



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

Rapport
2016

Program for overvåking av fiskefôr

Årsrapport for prøver innsamlet i 2015

Monica Sanden, Gro-Ingunn Hemre, Amund Måge, Bjørn Tore Lunestad, Marit Espe, Anne-Katrine Lundebye, Heidi Amlund & Robin Ørnsrud

Nasjonalt institutt for ernærings- og sjømatforskning (NIFES)



på oppdrag fra **Mattilsynet**

Statens tilsyn for fisk, dyr og næringsmidler

ISBN 978-82-91065-38-0

INNHALDSFORTEGNELSE

Oppsummering	4
Summary	5
Innledning	6
Metoder	7
Resultater med Diskusjon.....	10
I. Forbudte fôrmidler	10
II. Uønskede stoffer, mikrobiologiske parametere.....	10
III. Uønskede stoffer, organiske fremmedstoff.....	13
IV. Uorganiske fremmedstoff/metall	24
V. Tilsetningsstoff	27
VI. Stoff som av ulike årsaker kan få fokus og der man trenger bakgrunnsdata	35
VII. Redelig handel - kontroll av deklarete næringsstoff.....	40
Konklusjon.....	41
Conclusion.....	42
Anbefalinger.....	43
Metoder/Methods.....	44

OPPSUMMERING

Mattilsynet er oppdragsgiver for denne overvåkingen, og er en del av Norges oppfølging av nasjonalt og internasjonalt regelverk på dyrefôr. Denne rapporten oppsummerer resultater fra det offentlige overvåknings- og kartleggingsprogrammet for fiskefôr, fôrmidler og premikser til fiskefôr for 2015. Fôrregelverket blir jevnlig, og relativt ofte, endret og oppdatert i samsvar med forandringer i EUs fôrlovgivning. Det er Landbruks- og matdepartementet, Nærings- og fiskeridepartementet og i noen tilfeller Helse- og omsorgsdepartementet som i fellesskap fastsetter regelverket når det gjelder fôr. Resultatene som presenteres i denne rapporten er kommet fram gjennom Mattilsynets kartlegging og overvåking på fiskefôrområdet. Kartlegging og overvåking gjennomføres for å overvåke status på fôrområdet, framskaffe offentlig dokumentasjon om fiskefôr og kartlegge nye farer knyttet til fiskefôr. I 2015 ble totalt 133 prøver analysert: 86 fullfôr (inkludert fullfôr fra oppdrettsanlegg), 10 fiskemel, 10 vegetabiliske fôrmidler, 10 vegetabiliske oljer, 9 fiskeoljer og 8 premikser. Alle analysene i dette programmet rapporteres fortløpende med elektronisk analysebevis. Ved funn av verdier som overstiger grenseverdiene har Mattilsynet blitt varslet gjennom eget varslingsystem. Det ble påvist spor av DNA fra drøvtygger i tre fullfôr ved hjelp av sensitiv molekylær biologisk metode (PCR). De samme prøvene var negative for kjøttbeinmel fra drøvtyggerarter ved hjelp av lysmikroskopi metode. Bakterier i familien Enterobacteriaceae ble påvist over grenseverdi i en prøve av fiskemel. Bortsett fra dette, viser resultatene for 2015 ingen overskridelser i fullfôr og fôrmidler for uønskede stoffer. Mange av fôrene inneholdt tilsetningsstoffene vitamin D₃ og selen over øvre grenseverdi. Grenseverdien gjelder for summen av tilsatt mengde og det som naturlig er tilstede i fôrmidlene, og slår bare inn dersom stoffene er tilsatt. Resultatene tyder på at både selen og vitamin D₃ generelt inngår i premikser. I årets rapport har vi også inkludert flere analyser av næringsstoffer i fullfôr og vi ser at noen av de analyserte fullfôrene inneholder ned mot antatt behov til oppdrettslaks for vitamin K, folat og cobalamin.

Vi takker alle som har deltatt i gjennomføringen av prosjektet.

NIFES, 1. juli 2016

SUMMARY

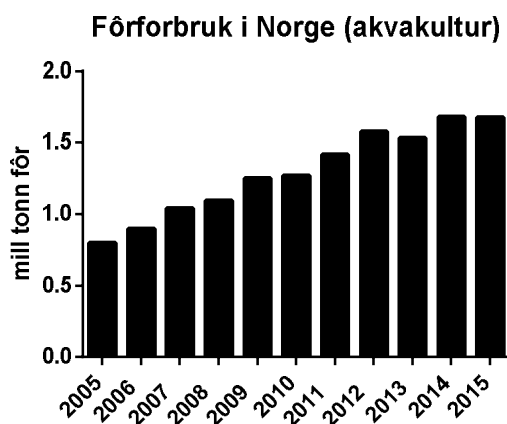
The Norwegian Food Safety Authority has commissioned this monitoring program, which is part of Norway's implementation of national and international feed legislation. This report summarizes the results of the official monitoring program for fish feed, feed ingredients and premixes for 2015. The report is in Norwegian, however the summary, conclusions, Figure- and Table headings are presented in English. Norwegian feed legislation is frequently amended and updated in accordance with the EU feed legislation. The Norwegian Ministry of Agriculture and Food, the Ministry of Trade, Industry and Fisheries and occasionally the Ministry of Health and Care Services, are responsible for the feed legislation. The results presented in this report provide a status of current fish feed composition and identifies substances requiring further attention. The present results includes data from 2015 on undesirable substances and nutrients in fish feed and feed ingredients. In 2015, a total of 133 samples were analyzed including 86 complete feeds, 10 fish meals, 10 plant proteins, 10 plant oils, 9 fish oils and 8 premixes. Analytical results are reported to the Norwegian Food Safety Authority's on a continuous basis. Additionally, the Norwegian Food Safety Authority is immediately notified of non-compliant findings. Three non-compliant complete feeds containing traces of DNA from ruminant material were reported in 2015. The same samples were analyzed with light microscopy methodology and they were all negative for traces of any ruminant bones. Bacteria in the family Enterobacteriaceae were detected in concentrations above the maximum level in one sample of fish meal. With the exception of the above mentioned, the results for 2015 showed that all samples of feed and feed ingredients were compliant with regards to undesirable substances. Several of the complete feeds were above the maximum level with respect to the additives; vitamin D₃ and selenium. The maximum level of additives applies to the total sum of additives, from added sources and from what is naturally present in feed ingredients, but only when the substance is added. Results suggest that both selenium and vitamin D₃ generally are included in premixes. In this year's report we have analyzed several nutrients in complete feed not previously included in the monitoring program, and it is apparent that some of the feeds have levels of vitamin K, folate and cobalamin below the suggested minimum requirement for Atlantic salmon.

We thank everyone who has participated in this program.

NIFES, 1st of July 2016

INNLEDNING

I 2015 ble det forbrukt over 1,6 millioner tonn fiskefôr i Norge (Kilde: Fiskeridirektoratet, Biomasseregisteret). Til sammenligning ble det i 2005 produsert 0,8 millioner tonn. Figur 1 viser totalt fôrforbruk i produksjon av laksefisk i Norge fra 2005 til 2015.



Figur1 Innrapportert fôrforbruk til norsk laksefisk (Atlantisk laks og regnbueørret) i Norge fra 2005 til 2015. Tallene er i millioner tonn. Kilde: Fiskeridirektoratet, Biomasseregisteret [Fish feed consumption in Norway from 2005 to 2015. Numbers are in million tonnes. Source: Directorate of Fisheries Biomass Statistics].

Overvåkings- og kartleggingsprogrammet «Program for overvåking av fiskefôr», som denne rapporten omhandler, har som målsetting å overvåke og beskrive tilstanden på fôrområdet i forhold til innhold av uønskede stoffer og næringsstoffer i fiskefôr (fullfôr) og ingredienser (fôrmidler), både marine og vegetabiliske, som benyttes i fiskefôrproduksjonen i Norge. Gjennom programmet får vi en kartlegging av mulige farer knyttet til fiskefôr som kan medføre skade på miljøet eller være en risiko for menneskers eller dyrs helse, herunder fiskehelse. Analysespekteret endrer seg fra år til år, da ny kunnskap eller ny lovgiving kommer til og setter fokus på nye stoffgrupper. På de følgende sidene er resultater fra Mattilsynet overvåkings- og kartleggingsprogram (OK-program) på fiskefôrområdet for 2015 oppsummert.

METODER

Mattilsynets distriktskontorer er ansvarlige for uttak av prøver fra registrerte virksomheter som produserer fiskefôr. Hvert år lager Mattilsynets hovedkontor en prøvetakningsplan som blir distribuert til de aktuelle distriktskontorene. Prøvene blir tatt ut gjennom hele året for å få med mulige årstidsvariasjoner. I 2015 ble det samlet inn totalt 123 prøver fra fiskefôrprodusentene i Norge (BioMar, Ewos, Skretting, Marine Harvest og Polarfeed), inkludert 10 fullfôr til laks fra oppdrettsanlegg for å få et innblikk i effekten av lagring av fôr. Prøvene som ble samlet inn ble sendt til NIFES i egnet emballasje. Før de kjemiske analysene ble prøvene homogenisert, splittet og overført til tette flasker. Prøver til mikrobiologiske undersøkelser og PAP (prosessert animalsk protein) analyse ble sendt direkte til analyse i uåpnet emballasje uten oppmaling og prøvesplitting som en ekstra sikring mot kontaminering. NIFES sine laboratorier er akkreditert av Norsk akkreditering etter standarden ISO-EN 17025 for en rekke kjemiske og mikrobiologiske metoder og har akkrediteringsnummer Test-50.

I denne rapporten er noen av de rapporterte verdiene for stoffgruppene under kvantifiseringsgrensen for metoden (Limit Of Quantification, LOQ). LOQ er det nivået av et analysert stoff man kan kvantifisere med en oppgitt måleusikkerhet (MU). Metodens LOQ avhenger blant annet av matrisen og metoden brukt, og blir for noen metoder (for eksempel dioksin og dl-PCBer) beregnet for hver enkelt analyse. Resultater under LOQ, oppgis som lavere enn LOQ (<LOQ). For å kunne ta med disse i beregningene, blir konsentrasjoner som er mindre enn kvantifiseringsgrensen (LOQ) lik LOQ i utregning av gjennomsnitt. Dette prinsippet kalles «upperbound» beregning og er standard prosedyre ved beregning av sum dioksininnhold (CAC/RCP 62/2006¹), men prinsippet kan anvendes for alle summer. Det reelle tallet, som ikke er kvantifiserbart, vil i virkelighet være lavere enn LOQ. Man kan tenke seg at «upperbound» prinsippet gir oss «worst case» verdier og ikke reelle verdier. Korte beskrivelser og oppsummering av hver metode med akkrediteringsstatus er gitt bakerst i denne rapporten som vedlegg.

