemjøl har halde seg relativt konstant frå år til år.

Bly (Pb)

Blyinnhaldet i fullfôr er vist i tabell 15 og i fôringrediensar i tabell 16. Resultata i fullfôr viser at det er svært låge verdiar for bly både i fullfôr og i dei ingrediensane som er målt dei seinare åra. Analyseverdiane i fullfôr over dei siste to åra varierte frå mindre enn 0,04 til 0,56 mg/kg. Gjennomsnittsverdien ligg i området rundt 0,1 mg/kg med 0,07 mg/kg mg/kg i snitt i 2009, 0,11 mg/kg i 2008 og 0,09 mg/kg i 2007. I 2006 fann vi eit gjennomsnitt på 0,07 og i 2005 0,11 mg Pb/kg fullfôr. Vi ser som at gjennomsnittsnivået er relativt konstant og i med at Norge og EU har ein øvre grenseverdi på 5,0 mg/kg fullfôr (88 % tørrstoff) så er ikkje bly noko problem i høve til grenseverdiar.

I fiskemjøl fann vi i området <0,04 til 0,028 i mg/kg 2008 og frå <0,04 til 0,30 mg/kg i 2007.

Fluor (F)

Fluorinnhaldet vart analysert i 21 prøvar av fullfôr i 2008 og 25 i 2009 og resultat er vist i tabell 15. Konsentrasjonen varierte frå 23 til 64 mg/kg i 2009, frå 17 til 87 mg/kg i 2008 og frå 16 til 70 mg/kg i 2007. Snittverdien var 32 mg/kg i 2009, 40 mg/kg i 2008, 38 mg/kg i 2007 og 42 mg/kg i 2006. Det har såleis vore liten variasjon sei seinare åra. Grensa i fiskefôr vart heva i 2008 delvis for å ta høgde for auka innblanding av krill/krillmjøl med høgt fluorinnhald, men ei slik utvikling har vi førebels ikkje sett.

I fiskemjøl, som vart prøveteke i 2008, var nivået veldig lågt og lågare enn det vi har sett tidlegare med ein variasjon frå 6 til 9 mg/kg. Men i og med at N er så liten som fire kan dette vera reint tilfeldig. Verdiane låg mellom 9 og 57 mg/kg med eit snitt på 32 mg/kg i 2007. Tilsvarande variasjon var i 2006 frå 13 og 65 mg/kg med eit snitt på 35 mg/kg. Som påpeika i tidlegare rapportar viser dette at andre fôringrediensar enn fiskemjøl bidreg til fluornivået i fiskefôr. Tre prøvar av rekemjøl vist i 2006 t.d. rundt 200 mg/kg og ein enkelt prøve av krillmjøl låg på 1240 mg/kg i 2007 og 733 mg/kg i 2006.

Radioaktive stoff

Det har ikkje vorte inkludert radioaktive stoff i programmet dei siste åra. Våre seinaste data er framleis frå år 2003 og då vart technetium99 analysert i 10 prøvar, fem fôr, tre fiskemjøl og to

ensilasjeprøver. I fôra vart det funne svært låge verdiar frå 0,23 til 0,35 Bq/kg, med eit snitt på 0,30 Bq/kg. I fiskemjølspurvane 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 ensilasjeprøvane.

Tilsetningsstoff

Fargestoff

Astaxanthin og cantaxanthin

Det vart analysert 21 fullfôrprøvar for astaxanthin og cantaxanthin i 2008, færre enn dei siste åra og ingen nye prøvar i 2009. Innhaldet av astaxanthin varierte frå kvantifiseringsgrensa på <1,4 mg/kg til 83 mg/kg i 2008. I 2007 var høgste verdi 81 mg/kg fôr, mens høgste verdi i 2006 var 72 mg/kg. Gjennomsnittet låg på 37 mg/kg og median på 39 mg/kg mens snittet i 2006 var på 19 mg/kg. I 2005 var høgste analyserte verdi 74 mg/kg og i 2004 83 mg/kg. Ingen analyserte fôr var over grensa på 100 mg/kg fôr (88 % tørrstoff). I og med at det er ein del fôr t.d. marint fôr, som ikkje er tilsett fargestoff vil gjennomsnittsverdiar her ikkje vera særleg eigna.

Det vart ikkje funne cantaxanthin i nokon av fôra i 2008, som i perioden 2004 til 2007, og vi må tilbake til 2003 for positive funn, då det vart funne cantaxanthin i to fôr. Det vart innført ei separat øvre grense på cantaxanthin på 25 mg/kg fullfôr frå desember 2003.

Antioksidantar

I programmet vart det også i 2008 og 2009 analysert for syntetiske antioksidantar (tabell 16). Desse vert tilsett i fôrråstoff og i ferdig fôr for unngå harskning og altså betra haldbarheit. Antioksidantar vert bl.a. tilsett til fiskemjøl som skal transporterast lange strekk med båt i henhald til krav frå International Maritime Organization (IMO). Det er etablert grensverdiar for desse i fôr, men i Norge og EU er det ikkje grenseverdiar for desse i mat, mens Japan innførte MRL-verdiar (Maximum Residue Limits) for antioksidantar i fiskefilet hausten 2005.

Syntetiske antioksidantar i ferdig fôr og fôrråvarer vert sett i samanheng, både fordi dei verkar saman og fordi det forvaltningsmessig er sett felles grenseverdi for syntetiske antioksidantar i fôr. Hovudbiletet frå analysane er som tidlegare at det vert brukt etoxyquin i fiskemjøl og andre marine mjøl og BHT i marine oljer, mens BHA i liten grad vert brukt. I fullfôr, som kan ha eigentilsetjing, får ein då ei blanding av ulike antioksidantar.