Grenseverdier for uønskede stoffer i fôrvarer inkludert fullfôr er satt i forhold til et vanninnhold på 12 % (tørrestoff på 88 %). Ingen tallverdier i rapporten er korrigert for tørrestoffinnholdet fordi dette kan bidra til å øke måleusikkerheten. I 2015 ble 76 fullfôr analysert for tørrestoff. Snittverdien på tørrestoff i fullfôrene var 93 % med variasjon fra 89 % til 96 %.

¹ CAC/RCP 62/2006. Code of practice for the prevention and reduction of dioxin and dioxin-like PCB contamination in foods and feeds. Codex Alimentarius List of Standards.

I rapporten bruker vi betegnelsene fullfôr, fôrmidler og premikser². Definisjonen på et fullfôr er *en fôrblanding som på grunn av sin sammensetning er tilstrekkelig til å dekke dyrets dagsbehov*. Fôrmiddel er *et produkt av vegetabilsk eller animalsk opprinnelse i naturlig tilstand, ferskt eller konservert, eller derivat/biprodukt av disse etter industriell bearbeiding, samt organisk eller uorganisk stoff, som kan inneholde tilsetningsstoffer og er bestemt til fôring av dyr*. Det kan brukes ubehandlet eller behandlet som fôr, brukes i produksjon av fôrblandinger eller som bærestoff i premikser. I denne rapporten er fiskeolje, vegetabilsk olje, fiskemel og vegetabiliske proteinkilder eksempel på fôrmiddel. Premiks er *en blanding av tilsetningsstoffer eller ett eller flere tilsetningsstoffer sammen med bærestoffer, og som er beregnet for tilvirkning av fôrblandinger*. Som vi ser av Tabell 1 blir mange av prøvene analysert for flere stoffgrupper, og i tabellen ser vi hvilke parametere som har vært med i analyseprogrammet i 2015 og tallet på utførte analyser for de enkelte stoffgruppene.

De fleste parametere i Tabell 1 er hentet fra regelverket³ over uønskede stoffer (mikrobiologi, organiske og uorganiske fremmedstoffer), regelverket for tilsetningsstoffer⁴ (antioksidanter, mineraler og vitaminer), og fra regelverk knyttet til deklarerings⁵ (fett, protein). I tillegg har vi analysert polybromerte flammehemmere, polyaromatiske hydrokarboner, mykotoksiner, flere pesticidforbindelser, fettsyrer og aminosyrer i fullfôr og fôrmidler, som er stoffer der man trenger bakgrunnskunnsap. Virksomhetenes egenkontroll vil utgjøre langt flere analyseresultater enn hva dette programmet bidrar med, spesielt når det gjelder salmonellakontrollen. Næringsstoffsammensetningen i vegetabilske fôrmiddel er ulik den i marine fôrmiddel, noe som kan ha betydning for ernæringsstatus og helse hos fisk når andelen av vegetabilske fôrmiddel i fiskefôr blir høy. Vi har inkludert flere næringsstoffer i analysespekteret dette året. Noen av de fettløselige (K, E, D) og noen av de vannløselige (B, C) vitaminene er tatt med i tillegg til fettklasser og stivelse.

² FOR-2002-11-07-1290: Forskrift om fôrvarer.

³ FOR-2002-11-07-1290: Forskrift om fôrvarer.

⁴ FOR-2005-04-12-319: Forskrift om tilsetningsstoffer til bruk i fôrvarer.

⁵ FOR-2011-04-02-360: Forskrift om merking og omsetning av fôrvarer.

Tabell 1. Analyseparametre og tall på analyserte prøver i 2015. [Parameters and number of samples analyzed in 2015].

Parameter	Antall analyser 2015
I. Forbudte fôrmidler	
PAP fra drøvtyggere (PCR) ^{a)}	30
Kjøttbeinmel (Lysmikroskopi) ^{b)}	3
II. Uønskede stoff, mikrobiologi	
Salmonella	86
Enterobacteriaceae	10
Aerobe mikroorganismer	86
Mykotoksiner ^{c)}	50
III. Uønskede stoff, Organiske	
PCB ₆	82
Klorerte Pesticider	62
Organfosfat Pesticider	60
Glyfosat	20
Dioksin+ dl PCB	82
PBDE7	82
PAH	82
HBCD og TBBP-A	19
IV. Uønskede stoff, Uorganiske	
Tot As, Cd, Pb, Hg, F	78
V. Tilsetningsstoff	
BHA	76
BHT	76
Ethoxyquin	76
VI. Essensielle næringsstoff med grenseverdi	
Mineraler (Fe, Zn, Cu, Mn, Co, Se, Mo)	78
Vitamin D ₃	71
VII. Stoff der man trenger bakgrunnskunnskap	
Tørrstoff	76
Fosfor og Kalsium	20
Fettsyrer	20
Aminosyrer	50
Stivelse/glykogen	20
Tørrstoff	76
Fettklasser	20
Vitaminer K	22
Vitamin E	20
Vitamin C	20
Vitamin B (folat, pantoten, cobalamin)	20
VIII. Redelighetsanalyser av deklarererte stoff	
Fett	86
Protein	50

a) PAP: prosessert animalsk protein

b) Påvisning av kjøttbeinmel analysert hos ALcontrol Laboratories.

c) Aflatoxin B1, B2, G1, G1, Deoxynivalenol (DON), HT-2 toksin, Ochratoksin A (OchraA), T-toksin, Fumonisin (B1, B2) og Zearalenon

RESULTATER MED DISKUSJON

I. Forbudte fôrmidler

Prosessert animalsk protein (PAP) fra drøvtyggere

I regelverket brukes betegnelsen prosessert animalsk protein, fra det engelske «Processed Animal Protein», eller PAP. TSE-forordningen⁶ er sentral her og formålet med denne er å forebygge, ha kontroll med og utrydde overførbare spongiforme encefalopatier som kan overføres fra dyr til dyr eller fra dyr til mennesker. Denne forskriften ble nylig endret slik at det nå er tillatt å bruke PAP fra ikke-drøvtyggere (for eksempel fra svin og fjørfe) som fôrmiddel til akvakultur, men ikke PAP fra drøvtyggere (storfe, sau og geit). PCR («polymerase chain reaction») og lysmikroskopi er de to metodene som blir brukt for å detektere ulovlig landdyr PAP i fôr. NIFES ble nasjonalt referanselaboratorium (NRL) for PCR metoden i 2012. I 2015 har vi undersøkt 10 fiskemel og 20 fullfôrblandinger for ulovlig PAP ved hjelp av PCR metodikk. Det ble funnet DNA rester fra drøvtyggerarter i tre av de undersøkte fullfôrene. Disse tre prøvene ble også analysert med lysmikroskopi (ALcontrol Laboratories) men her ble det ikke påvist kjøttbeinmel fra drøvtyggerarter i de samme prøvene. Disse resultatene kan tyde på at de tre fullfôrene som var positive for drøvtygger-DNA påvist med PCR skyldes tillatte produkter slik som produkter av melk fra drøvtygger.

II. Uønskede stoffer, mikrobiologiske parametere

I 2015 ble 76 prøver av fullfôr og 10 prøver av fiskemel analysert med hensyn på *Salmonella*. I tillegg ble prøvene av fullfôr analysert for kimtall og prøvene av fiskemel analysert for bakterier i familien Enterobacteriaceae. Vi fikk også inn 10 fullfôrprøver fra oppdrettsanlegg som ble undersøkt for mykotoksiner og kimtall. Biproduktforskriften⁷ har krav til fravær av *Salmonella* og krav til at antallet bakterier i familien Enterobacteriaceae skal være under 300 km/g, i fôrmidler av animalsk opphav (fiskemel). I dag er det ingen grenseverdier for Enterobacteriaceae i fullfôr. Det er også krav om

⁶ FOR-2004-03-30-595. Forskrift om forebygging av, kontroll med og utryddelse av overførbare spongiforme encefalopatier (TSE).

⁷ FOR-2007-10-27-1254: Forskrift om animalske biprodukter som ikke er beregnet på konsum.

varmebehandling eller annet hygieniserende trinn i framstillingen av fôrblending til fisk som et ledd i å redusere smittepresset for *Salmonella*.

Salmonella

Det ble ikke påvist *Salmonella*-bakterier i noen av de 86 undersøkte prøvene av fullfôr og fiskemel i 2015. Ved produksjon av fullfôr blir det benyttet høyt trykk som gir økt temperatur under ekstruderingsprosessen. Det forventes at temperaturen som oppnås i denne prosessen vil drepe eventuelle *Salmonella*-bakterier som eventuelt måtte finnes i ingrediensene til fôret. Når *Salmonella* likevel noen ganger påvises i fullfôr, skyldes dette mest sannsynlig rekontaminering med stedeagne *Salmonella* serovarianter etter varmebehandlingstrinnet.⁸

Enterobacteriaceae

I 2015 ble 10 prøver av fiskemel undersøkt for bakterier i familien Enterobacteriaceae. I en prøve av fiskemel ble det funnet Enterobacteriaceae med en verdi på 3400 CFU/g, for de andre prøvene var verdiene under påvisningsgrensen for metoden (10 CFU/g). Biproduktforskriften har krav til at antallet bakterier i familien Enterobacteriaceae skal være under 300 km/g, i fôrmidler av animalsk opphav (blant annet fiskemel). Bakterier i familien Enterobacteriaceae forekommer normalt i tarmmateriale fra varmblodige dyr inkludert mennesker, og kan overføres til fôr, vann og næringsmidler ved fekal forurensning. Denne parameteren blir ofte benyttet som en indikator for den hygieniske kvaliteten for matvarer og fôr.

Kimtall

I 2015 ble 86 prøver av fullfôr analysert for aerobe kim (hvorav 10 ble tatt ut fra oppdrettsanlegg). Denne parameteren sier noe om hygienisk kvalitet og kvantifiserer totalt antall oksygenkrevende mikroorganismer. Påvisningsgrense for metoden er 1000 CFU/g. I 2015 var 28% av prøvene under påvisningsgrensen for metoden. Snittverdien på de positive prøvene var 10 200 CFU/g med en maksimumsverdi på 115 000 CFU/g. Det høge kimtallet i denne prøven kan indikere uheldig lagring av fullfôret. Snittverdien for de 9 positive prøvene som ble tatt ut fra oppdrettsanlegg var 8200 CFU/g med en maksimumsverdi på 21 000 CFU/g. Dersom vi tar vekk maksverdien på 115 000 CFU/g vil fullfôrene

⁸ Lunestad, B.T., L. Nesse, J. Lassen, B. Svihus, T. Nesbakken, K. Fossum, J. T. Rosnes, H. Kruse and S. Yazdankhah. 2007. *Salmonella* in fish feed; occurrence and implications for fish and human health in Norway, *Aquaculture*, 256:1-8

som er tatt ut fra fôrfabrikk ha lik snittverdi på kimtall som fullfôrene tatt ut på oppdrettsanlegg. Tallene tyder på at fullfôrene fra oppdrettsanlegg ikke har dårligere hygienisk kvalitet enn fullfôrene tatt ut direkte fra fôrfabrikk.

Mykotoksiner

I 2015 ble 10 prøver av vegetabiliske fôrmidler (hvete, solsikke og soya) og 30 tilfeldig valgte prøver av fullfôr (hvorav 10 ble tatt ut fra oppdrettsanlegg) analysert for mykotoksiner. I analysespekteret inngikk: Aflatoksin (B1, B2, G1 og G2), deoxynivalenol (DON), HT-2 toksin, ochratoksin A (ochraA), T-2 toksin, fumonisiner (B1, B2) og zearalenon (Zea). Muggsopp i slekten *Fusarium* er feltsopp som produserer DON, fumonisiner og zearalenon. Lagringsoppene *Penicillium* og *Aspergillus* produserer ochraA. Noen arter i slekten *Aspergillus* kan også produsere aflatotoksiner. Når det gjelder mykotoksiner er det bare fastsatt øvre grenseverdi for aflatoksin B1 på 10 µg/kg i fullfôr og 50 µg/kg i fôrmidler. Det er derimot anbefalt øvre grenseverdier for noen mykotoksiner⁹. Det ble ikke funnet aflatoksin B1 over øvre grenseverdi i noen av de analyserte prøvene. Generelt var de kvantifiserte nivåene av mykotoksiner i fullfôr i 2015 under de nivåene som er rapportert å kunne være helseskadelig for Atlantisk laks (VKM rapport, Risikovurdering av mykotoksiner, 2013) og under anbefalte øvre grenseverdier. Tabell 2 viser gjennomsnittsverdier og konsentrasjonsområde for mykotoksiner i fullfôr og det er gitt gjennomsnittsverdier for DON (40 µg/kg) og Zea (66 µg/kg). De 10 fullfôrene som ble tatt ut fra oppdrettsanlegg hadde tilsvarende mykotoksin-nivå som fullfôr fra fôrfabrikk. Det ble ikke funnet aflatoksin B1 over øvre grenseverdi i noen av de vegetabiliske fôrmidlene. I en prøve av hvetegluten ble det påvist følgende mykotoksiner: DON (140 µg/kg) og Zea (13 µg/kg). Fôrmidlene av soya og mais hadde lave nivåer av alle analyserte mykotoksiner.

⁹ Commission Recommendation 2006/576/EC on the presence of DON, Zea, OchraA, T-2 and HT-2 and Fum in products intended for animal feeding. Commission Recommendation 2013/165/EU on the presence of T-2 and HT-2 toxin in cereals and cereal products.

Tabell 2. Gjennomsnittsverdier og konsentrasjonsområde for mykotoksiner ($\mu\text{g}/\text{kg}$) i fullfôr fra fôrfabrikk, fullfôr fra oppdrettsanlegg og vegetabiliske fôrmiddel i 2015. Aflatoksiner ($<0,1 \mu\text{g}/\text{kg}$), HT-2 ($<10 \mu\text{g}/\text{kg}$), Nivalenol ($<10 \mu\text{g}/\text{kg}$) og T2 ($<10 \mu\text{g}/\text{kg}$) er ikke gitt siden analyserte verdier var under kvantifiseringsgrensen (LOQ). Snittverdier er gitt der 20% eller mer av prøvesvarene er over kvantifiseringsgrensen. Siste rad viser anbefalt øvre grenseverdi i fullfôr. [Mean concentration and range of mycotoxins ($\mu\text{g}/\text{kg}$) in fish feed in 2015. The last row shows the European Commission's recommended maximum mycotoxin residues in feed].

	DON ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	FumB1 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	FumB2 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	OchraA ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	Zea ($\mu\text{g}/\text{kg}$)
Fullfôr fra fôrfabrikk					
2015 (n=20)	40	-	-	-	66
Min-Maks	<20-71	<20-93	<20-66	<1	<10-170
Ant prøver over LOQ	4	2	2	0	6
Fullfôr fra oppdrettsanlegg					
2015 (n=10)	36	-	-	-	78
Min-Maks	<20-41	<20-57	<20-79	<1	<10-93
Ant prøver over LOQ	3	1	1	0	3
Anbefalt øvre grenseverdi ¹⁾	5000	10000 ²⁾	10000 ²⁾		
Vegetabiliske fôrmiddel					
2015 (n=10)	-	-	-	-	-
Min-Maks	<20-140	<20	<20	<2	<10-13
Ant prøver over LOQ	1	0	0	0	1
Anbefalt øvre grenseverdi ³⁾	8000-12000	60000 ⁴⁾	60000 ⁴⁾	250	2000-3000

1) Anbefalte øvre grenseverdier i fullfôr for innhold av muggsopp og mykotoksiner i fôrvarer, gjeldende fra 30. juni 2007.

2) Anbefalte øvre grenseverdi for FumB1 og FumB2 tilsammen er 10000 $\mu\text{g}/\text{kg}$ - fullfôr.

3) Anbefalte øvre grenseverdier i fôrmidler for innhold av muggsopp og mykotoksiner i fôrvarer, gjeldende fra 30. juni 2007.

4) Anbefalte øvre grenseverdi for FumB1 og FumB2 tilsammen er 60000 $\mu\text{g}/\text{kg}$ - fôrmiddel.

III. Uønskede stoffer, organiske fremmedstoff

Klorerte pesticider

Felles for klorerte pesticider er at de har ett eller flere kloratomer i sin struktur. I dag er de aller fleste forbudt på verdensbasis, men på grunn av liten nedbrytning og høy fettløselighet finnes mange av disse pesticidene fortsatt i marine og terrestriske næringskjeder. De fleste klorerte pesticider som finnes i miljøet i dag er, eller har vært, brukt til bekjempelse av insekter. De pesticidene som inngår er spesielt plukket ut fordi det er kjent at de kan akkumulere i fett og fordi EU har satt grenseverdier for flere av disse stoffene i fôr og Norge har inkorporert disse grensene i norsk fôrlovgivning (*Forskrift om fôrvarer*). Bare prøver av fullfôr ble analysert for klorerte pesticider i 2015.

Dieldrin, Aldrin

Grenseverdien for dieldrin og aldrin gjelder isolert eller sammen, uttrykt som dieldrin og er på 20 µg/kg. Vi presenterer dieldrin alene siden ingen av verdiene for aldrin var over LOQ (<0,03-0,19 µg/kg). Dieldrin og aldrin ble analysert i 62 fullfôr i 2015. Nivåene av dieldrin i fullfôr i 2015 var generelt lave med en snittverdi på 1,1 µg/kg (variasjon fra <0,3-2,5 µg/kg) (Tabell 3).

Toksafen

Toksafen er en kompleks blanding av mange relativt like klorerte komponenter. I henhold til grenseverdien gitt i *Forskrift om fôrvarer* presenterer vi dette som summen av indikatorforbindelsene parlar 26, 50 og 62. I 2015 ble 62 fullfôr analysert for toksafen og det ble funnet en snittverdi på sum toksafen på 3,0 µg/kg og med en variasjon fra 1,8 til 6,1 µg/kg (Tabell 3). Alle verdiene er under grenseverdien som er 50 µg/kg i fullfôr.

Klordan

Klordan har blitt analysert siden 2005. Tre former av klordan ble analysert i 62 fullfôr i 2015 (*cis*- og *trans*- klordan og oksyklordan) og resultater er gitt som klordan og med «upperbound» summering. *Cis*-klordan er som regel den som har flest målinger over kvantifiseringsgrensen og som derfor teller mest i denne summeringen. I fullfôr ble det i 2015 funnet en snittverdi på klordan på 1,1 µg/kg og med en variasjon fra 0,6 til 2,9 µg/kg (Tabell 3). Ingen av de analyserte fullfôrene for 2015 var over grenseverdien som er 20 µg/kg for klordan. Av råvarene brukt i fullfôr, er det fiskeolje som inneholder de høyeste nivåer av klordan.

Endosulfan

Øvre grenseverdi for endosulfan i fullfôr er 50 µg/kg og gjelder for summen av alfa- og beta-isomerer og av endosulfansulfat, uttrykt som endosulfan. I Europa er endosulfan ikke lenger i bruk men stoffet brukes i andre deler av verden som eksporterer mat og fôrmiddel til Europa. Vi har siden 2006 analysert de tre ulike formene som er gitt i regelverket og summerer disse slik at vi nå har fått et bedre datagrunnlag for å vurdere mengdene i fôret. Ingen av de analyserte fullfôrene hadde verdier over grenseverdi for endosulfan og snittverdien for 2015 for de 62 fullfôrene var 1,2 µg/kg med ett variasjonsområde fra 0,4 og 2,4. Alle fullfôrene for 2015 var under grenseverdien (Tabell 3).

Heptaklor

To former av heptaklor ble analysert i fullfôr i 2015; heptaklor og heptaklor epoxid. Grenseverdien for heptaklor er uttrykt som summen av heptaklor og heptakloreposid og er 10 µg/kg. I 2015 ble det analysert 62 fullfôr og ingen av det analyserte fullfôrene hadde verdier over LOQ for noen av formene (<0,03-0,56 µg/kg). Dette er i samsvar med målingene som har blitt gjennomført tidligere der man også ser lave nivå av heptaklor.