Tabell 17. Innhold av antioksidantane etoxyquin, BHA og BHT og summering av desse i fullfôr, fiskemjøl, ensilasje og fiskeolje. Verdiane er gitt som mg/kg prøve.

Matriks	Sum Etoxyquin (mg/kg)	BHA (mg/kg)	BHT (mg/kg)	Sum Antiox. (mg/kg)
Fullfôr-2009 (n=25)				
Gjennomsnitt	38	5,6	8,7	52
Min.-maks.	(14-84)	(0,5-18)	(<0,04-32)	(25-101)
Fullfôr-2008 (n=21)				
Gjennomsnitt	26	1,0	20,4	47
Min.-maks.	(4,3-79)	(0,01-4,6)	(<0,04-73)	(16-94)
Fullfôr-2007 (n=22)				
Gjennomsnitt	10,4	3,9	16,4	31
Min.-maks.	(1,4-32)	(<0,002-23)	(<0,04-68)	(3,7-89)
Fullfôr-2006 (n=42)				
Gjennomsnitt	38	0,56	14	52
Min.-maks.	(1,5-106)	(<0,05-3,7)	(<0,04-69)	(17-122)
Fullfôr -2005 (n=20)				
Gjennomsnitt	38	0,44	21	58
Min.-maks.	(5,6-116)	(<0,07-2,9)	(<0,01-80)	(6,8-145)
Fiskemjøl-2008 (n=4)				
Gjennomsnitt	106	0,03	<0,04	106
Min.-maks.	(14-277)	(0,01-0,04)	(<0,04)	(14-277)
Fiskemjøl-2007 (n=16)				
Gjennomsnitt	31,6	0,04	0,6	32
Min.-maks.	(<0,003-168)	(<0,002-0,1)	(<0,04-4,7)	(<0,08-168)
Fiskemjøl-2006 (n=11)				
Gjennomsnitt	158	<0,05	0,5	159
Min.-maks.	(39-329)		(<0,04-1,1)	(39,5-330)
Fiskemjøl-2005 (n=11)				
Gjennomsnitt	119	i.a.	2,0	i.a.
Min.-maks.	(10-343)		(<0,01-19)	
Ensilasje-2005				
Gjennomsnitt	14	i.a.	3,1	i.a.
Min.-maks.	(1,3-23)		(<0,01-9,4)	
Krill/rekemjøl-2006				
Gjennomsnitt (n=5)	87	0,7	4,7	92
Min.-maks.	(15-285)	<0,05-2,9	(<0,04-22)	(15-307)
Fiskeolje-2008 (n=6)				
Gjennomsnitt	8,2	0,34	110	119
Min.-maks.	<0,01-49	<0,06-1,8	10-183	10-187
Fiskeolje-2007 (n=10)				
Gjennomsnitt	1,5	1,0	80	83
Min.-maks.	0,03-9,3	<0,06-3,9	<3,6-194	3,7-206
Fiskeolje-2006 (n=10)				
Gjennomsnitt	13	1,1	134	148
Min.-maks.	<0,01-107	<0,06-6	7-239	39-239

(forts)

Tabell 17. (Forts.)

Matriks	Sum Etoxyquin (mg/kg)	BHA (mg/kg)	BHT (mg/kg)	Sum Antiox. (mg/kg)
Veg. olje–2008 (n=10)				
Gjennomsnitt	0,13	0,06	<3,6	<3,7
Min.-maks.	<0,025-0,85	<0,06-0,09	<3,6	<3,7-<4,5
Veg. olje–2007 (n=10)				
Gjennomsnitt	0,06	0,06	3,8	3,9
Min.-maks.	<0,025-0,22	<0,06-0,07	<3,6-5,5	<3,7-5,8
Veg. olje–2006 (n=13)				
Gjennomsnitt	0,02	0,08	8,6	8,7
Min.-maks.	<0,01-0,05	<0,06-0,2	<0,06-49	<0,07-49

Analyse av antioksidantar vart utført på 21 fullfôr i 2008 og 25 i 2009, mot 22 i 2007 og 42 i 2006. Som nemnt i tidlegare rapportar er verdiane for etoxyquin summen av moderkomponent etoxyquin og etoxyquin dimer (data ikkje vist). Det er fiskemjøl, som bidreg med etoxyquin i fôr og vi fann i 2008 at både i fôr og mjøl var om lag 10-15% av sum etoxyquin dimer. Målt konsentrasjon av sum etoxyquin i fullfôr varierte frå 4 til 79 mg/kg i 2008 og 14 til 84 mg/kg i 2009 med snitt på høvesvis 26 og 38 mg/kg. Dette viser at dei låge verdiane vi fann i 2007 (variasjon frå 1,4 til 32 mg/kg) med snitt på drygt 10 mg/kg fôr var noko tilfeldig då vi tidlegare fann høgare verdiar. Lægre verdiar kan ha si årsak i mindre importert fiskemjøl i dei prøvane som vart tekne ut.