Tabell 3. Gjennomsnittsinhold og konsentrasjonsområde av ulike pesticider (µg/kg) i fullfôr i 2015. Se tekst for forklaring på sum-verdier. [Mean concentration and range of pesticide levels in fish feed in 2015. Sum values are explained in the text. Maximum levels are given in the last row]

Prøver	Dieldrin ¹⁾ (µg/kg)	Sum Toksafen (µg/kg)	Sum Klordan (µg/kg)	Sum Endosulfan (µg/kg)	HCB (µg/kg)
Fullfôr 2015 (n=62)	1,1	3,0	1,1	1,2	1,6
Min-Maks	<0,3-2,5	1,8-6,1	0,6-2,9	0,4-2,4	0,5-5,4
Øvre grenseverdi ²⁾	20	50	20	50	10

¹⁾ Dieldrin uttrykt som dieldrin alene. ²⁾ Gjeldende grenser for pesticider på fôrområdet i EU og Norge. Øvre grenseverdi for sum endosulfan i parentes i henhold til Direktiv 744/2012 av 16. august 2012 (amending Annexes to Directive 2002/32/EC).

HCB

I 2015 ble 62 fullfôr analysert for heksaklorbenzen (HCB). Grenseverdien for HCB i fullfôr er på 10 µg/kg. I 2015 var snittverdien for HCB 1,6 µg/kg med en variasjon fra 0,5 til 5,4 µg/kg. Ingen av de analyserte fullfôrene hadde verdier over grenseverdi for HCB i 2015.

HCH

I 2015 har vi analysert 62 fullfôr for to former av heksaklorsykloheksan (HCH) (alfa og gamma), men det var kun et fullfôr for gamma isomeren av HCH (lindan) og fire fullfôr for alfa isomeren av HCH som var over kvantifiseringsgrensen. Variasjonen for de to HCH isomerene var <0,08-0,46 µg/kg. Øvre grenseverdi for gamma-HCH i fullfôr er 200 µg/kg.

DDT

I dag er det forbud mot bruk av dette insektmiddelet i de fleste land, men noe brukes fortsatt i bekjempelsen av malaria. DDT (diklor-difenyl-trikloretan) er svært lite nedbrytbart og har blitt vurdert som et miljøproblem siden slutten av 1960-tallet. Vi analyserer på to isomere former av utgangsstoffet DDT (o,p- og p,p-) og de samme to også i nedbrytingsproduktene DDE og DDD. I 2015 ble det analysert 62 fullfôr og resultatene viser at snittverdi for sum DDT (5,1 µg/kg) og høyeste målte verdi (14,1 µg/kg) ligger under grenseverdien på 50 µg/kg (Tabell 4). Fra tidligere fôrrapporter ser vi at den største bidragsyteren til sum DDT i fullfôr, er p,p-DDE isomeren. Vi ser også at for 2015 er det p,p-DDE isomeren som utgjør den største delen av sum DDT og at det er fôr med høy innblanding av marine råvarer (yngelfôr) som har de høye verdiene på p,p-DDE og sum DDT. Snittverdien på p,p-DDE for alle de 62 fullfôrene (Tabell 4) var 3,1 µg/kg i 2015 mot 2,9 µg/kg i 2015 og 3,9 µg/kg i 2013. Generelt vil en høy ratio (total DDE/total DDT) indikere gammelt utslipp der DDT har blitt konvertert til DDE over tid. En lav ratio derimot indikerer nylige utslipp av DDT, da denne ikke har rukket å bli konvertert til nedbrytingsproduktet; DDE.

Tabell 4. Gjennomsnittsinhold og konsentrasjonsområde av ulike DDT-former (µg/kg) i fullfôr i 2015. Summeringen er «upperbound» (se tekst for forklaring). Øvre grenseverdi er gitt i den siste raden som ppb (µg/kg). [Mean concentration and range of DDT isomers in fish feed in 2015. Sum DDT is determined as “upperbound” (see text). Maximum levels are given in the last row, ppb]

Prøver	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)
Fullfôr 2015 (n=62)	0,2	0,5	0,2	1,0	0,1	3,1	5,1
Min-Maks	<0,08-0,7	<0,1-1,3	<0,08-0,9	<0,3-3,1	<0,04-0,3	1,2-8,9	2,1-14,1
Øvre grenseverdi ¹⁾							50

¹⁾ Øvre grenseverdi regulert av Directive 2002/32/EC of the European parliament and of the council of 7 May 2002 on undesirable substances in animal feed

Organfosfat pesticidforbindelser

I 2015 ble 40 fullfôr, 10 vegetabiliske fôrmidler (soya, solsikke og mais) og 10 vegetabiliske oljer (raps) analysert for organfosfat pesticidforbindelser (116 ulike forbindelser). Av de analyserte organfosfat pesticidforbindelsene var det kun klorpyrifos-metyl og pirimifos-metyl som ble funnet. I fullfôrene ble det påvist klorpyrifos-metyl i to prøver like over LOQ (<10 µg/kg) med verdier på 14 og 11 µg/kg. Pirimifos-metyl ble påvist i 43% av fullfôrene med en snittverdi på 14 µg/kg med variasjon fra <10 µg/kg til 46 µg/kg. I to av disse fullfôrene ble klorpyrifos-metyl og pirimifos-metyl påvist samtidig. I de vegetabiliske fôrmidlene ble det påvist klorpyrifos-metyl (100 µg/kg) i en prøve av hvetegluten. I rapsoljene ble det påvist pirimifos-metyl i 50% av de analyserte prøvene med en

snittverdi på 32 µg/kg og en maksimumsverdi på 65 µg/kg. Det er fastsatt MRL verdier for plantevernmiddelrester i vegetabiliske næringsmidler og fôrmidler. Disse er oppgitt på frisk vekt. For bearbeidede produkter må det korrigeres for fortynning/oppkonsentrering som følge av bearbeidingen før man kan sammenlikne med MRL. Det er ikke fastsatt MRL for fullfôr.

Glyfosat

I 2015 ble 10 fullfôr og 10 vegetabiliske fôrmiddel analysert for glyfosat og nedbrytningsproduktet til glyfosat, amino-metyl-fosfonsyre (AMPA). Glyfosat er det mest brukte ugressmiddelet både i Norge og globalt. Glyfosat ble påvist i alle fullfôrene (LOQ 0,01 mg/kg) med en snittverdien på 0,1 mg/kg og variasjon fra 0,03 mg/kg til 0,2 mg/kg. Nivåene av AMPA i fullfôr i 2015 var noe lavere sammenlignet med mengden glyfosat med en snittverdien på 0,01 mg/kg og variasjon fra <0,01 mg/kg til 0,02 mg/kg. Det er fastsatt MRL verdier for plantevernmiddelrester i vegetabiliske næringsmidler og fôrmidler. Disse er oppgitt på frisk vekt. For bearbeidede produkter må det korrigeres for fortynning/oppkonsentrering som følge av bearbeidingen. Det er ikke fastsatt MRL for fullfôr. Glyfosat ble påvist i alle vegetabiliske fôrmiddel med unntak av en prøve av hvetegluten. Snittverdien i de vegetabiliske fôrmidlene var 0,4 mg/kg med en variasjon fra <0,01 mg/kg til 1 mg/kg. Det var produktene av soya som hadde de høyeste verdiene av glyfosat. MRL verdien for soyabønner på frisk vekt er 20 mg/kg. Snittverdien for AMPA i vegetabiliske fôrmiddel var 0,1 mg/kg med en variasjon fra <0,01 mg/kg til 0,1 mg/kg.

PCB og dioksiner

PCB er bygd opp av to benzenringer, hvor opptil 10 H-atomer er byttet ut med kloratomer. Teoretisk kan det dannes 209 ulike former (kongener) som man kan dele inn i to hovedgrupper; Ikke-dioksinlignende PCB (i denne inngår PCB₆) og dioksinlignende PCB (dl-PCB). Dl-PCB har samme virkning som dioksiner. Når man snakker om dioksiner henviser man til to grupper av klorerte hydrokarboner; polyklorerte dibenzo-p-dioksin (PCDD) og polyklorerte dibenzofuraner (PCDF). Det er vanlig å behandle de egentlige dioksinene (PCDD) og dibenzofuranene (PCDF) som en gruppe siden de har svært lik struktur.

PCB₆

Fra 2012 er det i Norge og EU innført en grenseverdi på 40 µg/kg PCB₆ i fullfôr (direktiv 277/2012) der PCB-118 er tatt av PCB₇ - listen i og med at den også inngår i bestemmelsen av sum dioksiner og dl-

PCB. Historisk har dette programmet alltid rapportert PCB₇-tall, men fra 2012 er det PCB₆ tallene det vil bli lagt vekt på (Tabell 5). Normalt utgjør PCB-118 rundt 15 % av PCB₇ i marine prøver. I år rapporterer vi årets resultater for PCB som PCB₆ (også kalt indikator PCB og ikke-dioksinlignende PCB: PCB-28, PCB-52, PCB-101, PCB-138, PCB-153 og PCB-180) av i alt 209 kongenere. Dette er nøkkelkongenere som det er mye av og vil fortelle noe om kildene til PCB. Ytterligere 12 planare PCB-kongenere (dl-PCB) ble målt sammen med dioksin. Det ble analysert 63 prøver av fullfôr, 10 prøver av fiskemel og 9 prøver av fiskeolje for PCB₆ i 2015 (Tabell 5). Resultatene i fullfôr for PCB₆ i 2015 varierte fra 1,3 til 18,1 µg/kg med et gjennomsnitt på 6,5 µg/kg. Ingen av fôrene var over øvre grenseverdi for PCB₆ som er 40 µg/kg i fullfôr. Snittet på de 10 fiskemelsprøvene i 2015 var 10,3 µg/kg med variasjon fra 2,6 til 17,7 µg/kg (PCB₆). Dette er under grenseverdien for fiskemel som er 30 µg/kg. Snittet på de 9 fiskeoljene i 2015 var 45,9 µg/kg med variasjon fra 11,8 til 111,0 µg/kg (PCB₆). Dette er under grenseverdien for fiskeolje som er 175 µg/kg. Når det gjelder de ulike kongenerne i både fiskemel og fiskeolje er det PCB153 og PCB138 som viser de høyeste nivåene. Fôrmidler av vegetabilsk opprinnelse har en øvre grenseverdi på 10 µg/kg for PCB₆.