Den andre antioksidanten vi finn ein god del av i fiskefôr er BHT (Butyl Hydroksy Toluen eller 2,6-di-*t*-butyl-4-methylphenol), og i 2008 varierte innhaldet av denne i fullfôr frå under deteksjonsgrensa til 73 mg/kg og i 2009 frå under deteksjonsgrensa til 32 mg/kg. Gjennomsnittet var høvesvis 20 og 8,7 mg/kg. I 2007 varierte konsentrasjonen av BHT i fullfôr frå kvantifiseringsgrensa på 0,04 til 68 mg/kg med eit snitt på 16 mg/kg i fullfôr. Snittet var elles 14 mg/kg i 2006 og 21 mg/kg i 2005.. Det vart detektert noko meir BHA i fullfôr (tabell 17) i 2009 enn det vi har sett dei seinare åra. Dersom ein summerer dei ulike stoffa ser vi at ingen av resultatata for sum antioksidantar i fiskefôr er over grenseverdien på 150 mg/kg med ein variasjon frå 15 til 101 mg/kg.

Etoxyquin-innhaldet i fiskemjøl i 2008 (n=4) varierte frå 14 til 277 mg/kg mens vi i 2007 fann frå under kvantifiseringsgrensa til 168 mg/kg. Det er som før berre spor av dei to andre syntetiske antioksidantane, BHA og BHT i fiskemjøl. Etoxyquin skal altså tilsetjast fiskemjøl ved lengre båttransportar for å hindre varmgang i fylgje regelverket til IMO. Det kan dog også brukast BHT som erstatning.

I fiskeolje (n=6) var innhaldet av etoxyquin generelt lågt, men det varierte frå <0,01 til 49 mg/kg. Her vil nivået vera høgt dersom det er brukt, elles er det berre spor. I 2006 var det ein enkeltverdi på 107 mg/kg som trekte snittet opp. Det er i hovudsak BHT som vert brukt som antioksidant i fiskeoljer med eit gjennomsnittleg funne nivå i 2008 på 110 mg/kg, høgare enn 80 mg/kg i 2007, men lægre enn dei 134 mg/kg vi fann i 2006 og 113 mg/kg i 2005.

I vegetabilsk olje (n=8) var innhaldet av antioksidantar igjen svært lågt. Kvantifiseringsgrensa for BHT vart heva frå 2006, og i den grad det i det heile fins antioksidantar i desse oljene er det BHT som vert brukt

I vurdering av antioksidantar må det også takast høgde for at det fins fleire godkjende antioksidantar i bruk enn dei tre som er inkludert i dette overvakingsprogrammet i dag.

Medisinrestar

I 2008 vart det plukka ut 10 fullfôrblendingar som kvar vart analysert for dei fem fylgjande medisinane brukt innan fiskeoppdrett; oksolinsyre, flumekin, florfenikol, emamektin og ivermektin. I 2009 vart 10 prøvar av fullfôrblendingar analyserte for ivermektin. Alle analysar var negative dvs. under deteksjonsgrensene (LOD) på 50,0 µg/kg for oksolinsyre og flumekin, 0,4 µg/kg for florfenikol, 2,5 µg/kg for emamektin og 25,0 µg/kg for ivermektin.

Essensielle stoff med øvre grenseverdier

Jern

Som tabell 17 viser vart det analysert 21 fullfôr for jern i programmet i 2008 og 25 i 2009. Det vart også målt jern i fire prøvar av fiskemjøl og to prøvar av ensilasje (tabell 18). I fullfôr varierte konsentrasjonen frå 103 til 310 mg Fe/kg i 2008 og frå 180 til 248 mg Fe/kg i 2009. Som vi ser viser gjennomsnittsverdiane relativt liten variasjon, mens det kan vere ein del høge enkeltverdier. Ingen fôr er nær øvre grense på 750 mg Fe/kg. Jernet i fiskefôr kjem i hovudsak frå fiskemjøl, der konsentrasjonen varierer ein del og noko av dette jernet kjem frå produksjonsprosessen. I dei få prøvane vi analyserte i 2008 var det liten variasjon. Det er stor skilnad på i kva grad ulike former av jern er tilgjengelege og ein forhøgd verdi i fôr frå ei lite tilgjengeleg kjelde fører ikkje nødvendigvis til auka opptak i fisk (sjå t.d. Maage & Sveier, Aquaculture International, 1998, 6:

249-252). Det kan også verte for lite jern i fiskefôr, men data frå dei to siste åra har ikkje slike låge verdiar (<100 mg/kg) som vi har sett tidlegare. Det tyder på at det er ei viss tilsetjing av jern i fôra. Dersom mengde planteprotein aukar i vesentleg grad i fiskefôr vil fleire av minerala verte lægre i konsentrasjon, deriblant jern, ein bør difor være særskild oppmerksom på dette slik at ein ikkje risikerer at fisken får langtidsskader grunna mangel på tilsetning av essensielle næringsstoff som blant anna jern.

Tabell 17. Innhald av essensielle sporelement med øvre grenseverdiar (jern, sink, mangan, kopar, kobolt, molybden og selen) i fiskefôr (fullfôr) frå 2004 til 2009. Verdiane er gjevne som mg/kg prøve. Minimums- og maksimumsverdiar 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=25)	2009	180 (115-248)	168 (110-230)	10 (8-13)	42 (25-89)	0,36 (0,09-0,89)	0,84 (0,42-1,4)	1,0 (0,42-1,5)
Fiskefôr (n=21)	2008	194 (103-310)	162 (61-260)	13 (8-21)	46 (6-93)	0,81 (0,09-2,2)	1,15 (0,18-7,0)	1,4 (0,5-2,2)
Fiskefôr (n=22)	2007	161 (65-215)	144 (100-190)	10,5 (3,1-16)	44 (25-74)	0,71 (0,14-1,5)	1,08 (0,15-5,8)	1,3 (0,6-2,8)
Fiskefôr (n=49)	2006	237 (116-493)	141 (68-241)	9,9 (2,6-17)	42 (11-73)	0,60 (0,08-1,6)	0,56 (0,04-1,8)	1,2 (0,7-3,5)
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)
Øvre grenseverdi ¹⁾		750	200	25	100	2	2,5	0,5