Tabell 5. Innholdet av kongenerne PCB-28, PCB-52, PCB-101, PCB-138, PCB-153 og PCB-180 og sum PCB₆ i fullfôr, fiskemel og fiskeolje i 2015. Resultatene er oppgitt som µg/kg prøve med gjennomsnitt og variasjon. [Concentration of PCB-28, PCB-52, PCB-101, PCB-138, PCB-153 and PCB-180 and sum PCB₆ in fish feed, fishmeal and fish oil for 2015. Values are given as µg/kg sample with mean value and range. Maximum levels are given below the analyzed values.]

Prøve	PCB-28 (µg/kg)	PCB-52 (µg/kg)	PCB-101 (µg/kg)	PCB-138 (µg/kg)	PCB-153 (µg/kg)	PCB-180 (µg/kg)	Sum PCB ₆ (µg/kg)
Fullfôr 2015 (n=63)	0,3	0,4	1,0	1,6	2,5	0,7	6,5
Min -Maks	0,1-0,6	0,2-1,1	0,2-2,9	0,3-4,2	0,4-7,1	0,2-2,2	1,3-18,1
Øvre grenseverdi							
Fullfôr							40
Fiskemel 2015 (n=10)	0,4	0,6	1,6	2,6	4,1	1,0	10,3
Min -Maks	0,1-0,5	0,2-1,0	0,4-2,5	0,6-4,7	0,8-7,0	0,2-2,1	2,6-17,7
Øvre grenseverdi							
Fiskemel							30
Fiskeolje 2015 (n=9)	1,7	2,8	6,6	11,5	17,4	5,9	45,9
Min -Maks	0,5-3,7	0,8-6,6	1,6-17,6	2,7-25,8	3,4-42,9	1,6-15,1	11,8-111,0
Øvre grenseverdi							
Fiskeolje							175

Direktiv 277/2012 av 28. mars 2012 i forhold til øvre grenseverdier for dioksiner og PCB.

Dioksiner og dl-PCB

I 2015 ble det analysert 63 prøver av fullfôr, 10 prøver av fiskemel og 9 prøver av fiskeolje for dioksiner og dioksinlignende PCB (dl-PCB) (Tabell 6). Dioksiner (summen av polyklorerte dibenzo-paradioksiner (PCDD) og polyklorerte dibenzofuraner (PCDF)) blir uttrykt i toksisitetsekvivalenter i henhold til Verdens helseorganisasjon (WHO), ved bruk av WHO-TEF (toksisitetsekvivalensfaktor, 2005)¹⁰. Dl-PCB er summen av 4 non-orto PCB-er (PCB-77, PCB-88, PCB-126, PCB-169) og 8 mono-orto PCB-er (PCB-105, PCB-114, PCB-118, PCB-123, PCB-156, PCB-157) og blir også uttrykt i toksisitetsekvivalenter (toksisitetsekvivalensfaktor, 2005). Summen av dioksiner og dl-PCB oppgis som sum totale toksikologiske ekvivalenter (sum TEQ) (toksisitetsekvivalensfaktor, 2005). Det er øvre grenseverdier i fullfôr, fiskemel og fiskeolje for dioksiner og sum TEQ (dioksiner + dl-PCB). Resultatene er presentert som «upperbound» det vil si at konsentrasjonen av de kongenere som ikke kan kvantifiseres settes lik LOQ. Konsentrasjonen for de ulike kongenere blir multiplisert med sine respektive 2005 TEF verdier og summert.

Resultatene for dioksiner (sum av 17 former for PCDD/PCDF) i fullfôr varierte fra 0,12 til 0,63 ng TEQ/kg med et gjennomsnitt på 0,35 ng TEQ/kg i 2015 (Tabell 6). Øvre grenseverdi for fullfôr¹¹ er på 1,75 ng TEQ/kg og vi ser at verdiene for 2015 er lavere enn denne grensen. I 2015 hadde heller ingen av de analyserte fullfôrene verdier over tiltaksgrensen for dioksiner (sum PCDD/PCDF) som er på 1,25 ng TEQ/kg. Videre viser Tabell 6 at sum dl-PCB i fullfôr i 2015 hadde en snittverdi på 0,41 TEQ/kg med variasjon fra 0,17 til 1,21 ng TEQ/kg. Det er ingen øvre grenseverdi for sum dl-PCB i fiskefôr, grenseverdien er satt for summen av dioksiner (PCDD/PCDF) og dl-PCB, men en tiltaksgrense på 2,5 ng TEQ/kg. Ingen av fullfôrene var over denne tiltaksgrensen for sum dl-PCB. Summen av dioksiner og dl-PCB i fullfôr (sum TEQ), var i 2015 på 0,76 ng TEQ/kg med en variasjon fra 0,30 til 1,74 ng TEQ/kg. Ingen av de analyserte fiskefôrene var over øvre grenseverdi på 5,5 ng TEQ/kg fullfôr.

Gjennomsnittsinholdet av dioksiner (sum av PCDD/PCDF) i 10 prøver av fiskemel var 0,52 ng TEQ/kg med en variasjon fra 0,23 til 0,81 ng TEQ/kg i 2015 (Tabell 6), noe som er lavere enn øvre grenseverdi på 1,25 ng TEQ/kg. Gjennomsnittsinholdet av dl-PCB i prøvene av fiskemel var 0,77 ng TEQ/kg med en variasjon fra 0,19 til 1,31 ng TEQ/kg. Sum TEQ i fiskemel viste et gjennomsnitt på 1,29 ng TEQ/kg med en variasjon fra 0,41 til 1,81 (Tabell 6) som var under øvre grenseverdi på 4,0 ng TEQ/kg.

¹⁰ WHO-TEF til vurdering av helserisiko for mennesker, basert på konklusjoner fra WHO's ekspertmøte for det internasjonale programmet for kjemisk sikkerhet, som ble holdt i Genève i juni 2005 (Martin van den Berg et al., The 2005 World Health Organisation Re-evaluation of Human and Mammalian Toxic Equivalency Factors for Dioxins and Dioxin-like Compounds. Toxicological Sciences 93(2), 223-241 (2006)).

¹¹ Direktiv 2777/2012 av 28. mars 2012

Gjennomsnittsinholdet av dioksiner i 9 prøver av fiskeolje var 1,30 ng TEQ/kg med en variasjon fra 0,77 til 3,00 ng TEQ/kg i 2015 (Tabell 6), noe som er lavere enn øvre grenseverdi på 5,0 ng TEQ/kg. Gjennomsnittsinholdet av dl-PCB i prøvene av fiskeolje var 2,43 ng TEQ/kg med en variasjon fra 1,17 til 5,25 ng TEQ/kg. Sum TEQ i fiskeolje var 3,73 ng TEQ/kg med en variasjon fra 1,94 til 8,26 ng TEQ/kg i 2015 (Tabell 6) som er under øvre grenseverdien som er på 20,0 ng TEQ/kg.

Tabell 6. Innhold av sum dioksiner (sum PCDD og PCDF), sum dl-PCB og sum totale toksikologiske ekvivalenter (sum TEQ) i fullfôr, fiskemel og fiskeolje i 2015. Konsentrasjonene er gitt som snittverdier med min-maks i ng TEQ/kg («upperbound»). Øvre grenseverdier er gitt under de analyserte verdiene. [Concentration of sum dioxins (PCDD and PCDF), sum dl-PCB and sum TEQ in fish feed, fish oil and fishmeal in 2015. Concentrations are given in ng TEQ/kg (“upperbound”), and maximum levels are given below the analyzed values].

Prøve	Sum PCDD/PCDF (ng TEQ/kg ^a)	Sum dl-PCB (ng TEQ/kg ^b)	Sum TEQ (ng TEQ/kg)
Fullfôr 2015 (n=63) Grenseverdi fullfôr ^c	0,35 (0,12-0,63) 1,75	0,41 (0,17-1,21)	0,76 (0,30-1,74) 5,5
Fiskemel 2015 (n=10) Grenseverdi fiskemel, biprodukt (-olje) ^c	0,52 (0,23-0,81) 1,25	0,77 (0,19-1,31)	1,29 (0,41-1,81) 4,0
Fiskeolje 2015 (n=9) Grenseverdi fiskeolje ^c	1,30 (0,77-3,00) 5,0	2,43 (1,17-5,25)	3,73 (1,94-8,26) 20,0

a) ng TEQ (WHO 2005)/kg (konsentrasjonen multiplisert med en gitt toksisitetsekvivalens-faktor)

b) Non-orto PCB kongenere (IUPAC code PCB 77, 81, 126 og 169) og mono-orto PCB kongenere (IUPAC code PCB 105, 114, 118, 123, 156, 157, 167 og 189)

c) Gjeldende grenser for dioksiner og dioksinlignende PCB på fôrområdet i henhold til Direktiv 277/2012 av 28. mars 2012.

Polybromerte flammehemmere

Polybromerte flammehemmere er betegnelsen på en gruppe organiske stoffer som er brannhemmende. De brukes som tilsetninger i en rekke produkter, som elektriske artikler, elektroniske kretskort, tekstiler og bygningsmaterialer og kan ha alvorlige effekter både for helse- og miljø. Det er fire hovedklasser av polybromerte flammehemmere som brukes: tetrabromobisfenol A (TBBP-A), heksabromsyklododekan (HBCD), polybromerte difenyletere (PBDE) og polybromerte bifenyler (PBB). Bruken av TBBP-A og HBCD er forholdsvis stor i Asia i forhold til i Europa og Amerika, og med økende handel og transport av fôrmidler og matvarer er det viktig å vite noe om disse forbindelsene. Nasjonalt har Miljødirektoratet laget en handlingsplan for reduksjon av utslipp av bromerte flammehemmere¹². I 2015 rapporterer vi

¹² <http://www.miljostatus.no/tema/Kjemikalier/Noen-farlige-kjemikalier/Bromerte-flammehemmere/#B>

sum PBDE₇ i fullfôr, fiskemel og fiskeolje og sum HBCD (α , β og γ) TBBP-A i fiskeolje og fiskemel. Det er ikke satt grenseverdier nasjonalt eller i EU for bromerte flammehemmere i fullfôr eller fôrmidler.