Sink

Resultata av sinkanalysar i fôr for 2008 og 2009 (tabell 18) viste ein variasjon på høvesvis frå 61 til 260 mg/kg og frå 110 til 230 mg/kg. Dei utplukka fôr var såleis ikkje fullt så jamne i sinkkonsentrasjon som i 2007 då variasjonen berre var frå 100 til 190 mg/kg. Gjennomsnittet i 2009 var på 168 mg/kg nok som må seiast å vera relativt høgt ut frå at øvre grense er på 200 mg/kg. Det høgst målte fôret i 2008 (260 mg/kg) var nok også over grenseverdi sjølv om vi tek omsyn til tørrstoff og kjemisk usikkerheit. Men generelt har fôrindustrien ut frå dette god kontroll

med innblandinga. Dei lægste målingane (61 mg/kg) viser fôr som nok har problem med å tilfredstilla fisken sitt sinkbehov. Tabell 18 viser vidare at sinkinnhaldet i dei fire fiskemjølsprovane kun varierte frå 64 til 74 mg/kg med eit snitt på 69 mg/kg. I 2007 var variasjonen frå 29 til 210 mg/kg med eit snitt på 73 mg/kg, altså relativt likt snitt, men med større variasjon.

Kopar

Analysane av kopar i ferdig fôr (tabell 17) i 2008 og 2009 varierte frå høvesvis 8 til 21 mg/kg og frå 8 til 13 mg/kg. Vi ser som tidlegare at ingen fôr er over grenseverdi på 25 mg/kg. Vi ser dei to siste åra, i motsetnad til tidlegare, at alle dei uttekne fôr har suksessfull tilsetjing av kopar og at ingen er ned under 5 mg Cu/kg noko som kan vera for lågt. Vi ser elles frå Tabell 17 at gjennomsnittet av kopar i fiskemjøl var 4,6 i 2008 noko som var same snitt som i 2007, sjølv om variasjonen då var mykje større..

Tabell 18. Innhald av essensielle sporelement med øvre grenseverdier (jern, sink, mangan, kopar, kobolt, molybden og selen) i utvalde ingrediensar frå 2004 til 2009. Verdiane er gjevne som mg/kg prøve. Minimums- og maksimumsverdier 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)
Fiskemjøl (n=4)	2008	167 (98-240)	69 (64-74)	4,6 (3,2-6,8)	7,6 (3,6-12)	0,09 (0,05-0,12)	0,43 (0,10-0,77)	2,2 (1,5-3,1)
Fiskemjøl (n=13)	2007	i.a.	73 (29- 210)	4,6 (2,1- 10)	8,5 (2,6-29)	0,10 (0,05-0,16)	0,18 (0,04-1,7)	2,9 (1,9-4,5)
Fiskemjøl (n=13)	2006	276 (17 -418)	70 (50-96)	3,8 (2,4-5,4)	7,9 (2,7-14)	0,12 (0,08-0,29)	1,1 (0,04-11)	2,8 (1,4-9,5)
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)
Ensillasje (n=2)	2008	372 (345-399)	i.a.	i.a.	i.a.	i.a.	i.a.	i.a.
Ensillasje (n=7)	2006	258 (195-356)	87 (43-142)	22 (2,1-123)	8,6 (3,4-17)	<0,1	<1	1,2 (1,0-1,5)
Ensillasje (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)

¹⁾ Gjeld fullfôr, grensa gjeld vidare berre når sporelementa er tilsett (jf. om selén i tekst)

Mangan

Resultata frå analysar av mangan i fullfôr dei siste to åra viste begge eit snitt på drygt 40 mg/kg som også i 2007 og 2006. Dei to åra før det var snittet på 30-talet. Alle fôr er godt innanfor maksimalgrensa på 100 mg/kg. I 2008 var eitt enkelt fôr på 6,2 mg/kg mens det med nest mest mangan hadde 23 mg/kg slik at dette har vore ein prøve der tilsetjing truleg ikkje har fungert og at det normale er tilsetjing noko som er bra ettersom det elles kan oppstå mangel. Tabell 18 viser eit tilsvarende gjennom snitt for mangan i fiskemjøl som vi har funne tidlegare. Som for dei fleste grunnstoff er konsentrasjonen så låg i fiskeolje at det ikkje bidreg til totalinnhaldet av Mn i fiskefôr.

Kobolt

Koboltnivåa i fullfôr og ingrediensar i perioden 2004 til 2009 er vist i tabell 17. Konsentrasjonen i fullfôr varierte frå 0,09 til 0,89 mg/kg i 2009 og frå 0,09 til 2,2 mg/kg i 2008. Gjennomsnittsnivået i 2009 var det lægste vi har målt for kobolt i fullfôr til fisk, mens det i 2008 var det høgst med ein enkeltverdi målt over 2 mg Co/kg, som er den øvre grensa i fôr. Det er framleis lite behovsdata for kobolt hos fisk. Tabell 18 viser vidare at koboltinnhaldet i fiskemjøl viste ein snitt på 0,09 mg/kg mot 0,10 mg/kg i 2007. Kobolt har normalt ikkje vorte analysert over bestemmingsgrensa i fiskeoljer, slik at nivået vi ser i ferdig fôr truleg forutset tilsetjing av kobolt.

Selen

Det har vorte målt totalt 46 fullfôrprøvar for selen i løpet av 2008 og 2009. Variasjonen totalt har vore mellom 0,42 mg/kg til 2,2 mg/kg. Snittet var høvesvis 1,0 og 1,4 mg/kg i 2009 og 2008. Snittet har halde seg i dette området med eit snitt på 1,3 mg/kg i 2007 og 1,2 mg/kg i 2006. Middelveidien var for øvrig 1,3 mg/kg fullfôr både i 2005, 2004 og 2003. Det er sett ein øvre grenseverdi for selen på 0,5 mg/kg i fullfôr, men i og med at øvre grenseverdi berre vert gjort gjeldande i dei tilfelle fôret vert tilsett ekstra selen, er ikkje dette relevant. Som i dei fleste tidlegare år overstig analysane av fullfôr stort sett denne verdien. Fiskemjøl bidreg med det meste av den selen ein finn i fôret, og som vi ser av tabell 18 er det så mykje selen i fiskemjøl at ein med ei innblanding på 40-50% vil ein raskt vera over grensa på 0,5 mg/kg i fullfôr. Det kan også vera mogelege bidrag frå vegetabilske råvarer (avhengig av Se i jordsmonn) og fiskeolje i fôret. Fiskeolje hadde eit snitt på 0,12 mg Se/kg i 2008 (n=8, data ikkje vist), $0,14 \pm 0,04$ mg/kg i 2007 og $0,12 \pm 0,02$ mg/kg i 2006.

Molybden

Analysar av molybden i fullfôr frå åra 2008 og 2009 er vist i tabell 17. Snittet viste 1,15 mg/kg med ein variasjon frå 0,18 til 7,0 mg/kg i 2008, og eit snitt på 0,84 mg/kg og variasjon frå 0,42 til 1,4 i 2009. To fôr var over grenseverdien på 2,5 mg/kg i 2008 (som i 2007), det eine med betydeleg overskriding. Ingen fôr var over grenseverdi i 2009. noko som vi har sett også ved tidlegare målingar. I fiskemjøl var konsentrasjonen av Mo frå 0,10 til 0,77 i dei få prøvane analysert i 2008 mot ein variasjon på frå 0,04 til 1,7 mg/kg med eit snitt på 0,18 mg/kg i 2007. I 2006 vart snittet drege opp av eit enkelt fiskemjøl som hadde 11 mg/kg. Det nest høgaste mjølet låg på 1,7 mg/kg i 2006 det same som det høgste i 2007. Det er framleis lite data på behov og toksisitet for molybden til fisk og det er ut frå analysane ikkje grunnlag for å seie om dei forhøgja verdiane som kan førekome skuldast (for høg) tilsetjing eller ein har fått inn fiskemjøl med forhøgja verdier.

Jod

Det vart analysert 21 fôrprøvar for jod i 2008 og 25 i 2009, mot 22 i 2007 og 20 i 2006 (Tabell 19). Gjennomsnittskonsentrasjonen for fôr var den same på 2,4 mg/kg begge åra.

Tabell 19. Innhald av jod i fiskefôr i perioden 2006 til 2009 (mg/kg tørrvekt). Øvre grense i fôr er sett til 20 mg/kg (88% tørrstoff).

År	N	Gjennomsnitt (mg/kg)	Min-verdi (mg/kg)	Max-verdi (mg/kg)
2009	25	2,4	0,7	6,4
2008	21	2,4	0,5	7,5
2007	22	2,3	0,5	6,2
2006	20	3,1	0,8	8,2

I 2005 fann vi frå 1,1 til 10 mg/kg med eit snitt på 3,6 mg/kg og 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 i 2008 og 2009 var såleis godt under halvparten av øvre grenseverdi. Vi ser dog framleis at mange fôr er under tilrådd nedre behovsgrense på 1,1 mg/kg. Dette kan ha negativ effekt på fisken. Ein bør være særskilt merksam på dette i plantebaserte fôr der ingrediensane kan være for låge i mineral inklusive jod til å dekkje fiskens behov utan tilskot, slik at ein unngår at fisken vert påført mangelsjukdom.

Vi nemner at det i regi av programmet vart 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 I/kg fôr. Då var altså ingen fôr under tilrådd grense.

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 summert desse ved kvantitativ analyse av vitamin A.

Det vart analysert 21 nye fullfôrprøvar for vitamin A i 2008 og resultatane er vist i tabell 20. Dei kjemiske formene av retinol som vart analysert var all-trans retinol, all-trans 3,4 didehydroretinol, 9-cis, 11-cis og 13-cis retinol. Vitamin A₁ innhaldet varierte frå 3 til 108 mg/kg med eit snitt på 17 i 2008 noko som er i same område som tidlegare. Snittet i 2007 var på 20 mg/kg, i 2006 vart det funne 18 mg/kg og 19 mg/kg fullfôr i 2005. Dette er eit rikeleg nivå med tanke på fisken sitt behov (ca 0,75 mg/kg fôr). Det er sett ein øvre grenseverdi for vitamin A i fôr til dei fleste husdyr, men enno ikkje spesifikt for fisk.

Vitamin D₃

Tabell 20 viser analyserte verdiar av vitamin D₃ i fullfôr i 5 år i perioden 2004 til 2008 (ingen nye analysar i 2009). I fiskefôr er 3000 I.E./kg, noko som tilsvarar 0,075 mg/kg fôr sett som øvre grense. Alle dei nye 21 analyserte prøvane i frå 2008 hadde høgare innhald av vitamin D₃ enn den øvre grenseverdien (Tabell 20). Grenseverdien er som for mulig tilsette mineral berre gjort gjeldande i dei tilfelle vitamin D faktisk vert tilsett fôrblendingane. Marine oljer har naturleg høgt innhald av vitamin D og tilsetjing av vitamin D til fôr basert på marine råstoff er derfor unødvendig og ikkje tilrådeleg. Vitamin D₃ -innhaldet varierte frå 0,11 mg/kg til 0,34 mg/kg liknande fjordåret då variasjonen var frå 0,15 mg/kg til 0,32 mg/kg. Snittverdien i 2008 var 0,20 mot 0,22 mg/kg i 2007 noko som er på nivå med tidlegare funn.