Når det gjelder PBDE er det 209 forskjellige kjemiske former (kongenerne), navngitt i forhold til antallet og plasseringen av bromatomene i ringstrukturene. Den mest utbredte kongeneren som finnes i mennesker og i naturen er PBDE-47, men også PBDE-99 og PBDE-100 er vanlig forekommende. Vi måler disse tre samt PBDE kongenerne 28, 153, 154 og 183 og summerer dette som PBDE₇. Tabell 7A viser gjennomsnittsinholdet (og minimum og maksimum nivå) av PBDE kongenerne (PBDE-28, 47, 99, 100, 153, 154, og 183) i fullfôr, fiskemel og fiskeolje. I 2015 ble det analysert 63 fullfôr og snittverdien for PBDE₇ var 0,58 $\mu\text{g}/\text{kg}$ med en variasjon fra 0,15 $\mu\text{g}/\text{kg}$ til 1,97 $\mu\text{g}/\text{kg}$. Kongenerprofilen viser at PBDE-47 er den dominerende kongeneren i fullfôr og utgjør omtrent 60-70 % av sum PBDE i fiskefôr (se Tabell 7A). Denne høye andelen av PBDE-47 av sum PBDE tilsvarer sammensetningen i laksefilet. I 2015 ble det analysert 10 fiskemel og snittverdien for PBDE₇ var 0,80 $\mu\text{g}/\text{kg}$ med en variasjon fra 0,15 $\mu\text{g}/\text{kg}$ til 1,91 $\mu\text{g}/\text{kg}$. Snittverdien for de 9 fiskeoljene som ble analysert i 2015 var 4,75 $\mu\text{g}/\text{kg}$ med en variasjon fra 0,74 $\mu\text{g}/\text{kg}$ til 14,92 $\mu\text{g}/\text{kg}$. Kongenerprofilen viser at PBDE-47 også er den dominerende kongeneren i fiskeolje og fiskemel.

I 2015 ble det analysert 10 fiskemel og 9 fiskeoljer for TBBP-A og tre HBCD kongenerne (α , β og γ) (Tabell 7B). Snittverdien for summen av de tre HBCD kongenerne var 0,26 $\mu\text{g}/\text{kg}$ i fiskemel og 1,30 $\mu\text{g}/\text{kg}$ i fiskeolje med maksverdier på henholdsvis 0,57 $\mu\text{g}/\text{kg}$ og 3,04 $\mu\text{g}/\text{kg}$. Den dominerende HBCD kongeneren i både fiskeolje og fiskemel var α -HBCD. Verdiene for TBBP-A var under LOQ i både fiskemel og fiskeolje.

Det er ikke satt grenseverdier nasjonalt eller i EU for bromerte flammehemmere verken i fullfôr, fôrmidler eller mat. EFSA har vært aktive på feltet og data fra NIFES, blant annet fra dette programmet, har blitt spilt inn slik at vi har kunnet bidra med et faglig grunnlag for hva som kan forventes å finnes. Selv om det ikke foreligger grenseverdier er det viktig å følge utviklingen i konsentrasjonen av bromerte flammehemmere i og med at dette er stoff som fremdeles er i aktiv bruk.

Tabell 7A. Gjennomsnittsinhold av polybromerte flammehemmere, PBDE kongenerne ($\mu\text{g/kg}$ prøve) i fullfôr, fiskemel og fiskeolje i 2015. Summeringen er «upper bound» (se tekst). [Mean content and range of levels of PBDE congeners ($\mu\text{g/kg}$ sample) in fish feed, fishmeal and fish oil in 2015. The sums are «upper bound» (see text for explanation)].

Prøve	PBDE-28 ($\mu\text{g/kg}$)	PBDE-47 ($\mu\text{g/kg}$)	PBDE-100 ($\mu\text{g/kg}$)	PBDE-99 ($\mu\text{g/kg}$)	PBDE-154 ($\mu\text{g/kg}$)	PBDE-153 ($\mu\text{g/kg}$)	PBDE-183 ($\mu\text{g/kg}$)	Sum PBDE ₇ ($\mu\text{g/kg}$)
Fullfôr 2015 (n=63)	0,03	0,35	0,07	0,05	0,05	0,02	-	0,58
Min-Maks	<0,01- 0,14	0,06- 1,37	<0,01- 0,25	<0,02- 0,13	<0,01- 0,16	<0,01- 0,05	<0,02- <0,03	0,15- 1,97
Fiskemel 2015 (n=10)	0,03	0,48	0,08	0,08	0,10	0,03	-	0,80
Min-Maks	<0,01- 0,06	0,07- 1,17	0,01- 0,18	<0,01- 0,17	0,01- 0,24	<0,01- 0,07	<0,01- <0,02	0,15- 1,91
Fiskeolje 2015 (n=9)	0,25	3,22	0,57	0,25	0,30	0,09	-	4,75
Min-Maks	<0,03- 1,23	0,33- 10,89	0,07- 1,77	0,15- 0,68	<0,04- 0,72	<0,03- 0,24	<0,07- <0,09	0,74- 14,92

Tabell 7B. Gjennomsnittsinhold av HBCD kongenerne og TBBP-A ($\mu\text{g/kg}$ prøve) i fiskemel og fiskeolje i 2015. Summeringen er «upperbound». [Mean concentration (and range) of HBCD congeners and TBBP-A ($\mu\text{g/kg}$ sample) in fishmeal and fish oil in 2015. Sums are “upperbound”].

Prøve	α -HBCD ($\mu\text{g/kg}$)	β -HBCD ($\mu\text{g/kg}$)	γ -HBCD ($\mu\text{g/kg}$)	Sum HBCD ($\mu\text{g/kg}$)	TBBP-A ($\mu\text{g/kg}$)
Fiskemel 2015 (n=10)	0,20	-	0,06	0,26	-
Min -Maks	<0,01-0,57	<0,01-0,08	0,01-1,21	0,07-0,57	<0,17-<0,25
Fiskeolje 2015 (n=9)	1,05	0,05	0,08	1,30	-
Min -Maks	<0,03-2,79	<0,03-0,14	<0,03-0,15	0,45-3,04	<0,5

Polyaromatiske hydrokarboner (PAH)

I 2015 ble 62 fullfôr, 10 vegetabiliske oljer og 10 vegetabiliske fôrmidler analysert for 16 PAH-forbindelser¹³. Til nå foreligger det ingen grenseverdier verken for fullfôr eller fôrmidler. PAH₄ er summen av de tyngre og kreftfremkallende PAH-komponentene: benzo(a)pyren, benzo(a)antracen, chrysen og benzo(b)fluoranten. Alle PAH₄ beregningene i denne rapporten er gitt som «upperbound».

Verdiene for PAH i fullfôr, vegetabilisk olje og vegetabiliske fôrmidler er gitt i Tabell 9. I 2015 var 35 av fullfôrene over kvantifiseringsgrensen for chrysen (56% av fôrene) og 23 av fullfôrene for

¹³ benzo(a)antracen, chrysen, benzo(b)fluoranten, benzo(k)fluoranten, benzo(j)fluoranten, benzo(a)pyrene, indeni(1,2,3-cd) pyrene, dibenzo(a,h)antracen, benzo(ghi)perylene, dibenzo(a,l)pyrene, dibenzo(a,i)pyrene, dibenzo(a,h)pyrene, dibenzo(a,e)pyrene, cyclopenta(c,d)pyrene, 5-methylchrysen og benzo(c)fluoprene.

benzo(a)pyren (37% av fôrene). Chrysen hadde et «upperbound» gjennomsnitt på 0,8 µg/kg i 2015 og benzo(a)pyren hadde et «upperbound» gjennomsnitt på 0,6 µg/kg i 2015. De senere år er det flere funn av indikatorkomponenten benzo(a)pyren i fullfôr sammenlignet med tidligere år, noe som kan skyldes økningen i bruk av vegetabiliske oljer. Det som er spesielt med PAH i motsetning til andre organiske miljøgifter er at vi ser høyere konsentrasjoner i vegetabiliske oljer enn i fiskeoljer. Dette kan skyldes at PAH ofte dannes ved høye temperaturer som f.eks. ved prosessering av vegetabiliske ingredienser. Vi ser at sum PAH₄ i fullfôr for 2015 er noe høyere (2,6 µg/kg) sammenlignet med 2013 (1,9 µg/kg), men identisk med verdien for PAH₄ i fullfôr rapport i 2014. PAH ble også målt i vegetabiliske fôrmidler (Tabell 9) og det var kun en prøve av hvetegluten som hadde kvantifiserbare verdier av PAH i 2015. Denne ene prøven av hvetegluten inneholdt 13,0 µg/kg sum PAH₄, der chrysen utgjorde den største andelen (4,0 µg/kg). I rapsoljene som ble analysert i 2015 ble indikatorkomponenten benzo(a)pyren påvist over påvisningsgrensen i 9 av 10 prøver og «upperbound» snittet var på 1,8 µg/kg. Chrysen ble påvist i alle rapsolje prøver og snittet var 2,8 µg/kg i 2015 med en variasjon fra 0,7 µg/kg til 4,4 µg/kg. Sum PAH₄ i de analyserte vegetabiliske oljene var 8,8 µg/kg i 2015 noe som er høyere enn snittet i 2014 (6,9 µg/kg).

Tabell 9. PAH i fullfôr, vegetabiliske fôrmidler og vegetabiliske oljer i 2015. Alle verdier er gitt som variasjonsområde i µg/kg. Antall prøver over LOQ viser antall verdier som var over kvantifiseringsgrensen for den enkelte analytt i forhold til totalt antall prøver. PAH₄ er “upperbound” summering. [PAH concentrations in fish feed and vegetable feed ingredients in 2015. All values are µg/kg and the number of measured values higher than the LOQ are given in relation to the total number of samples analyzed. The sums of PAH₄ are “upperbound”].