Tabell 20. Innhold av vitaminer (vitamin A som all-trans, 9- og 13-cis retinol og vitamin D som D₃) i fiskefôr prøvetatt i 2004 til 2007. Verdiane er gitt som mg/kg prøve.

Vitamin	År	Gjennomsnitt (mg/kg)	Minimum (mg/kg)	Maksimum (mg/kg)
Vitamin A (n=21)	2008	17	3	108
Vitamin A (n=22)	2007	20	6	78
Vitamin A (n=20)	2006	18	3	72
Vitamin A (n=20)	2005	19	5	69
Vitamin A (n=21)	2004	31	10	121
Vitamin D3 (n=22)	2008	0,20	0,11	0,34
Vitamin D3 (n=22)	2007	0,22	0,12	0,35
Vitamin D3 (n=20)	2006	0,23	0,15	0,32
Vitamin D3 (n=20)	2005	0,24	0,10	0,40
Vitamin D3 (n=21)	2004	0,35	0,21	0,75

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

Feittsyrefordeling av total feitt i fôrråstoff

I 2008 vart det utført ein god serie av fullfôr (n=21) for feittsyreprofil. I tillegg vart det analysert både marine (n=6) og vegetabiliske oljer (n=8), fiskemjøl (N=4) og to ensilasjeprøvar. Vi ser på dette som viktig både for at deklarasjon av oljer skal vera rett og for at vi kan studere trendar i feittsyremønster i fiskefôr. Dette er eit mykje omdiskutert tema og det er viktig at også matstyresmaktene kan ha uavhengige data for dokumentasjon.

Tabell 21. Prosentvis fordeling (gjennomsnitt) av feittsyrer (FS) i dei analyserte fôrvarene

Feittsyrer	Metta FS	Einumetta FS	Fleirumetta FS	Tilhøvet n-3/n-6
Fiskeolje-2007	26,2	37,8	32,8	11,2
Fiskeolje-2008	24,1	40,0	32,0	12,7
Rapsolje-2007	7,7	63,3	29,0	0,5
Rapsolje-2008	7,4	62,4	30,2	0,51
Fiskemel-2008	27,3	32,4	36,5	14,5
Ensilasje-2007	22,0	46,7	28,5	7,7
Ensilasje-2008	21,9	48,3	26,4	9,5
Fiskefôr-2006	22,9	42,2	33,0	4,7
Fiskefôr-2008	21,5	42,9	33,1	3,9

Tabell 21 viser den prosentvise samansetjing av utvalde feittsyreklassar i desse fullfôra og i råstoffa. Vi ser som tidlegare at det er vesentleg meir metta feitt i fiskeolje (over 20%) enn i planteoljene som berre har rundt 7% metta feitt i snitt. For dei 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 vegetabilisk 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. Alle dei metta og einumetta feittsyrene vil kunne bidra som gode energikjelder for fisken. 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 0,5 for vegetabiliske oljer, mens det er over 12 i fiskeoljene som vart analysert i 2008. Feitt frå ensilasje ligg i mellom desse. I

tillegg er typen ω -3 fettsyrer ulikt mellom planteoljer og marine oljer, og planteoljenes ω -3 fettsyrer vil ha ulik funksjon og påvirke fiskens helse på ein annan måte enn dei marine ω -3 fettsyrene.

I 2006 hadde vi også fått høve til å analysere ferdige fôr på fettsyrefordeling og dette vart fylgt opp i 2008. Vi har slik høve til å fylgje utviklinga også i fettsyremønsteret i ferdig fôr og det har spesielt vore interessant at det har vore ein liten nedgang i tilhøvet mellom ω -3 og ω -6 over desse to åra. Dette er som forventa med ei dreining mot meir innblanding av vegetabilese oljer. Dette vil vi foreslå analysert igjen ved seinare høve.

Redeleg handel - kontroll av deklarererte næringsstoff

Hovudnæringsstoff

Protein, fett, vatn og aske

Som i tidlegare år, er talet på analysar av deklarererte hovudnæringsstoff (dvs, protein, fett, vatn og aske) relativt lågt. Dette skuldast at fokuset i overvåkingsprogrammet i større grad er retta mot analyse av kontaminantar. Men sjølv med eit meir avgrensa program i 2009 vart det halde på eit visst analyseomfang av desse for å kunne fylgje utviklinga inorsk fiskefôr. Ei annan årsaka til å analysere protein, fett og aske i fullfôr er å kontrollere analysert verdi mot deklarerert verdi. Vi har i dei siste år ikkje fått inn verdiar frå samarbeidspartnarar på deklarererte verdiar og kan difor ta med data som syner "compliance" hos dei ulike firma. Det er for øvrig laga nye akseptgrenser for avvik på dette feltet (EU 767/2009).

I 2008 blei 58 fullfôr analysert for protein fett, aske og vatn, medan talet i 2009 var 25 fullfôr. I 2008 varierte protein mengda frå 29,6 til 59,3 g/100g fullfôr med eit gjennomsnitt på $39,6 \pm 5,6$ g protein pr 100 g fullfôr. I 2009 varierte proteinmengda frå 32,0 til 47,1 g/100g fullfôr med eit snitt på $39,0 \pm 4,3$. Eit av fôra var til larver med eit proteininnhald på 59,3%. Når dette foret blei halde utanom varierte proteininnhaldet frå 29,7 til 49,9 g/100g fullfôr med eit gjennomsnitt på $39,3 \pm 5,0$ g/100g fullfôr. Gjennomsnittsverdien av proteininnhaldet i norske fiskefôr har holde seg relativt stabil dei seinare åra. 29,7 g/100 gram fôr synes være i miste laget dersom det ikkje er til stor laksefisk og har en balansert aminosyreprofil.

Feittmengda varierte frå 13,4 til 38,8 g/100g fôr med eit gjennomsnitt på $31,2 \pm 5,1$ g/100g i 2008. Larver og juvenile fôr har eit lågare feittinnhald og når larvefôret blei halde utanfor varierte fôrfeittet frå 22,0 til 38,8 g/100g for med eit snitt på $31,6 \pm 4,5$ g/100g. Medan feittmengda i 2009 varierte frå 23,0 til 37,0 g/100g fullfôr og hadde ein gjennomsnittsverdi på $31,2 \pm 3,9$ g/100g fullfôr. Såleis har det ut frå våre målingar vore svært liten variasjon i gjennomsnittleg feittinnhald i fôr til norsk laksefisk dei siste åra. Marin juvenil fisk skal ha relativt lite feitt i foret (10-15%, medan laksefôr inneheld meir fett, aukande med aukande storleik). Då dette er fôr av alle kategoriar kan dette forklare den store variasjonen i feittinnhaldet i 2008.

Målt vassinnhald i 2008 varierte frå 4,1 til 13,3 g/100g for med en gjennomsnittsverdi på $6,2 \pm 1,4$, medan tilsvarende tall for 2009 var 3,9 til 11,0 g/100g for med eit gjennomsnitt på $6,0 \pm 1,7$. Larvefôr inneheld generelt meir vatn og når larvefôret blei helde utanfor varierte vassmengda frå 4,1 til 9,7 g/100g for med eit gjennomsnitt på $6,1 \pm 1,1$ g/100 g fôr. Variasjonen var derfor liten i vassinnhald mellom målingane i 2008 og 2009. Det er frivillig å deklare vassinnhald i fiskefôr dersom vassinnhaldet er under 14 %.

Askeinnhaldet i 2008 varierte frå 5,2 til 15,0 g/100g fullfôr, med ein gjennomsnittsverdi på $7,2 \pm 1,7$ g/100g fullfôr. Dei tilsvarende analyserte verdiane frå 2009 varierte frå 5,6 til 9,9 g aske/100g fullfôr med ein gjennomsnittsverdi på $7,3 \pm 1,3$ g/100g. Askeinnhaldet er såleis stabilt over den målte tidsperioden. Lågt askeinnhald er målt i fôr dei seinare åra og har mest sannsynleg samanheng med auka innblanding av alternative proteinkjelder som inneheld mindre aske enn fiskemjøl.

Tilsetningsstoff

Pigment

Det har ikkje vore gjort avviksanalysar i høve til dette dei siste åra. I 2006 vart det påvist tre avvik (av 46 analyserte) i forhold til deklart mengde astaxanthin i fôret, og i alle desse tilhøvet var nivået for høgt.

Genmodifiserte fôrvarer

Tidlegare år har vi presentert data for analysar for deteksjon av genmodifiserte råvarer, spesielt soya og mais er viktige potensielle råvarer til fiskefôr. I desse råvarene reknar ein no med at 80%

av all soya og 40 % av all mais er genmodifisert. Frå og med 2007 vert alle data frå dette feltet presentert i ein rapport som omhandlar alle typar fôr og mat frå Mattilsynet.

TILRÅDDE SATSINGAR

Volum

På grunn av økonomiske nedskjeringar i høve til analysar og også i høve til ressursar til prøvetaking har det vore ei relativt stor nedskalering av dette programmet over dei siste to-tre åra. Talet på uttekne prøvar har kome ned til eit reint stikkprøvenivå og det har klart konsekvensar for kvaliteten på programmet. Vi meiner nå at det er lite samasvar mellom den helse og miljørisiko utføring av godt over ein million tonn fiskefôr i opne mærdar representerer og den overvåking av innhald som det offentlege no gjer.

Dette gjeld både at talet på uttekne prøvar vert liten for ein del sentrale kontaminantar som Norge gjerne skulle hatt fleire data på for å kunne slå fast at fiskeføret er i samsvar med gjeldande lover og reglar. I seg sjølv er ikkje 25 prøvar veldig lite, men i høve til det volum fiskefôr representerer og at det er ein kontinuerleg produksjon over året fordelt på mellom 10 og 15 fabrikkar vert det lite. Det er også slik at når ein først er ute på fabrikk og tek prøvar så tek ein gjerne fleire og desse vil vera av ulike typar i produktsortiment. Men det er jo ein stor sjanse for at alle er basert t.d. på den same marine olja slik at variasjonen ikkje vert så stor. Vi har ikkje gått inn på samanliknande data mellom fôrfirma, men vi ser til dømes at eit firma har høgare DDT nivå i ei rad av sine fôr, men sidan alle tekne ut på eit tidspunkt kunne dette verte tilfeldig. Det er såleis eit behov både for å få antal prøvar opp att og også å spreie prøvetaking meir over året, spesielt for fullfôr.

Flyt

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.