Komponent	Fullfôr 2015		Vegetabiliske fôrmidler 2015		Vegetabiliske oljer 2015	
	Variasjon µg/kg	Antall prøver over LOQ	Variasjon µg/kg	Antall prøver over LOQ	Variasjon µg/kg	Antall prøver over LOQ
Benzo[a]antracen	<0,5-2,4	29/62	<0,5	0/10	0,7-3,6	10/10
Chrysen	<0,5-3,7	35/62	<0,5-4,0	1/10	0,7-4,4	10/10
Benzo[b]fluoranten	<0,5-1,1	26/62	<0,5-3,2	1/10	<0,5-3,0	9/10
Benzo[k]fluoranten	<0,5	0/62	<0,5-1,5	1/10	<0,5-1,8	8/10
Benzo(j)fluoranten	<0,5-0,7	3/62	<0,5-1,8	1/10	<0,5-1,8	8/10
Benzo[a]pyren	<0,5-1,3	23/62	<0,5-2,1	1/10	<0,5-3,0	9/10
Indeno[1,2,3-cd]pyren	<0,5-0,6	1/62	<0,5-1,5	1/10	<0,5-2,8	8/10
Diebenzo[a,h]antracen	<0,5	0/62	<0,5	0/10	<0,5	0/10
Benzo[g,h,i]perylen	<0,5-1,9	13/62	<0,5-1,7	1/10	<0,5-2,9	9/10
Dibenzo(a,l)pyren	<1,0	0/62	<1,0	0/10	<1,0	0/10
Dibenzo(a,i)pyren	<1,0	0/62	<1,0	0/10	<1,0	0/10
Dibenzo(a,h)pyren	<1,0	0/62	<1,0	0/10	<1,0	0/10
Dibenzo(a,e)pyren	<1,0	0/62	<1,0	0/10	<1,0	0/10
Cyclopenta(c,d)pyren	<1,0-1,4	2/62	<1,0	0/10	<1,0-4,7	5/10
5-metylchrysen	<1,0	0/62	<1,0	0/10	<1,0	0/10
Benzo(c)fluoren	<1,0	0/62	<1,0	0/10	<1,0-1,2	1/10
Σ PAH₄¹⁾	2,6		-		8,8	
(min-maks)	<2,0-8,5		<2,0-13,0		2,4-12,5	

1) Benzo[a]pyren, Benzo[a]antracen, Chrysen og Benzo[b]fluoranten gitt som “upperbound”.

IV. Uorganiske fremmedstoff/metall

Mineraler og tungmetaller blir beskrevet to ulike steder i denne rapporten. De som blir omtalt i denne første delen er de grunnstoffene som primært er uønsket, altså arsen og tungmetallene. Tidligere målte man kun total mengde av grunnstoffene, men ny kunnskap og nye analysemetoder har ført til at en også i økende grad kan dokumentere hvilke kjemiske former grunnstoffet foreligger. Dette er vesentlig for vurdering av eventuell helserisiko siden det er stor forskjell i giftighet mellom forskjellige kjemiske former.

Arsen (As) – total

I 2015 ble 50 fullfôr analysert for total arsen (Tabell 10). Gjennomsnittverdien for total arsen var 2,0 mg/kg med en variasjon fra 1,0 mg/kg til 4,7 mg/kg i fullfôr i 2015. Ingen målte verdier oversteg

grenseverdien for total arsen i 2015 som er 10 mg/kg. De vegetabiliske fôrmidlene som ble undersøkt hadde generelt et lavt innhold av total arsen. Det var en rapsolje som hadde 1,6 mg/kg total arsen i 2015, men dette var under grenseverdien som er 2 mg/kg (Tabell 10). I 2015 ble 8 mineralpremikser analysert for total arsen og snittverdien var 0,6 mg/kg med variasjon fra 0,2 til 1,0 mg/kg. Det er ingen grenseverdier for total arsen i premikser. I 2015 ble ingen marine råvarer analysert for total arsen. Detaljer om innhold av total- og uorganisk arsen i marine råvarer er publisert i Julshamn m.fl. (2012)¹⁴ samt tidligere fôrrapporter. Fiskeolje har ikke blitt analysert for total arsen de siste årene (se fôrrapport for 2008).

Kadmium (Cd)

Kadmiuminnholdet i fullfôr, vegetabiliske fôrmidler og premikser for 2015 er gitt i Tabell 10. Resultatene for fullfôr viste et snitt på 0,2 mg/kg med variasjonen i kadmiuminnholdet i fra 0,08 til 0,3 mg/kg. Grenseverdien for kadmium i fullfôr til fisk er på 1,0 mg/kg og ingen av prøvene var over grenseverdien. I de vegetabiliske fôrmidlene var snittverdien for kadmium i 2015 på 0,06 mg/kg (variasjon 0,01-0,34). I vegetabiliske oljer var kadmiumkonsentrasjonen lavere enn LOQ i alle oljene som ble analysert. Mineralpremikser og tilsetningsstoffer har også vist seg å bidra med kadmium i fullfôr. I 2015 analyserte vi 8 premikser og snittverdien var 0,5 mg/kg med variasjon fra 0,1 til 1,3 mg/kg. Dette er under grenseverdien for kadmium i premikser som er på 15 mg/kg.

¹⁴ Kåre Julshamn, Bente Merete Nilsen, Sylvia Frantzen, Stig Valdersnes, Amund Måge, Kjell Harald Nedreaas, Jens Jørgen Sloth. Total and inorganic arsenic in fish samples from Norwegian waters. *Food Additives and Contaminants*; Volum 5.(4) S. 229-235

Tabell 10 Innholdet av total arsen (As), kadmium (Cd), kvikksølv (Hg) og bly (Pb) i fullfôr, vegetabiliske fôrmidler og mineralpremikser i 2015 (mg/kg prøve). Siste kolonne viser gjeldende grenseverdier. [The concentrations (mean and range) of total As, Cd, Hg and Pb in fish feed, vegetable feed ingredients and mineral premixes in 2015 (mg/kg sample). The last column shows the maximum levels].

Spormetall	Analyser (N)	Gjennomsnitt (mg/kg)	Min (mg/kg)	Maks (mg/kg)	Grenseverdi (mg/kg)
Arsen (As), total					
Fullfôr	50	2,0	1,0	4,7	10,0
Veg fôrmiddel	10	0,02	<0,01	0,04	2,0
Veg olje	10	0,2	<0,01	1,6	2,0
Mineralpremikser	8	0,6	0,2	1,0	-
Kadmium (Cd)					
Fullfôr	50	0,2	0,08	0,3	1,0
Veg fôrmiddel	10	0,06	0,01	0,34	1,0
Veg olje	10	-	<0,004	<0,005	1,0
Mineralpremikser	8	0,5	0,1	1,3	15
Kvikksølv (Hg), total					
Fullfôr	50	0,02	<0,004	0,09	0,2
Veg fôrmiddel	10	-	<0,005	0,01	0,1
Veg olje	10	-	<0,004	<0,005	0,1
Mineralpremikser	8	0,11	<0,004	0,51	-
Bly (Pb)					
Fullfôr	50	0,04	<0,02	0,1	5
Veg fôrmiddel	10	0,03	<0,03	0,04	10
Veg olje	10	-	<0,02	0,07	10
Mineralpremikser	8	0,73	0,36	1,90	200

Kvikksølv (Hg)

Det ble analysert 50 fullfôr for kvikksølv (Hg) i 2015 og resultatene er gitt i Tabell 10. Resultatene for 2015 viser at kvikksølvkonsentrasjonen i fullfôr varierte fra <0,004 til 0,09 mg/kg med en gjennomsnittsverdi på 0,02 mg/kg fullfôr. Ingen av fullfôrene oversteg øvre grenseverdi på 0,2 mg/kg i fullfôr. Kvikksølvinnholdet i vegetabiliske fôrmidler er lavt og var under kvantifiseringsgrensen i alle de analyserte vegetabiliske fôrmidlene i 2015, bortsett fra en prøve av hvetegluten (Tabell 10). Kvikksølv ble også undersøkt i de 8 premiksene og resultatene viste et snitt på 0,11 mg/kg med en variasjon fra under deteksjonsgrensen (<0,004) til 0,51 mg/kg. Det er ingen grenseverdi for kvikksølv i premikser.

Bly (Pb)

Blyinnholdet i fullfôr, vegetabiliske fôrmidler og premikser er vist i Tabell 10. Resultatene i fullfôr viser at det er svært lave konsentrasjoner av bly både i fullfôr og i de fôrmidlene som er analysert i de senere år. Analyseverdiene i fullfôr varierte fra mindre enn 0,02 til 0,1 mg/kg i 2015. Gjennomsnittsverdien var 0,04 mg/kg noe som er under øvre grenseverdi for bly i fullfôr som er 5 mg/kg. I 2015 hadde

vegetabiliske fôrmidler et snitt på 0,03 mg/kg. Det var kun en rapsolje som hadde kvantifiserbare verdier av bly og denne olje hadde en verdi på 0,07 mg/kg. Økt bruk av vegetabiliske fôrmidler synes derfor ikke å være noe problem med hensyn på en eventuell overskridelse av grenseverdien for bly i fullfôr. Mengde bly ble også undersøkt i de 8 premiksene og resultatene viser en snittverdi på 0,73 mg/kg med en variasjon fra 0,36 mg/kg til 1,90 mg/kg. Alle premiksene var under øvre grenseverdien som er 200 mg/kg for bly.

V. Tilsetningsstoff

I rapporten er resultatene for tilsetningsstoffer gruppert i flere undergrupper, blant annet antioksidanter, fargestoffer, mikromineraler og vitaminer. For visse tilsetningsstoffer, for eksempel vitaminer og mineraler vil det være bidrag fra fôrmidlene. Regelverket¹⁵ om tilsetningsstoffer slår ikke inn med mindre stoffet er tilsatt.

Antioksidanter

Det er flere syntetiske antioksidanter som er tillatt å bruke i fiskefôr i Norge og EU blant annet propylgallat, oktylgallat, butylhydroksyanisol (BHA), butylhydroksytoluen (BHT), ethoxyquin (EQ) og syntetiske former av askorbinsyre (vitamin C) og tokoferol (vitamin E). Som tidligere år har vi også i 2015 målt BHA, BHT og EQ (Tabell 11). Syntetiske antioksidanter blir tilsatt både i fôrråstoff og i ferdig fôr for å unngå harskning og vil således forbedre holdbarheten av fullfôr og fôrmidler. EQ blir bl.a. tilsatt fiskemel som skal transporteres lange strekninger med båt i henhold til krav om beskyttelse mot oksidasjon fra International Maritime Organization (IMO). Dette er for å hindre varmeutvikling og eksplosjon ved transport. Fiskemelet skal tilsettes minst 100 mg/kg EQ dersom det skal transporteres med båt (www.unece.org)¹⁶. Det er etablert grenseverdier for summen av EQ, BHT og BHA i fullfôr til fisk på maksimum 150 mg/kg fôr. Disse tilsetningsstoffene er ikke godkjent til bruk i næringsmidler i Norge eller EU. Hovedsakelig blir det brukt EQ i fiskemel og andre marine mel og BHT i marine oljer,

¹⁵ Forskrift om merking og omsetning og Forskrift om tilsetningsstoffer til bruk i fôrvarer.