Analyttar

Mikrobiologi

Det er å tilrå at overvakinga med omsyn på *Salmonella*, Enterobacteriaceae og muggsopp, med eit utval av deira toksin, vert vidareført også i 2011.

Legemidlar

Analyseprogrammet for 2008 og 2009 inkluderte dei tre mest brukte antibakterielle midla i norsk oppdrettsfisk (oksolinsyre, flumekin og florfenikol), og eit av dei då viktigaste midla brukt mot infeksjonar med lakselus (emamektin). Under behandling vert desse fire stoffa gitt via fôret. I tillegg vart det ulovlege lusemiddel ivermektin inkludert. For overvaksningsaktiviteten for 2011, vert det tilrådd at ein i staden for emamektin, inkluderer dei to lusemidlar diflubenzuron og teflubenzuron som det har vore registert auka bruk av. Også dette året vert det tilrådd å inkludere dei mest brukte antibakterielle midla og lusemidlet ivermektin. Sistnemnde stoff har aktivitet mot lakselus, men er ikkje registrert brukt til fisk i Noreg. Sidan dette stoffet regelmessig er i fokus internasjonalt, er det å anbefala å ta det med i fôrovervakinga.

Kontaminantar

Talet på kontaminantar som vert analysert i programmet har auka jamt sidan programmet starta til ein topp i 2006 og vart for enkelte substansar t.d. tungmetall noko redusert i 2007. Sidan har det som nemt over vore ei stor nedskjæring. Ut frå at volumet av sentrale miljøgifter som bør overvåkast er blitt lågt, og det ikkje er signal om vesentleg auka rammer er det ikkje nokon grunn til å foreslå mange nye tiltak. Det som er bra er at vi har inne ein del miljøgifter det EFSA ynskjer å setje grenseverdier og manglar data (d.t. brommerte flammehemmarar) der dette programmet kan bidra. Det vil vere liknande forventningar til fluorerte kjemikaliar, og det bør vurderast i framtida å ta dette med.

Vi meiner det er behov for å halda eit visst volum i desse analysane både for å få fram gode gjennomsnittstal for å vita kor stor flyten av ulike miljøgifter er gjennom oppdrettsproduksjonen, men også for å kunne gå inn på mistanke om spesielle tilhøve.

Lista av pesticid som er i aktiv bruk endrar seg kontinuerleg. Mange stoff vert utfasa og nye kjem til. Det som er utfordringa her er at dei tungt nedbrytelege stoffa må verta målt i fleire tiår etter at bruken er utfasa. Mange nye kontaminantar kom med i programmet i 2004 (t.d. toksafen), slik at

med mirex vil alle dei klorerte kontaminantar målt i USA vera dekkja. Det er likevel slik at for mange av desse pesticida er det lite datagrunnlag og innsatsen her bør aukast og ein må kunne vera fleksibel ut frå ny kunnskap. Dette gjeld også spesielt i dei tilfelle der 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.

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 fleire år har det difor vorte analysert på mineralblandingar og det kan vera grunnlag for å halde oppe eit visst analysevolum på desse, som er blandingar av mange ulike ingrediensar sjølv om resultat så langt ikkje viser problem

Tilsetjingsstoff og Næringsstoff

Antioksidantar i fôr og fôrråstoff har vore i fokus mange gonger dei siste åra. Dette gjeld både dei naturlege og dei syntetiske. Vi har no kome opp på eit nivå av analysar på dette feltet som om analyseomfanget vert oppretthalde, bidreg til å gje god dokumentasjon både på innhald i fôr og råvarer. Her er det behov for meir forskning på overføring til fillet av dei ulike antioksidantane som vert brukt i fôr og fôrråstoff. Det er også fleire antioksidantar som enno ikkje vert analysert for i fiskefôr eller ingrediensar og det kan det vere eit behov for å kartlegge desse.

Det er no ni år sidan sist ein tok eit test på andre vitaminer enn dei to som det oppretta grenser for i fôrlovgevinga. Desse er klart dei som må prioriterast, men ein kan etterkvart vurdera om ein også skulle gjera ny kontroll på andre vitamin som t.d. vitamin C og folat. Grunna endring i råvarer vil fleire av vitaminerna som naturleg har vore tilstades i fiskemjøl, og som vi finn lite av i planteråvarer, kunne komme ned mot mangelnivå, ein bør difor vurdera å ta ein full kartlegging av fullfôr i neste analyserunde.

Talet på analysar av hovudnæringsstoffa er no blitt svært lågt for offentleg kontroll og ein bør difor auke fokuset bl.a. på proteininnhald i fôr, og gjennomføre fleire prøver. Spesielt bør ein fokusere på protein sidan det her er lett å "fuske" med å tilsetje nitrogenhaldige råvarer som i realiteten ikkje bidrar til protein for fisken. Ein kan/bør difor også vurdera å etablere ny (dessverre meir kostbar og energikrevjande) metode for å måle aminosyre-N i ferdig fôr for i alle fall på ein del fôr samanlikne for å finne om det er avvik.

I dette programmet har ein til no i hovudsak studert feittsyreprofil i ulike råstoff, men i år 2006 og igjen i 2008 fekk vi også teke med utvikling i ferdige fôr. Her fekk vi overraskande data og for å sjå på utviklinga i ferdig fôr, som vil være avgjerande for feittsyreprofil i fillet, vil det vera nyttig og også analysere feittsyreprofil i utvalte fullfôr også komande år, og det vil være nyttig å gjennomføre meir detaljerte proteinanalysar for å vurdere om fisken sitt behov er dekkja i dei ulike livsstadiar.