¹⁶ Committee of Experts on the Transport of Dangerous Goods and on the Globally Harmonized System of Classification and Labelling of Chemicals.

mens BHA i liten grad blir brukt. I fullfôr, som også kan ha en egen tilsetning av antioksidanter får vi da en blanding av de ulike antioksidantene.

Tre syntetiske antioksidanter ble analysert i 76 fullfôr i 2015. Som i tidligere rapporter gir vi data på sum antioksidanter som er summen av BHA, BHT og EQ. Konsentrasjonen av sum antioksidanter i fullfôr varierte fra 2,8 til 56,0 mg/kg med gjennomsnittsverdi på 16,2 mg/kg i 2015 (Tabell 11). Konsentrasjonen av EQ i fullfôr varierte fra 0,9 mg/kg til 35,0 mg/kg med snittverdi på 6,5 mg/kg i 2015. Flere oksidasjonsprodukt kan dannes fra EQ under lagring som for eksempel EQ dimer (EQDM), quinone imine og de-ethylert ethoxyquin. Lagringsforsøk med EQ viser imidlertid at EQ er stabilt og at små mengder av oksidasjonsprodukter dannes under normale lagringsforhold (upubliserte data). EQDM er ikke en del av regelverket. Konsentrasjonen av EQ ble også bestemt i fiskemel og vegetabiliske fôrmidler i 2015 og snittverdiene var henholdsvis 29,0 mg/kg og 0,04 mg/kg. De høyeste verdiene fant vi i fiskemel der resultatene varierte fra 5 mg/kg til 66 mg/kg.

Tabell 11 Innhold av antioksidantene ethoxyquin (EQ), BHA og BHT i fiskemel og vegetabiliske fôrmidler i 2015. Verdiene er gitt som mg/kg prøve. Øvre grenseverdier for ethoxyquin + BHA + BHT, alene eller til sammen er 150 mg/kg. [Concentrations of the synthetic antioxidants ethoxyquin (EQ), BHA and BHT in fish feed, fishmeal and vegetable feed ingredients for 2015. Values are in mg/kg feed. The maximum level for ethoxyquin + BHA + BHT in feed, alone or combined is 150 mg/kg].

Matriks	Ethoxyquin (mg/kg)	BHA (mg/kg)	BHT (mg/kg)	Sum Antioksidanter (mg/kg) ¹⁾
Fullfôr 2015 (n=76)	6,5	3,0	6,7	16,2
Min-Maks	0,9-35,0	0,02-28,0	<0,04-35,0	2,8-56,0
Fiskemel 2015 (n=10)	29,0	-	-	-
Min-Maks	5,0-66,0	-	-	-
Veg fôrmidler 2015 (n=10)	0,04	-	-	-
Min-Maks	<0,009-0,14	-	-	-

¹⁾ Sum Antioksidanter er ethoxyquin + BHA + BHT

Jern (Fe)

Det ble i 2015 analysert jern i 50 fullfôr. Det ble ikke målt jern i verken fiskemel eller fiskeoljer i 2015, men tidligere data for jern i marine fôrmidler finnes i tidligere fôrrapporter. Jern i fiskefôr kommer hovedsakelig fra fiskemel, hvor konsentrasjonen varierer noe, samt at noe av dette jernet kan komme fra selve produksjonsprosessen (jernspon). Det er stor forskjell på i hvilken grad ulike former av jern er tilgjengelig og en høy verdi i fôr fører ikke nødvendigvis til høyt opptak av jern i fisken hvis kilden er

lite tilgjengelig (se f.eks. Maage & Sveier, 1998¹⁷). I fullfôr varierte konsentrasjonen fra 87 til 310 mg/kg med en gjennomsnittsverdi på 156 mg/kg. Ingen av fullfôrene var over grenseverdien for jern som er 750 mg/kg hvis det blir tilsatt (Tabell 12). I vegetabiliske fôrmidler varierte konsentrasjonen fra 34 til 230 mg Fe/kg med en gjennomsnittsverdi på 140 mg/kg. Det var en prøve av hvetegluten som inneholdt 34 mg Fe/kg og en prøve av soyaprotein konsentrat som inneholdt 230 mg/kg. I vegetabilisk olje varierte konsentrasjonen av jern fra 1 mg/kg til 2 mg/kg med et gjennomsnitt på 1 mg/kg. Dagens fôr med høye innblandinger av planteprotein kan føre til lavere bidrag av visse mineraler fra råstoffene, deriblant jern. Årets data viser at tre fullfôr hadde målte jernverdier som var mindre enn 100 mg/kg. I 2015 ble 8 premikser analysert for innhold av jern og snittverdien var på 16081 mg/kg med variasjon fra 750 mg/kg til 37000 mg/kg.

Tabell 12 Innhold av jern, sink, mangan, kobber, kobolt, molybden og selen i fullfôr, vegetabiliske fôrmidler og premikser i 2015. Verdiene er gitt som snittverdier i mg/kg med minimums- og maksimumsverdier. Øvre grenseverdier er gitt under de analyserte verdiene. [Concentrations of Fe, Zn, Mn, Cu, Co, Mo and Se in fish feed, vegetable feed ingredients and premixes in 2015. Mean values are given as mg/kg sample with min and max values. Maximum levels are given below the analyzed values].

Prøve (n)	Jern (Fe) (mg/kg)	Sink (Zn) (mg/kg)	Kobber (Cu) (mg/kg)	Mangan (Mn) (mg/kg)	Kobolt (Co) (mg/kg)	Molybden (Mo) (mg/kg)	Selen (Se) (mg/kg)
Fullfôr (n=50)	156	153	10	40	0,1	1,6	0,6
Min-Maks	87-310	120-200	6-16	22-83	0,05-1,0	0,5-2,0	0,3-1,1
Grenseverdi ¹⁾	750	200	25	100	2	2,5	0,5
Veg fôr (n=10)	140	53	9	35	-	3,8	0,1
Min-Maks	34-230	41-98	5-28	21-39	<0,02-0,15	<0,5-6,0	<0,01-0,3
Veg olje (n=10)	1	1	-	0,5	-	-	-
Min-Maks	1-2	<0,5-3	<0,09-1,7	0,2-0,6	<0,02	<0,5	<0,01
Premiks (n=8)	16081	54763	2819	14716	11	-	27
Min-Maks	750- 37000	100- 110000	52- 6100	230- 38000	1- 38	<0,5- 1,0	1- 98

¹⁾ Grenseverdien gjelder for summen av det naturlig forekommende og tilsatt mengde i fôrvaren, men bare hvis stoffet er tilsatt.

¹⁷ Maage A og Sveier H (1998) Addition of dietary iron (III) oxide does not increase iron status of growing Atlantic salmon . Aquaculture International, 1998, 6: 249-252

Sink (Zn)

Resultatene av sinkanalyser i fullfôr for 2015 (Tabell 12) varierte fra 120 til 200 mg/kg med en gjennomsnittsverdi på 153 mg/kg. Det var ingen av fullfôrene som var over grenseverdien for sink som er 200 mg Zn/kg hvis sink tilsettes. De vegetabiliske fôrmidlene hadde en gjennomsnittsverdi på 53 mg Zn/kg (variasjon 41-98 mg Zn/kg) og de vegetabiliske oljene hadde en snittverdi på 1 mg/kg (variasjon <0,5-3 mg Zn/kg) i 2015. Ved høy vegetabilisk innblanding i fôr kan sinknivåene bli for lave, slik at de ikke dekker fiskens behov, og dermed føre til redusert helse og velferd. Tilgjengeligheten av sink kan også reduseres ved høyt innhold av planteråstoff. I 2015 ble 8 premikser analysert for innhold av sink og snittverdien var på 54763 mg/kg med variasjon fra 100 mg/kg til 110000 mg/kg.

Kobber (Cu)

I 2015 ble 50 fullfôr analysert for kobber. Grenseverdien for kobber i fullfôr er på 25 mg/kg og analysene av kobber i fullfôr (Tabell 12) i 2015 viser en snittverdi på 10 mg/kg (variasjonen var fra 6 til 16 mg/kg). Det var ingen fullfôr som oversteg grenseverdien for kobber i 2015. I de vegetabiliske fôrmidlene varierte kobberinnholdet fra 5 til 28 mg/kg med et gjennomsnitt på 9 mg/kg, mens kobber i vegetabiliske oljer generelt var lavt med en variasjon fra under kvantifiseringsgrensen til en maks verdi på 1,7 mg/kg olje (Tabell 12). I 2015 ble 8 premikser analysert for innhold av kobber og snittverdien var på 2819 mg/kg med variasjon fra 52 mg/kg til 6100 mg/kg.

Mangan (Mn)

Manganinnholdet i de 50 analyserte fullfôrene varierte fra 22 til 83 mg/kg fôr med en gjennomsnittsverdi på 40 mg/kg (Tabell 12) i 2015. Alle fôrene var innenfor grenseverdien som er på 100 mg/kg hvis mangan tilsettes. I de vegetabiliske fôrmidlene varierte manganinnholdet fra 21 til 39 mg/kg med en gjennomsnittsverdi på 35 mg/kg (Tabell 12). Fiskemel ble ikke analysert for mangan i 2015, mens vegetabiliske oljer hadde lavt innhold av mangan med en snittverdi på 0,5 mg/kg. Fra årets resultater ser det ut som om hvetegluten er det vegetabiliske fôrmiddelet som inneholder det laveste nivå av mangan sammenlignet med soya. I 2015 ble 8 premikser analysert for innhold av mangan og snittverdien var på 14716 mg/kg med variasjon fra 230 mg/kg til 38000 mg/kg.

Kobolt (Co)

Kobolt ble også analysert i fullfôr, vegetabiliske fôrmidler og premikser og tall fra 2015 er vist i Tabell 12. Konsentrasjonen i fullfôr varierte fra 0,05 til 1,0 mg Co/kg i 2015 med en gjennomsnittsverdi på 0,1 mg Co/kg. Alle fôrene var innenfor grenseverdien som er på 2 mg/kg hvis kobolt tilsettes. Det foreligger fremdeles lite behovsdata for kobolt hos fisk. Kobolt er en essensiell bestanddel i vitaminet B12 (kobalamin). Koboltinnholdet i vegetabiliske fôrmidler var generelt lavt og varierte fra lavere enn 0,02 til 0,05 mg/kg i 2015. Det ble ikke påvist kobolt over kvantifiseringsgrensen (<0,02 mg/kg) i de analyserte vegetabiliske oljene. I 2015 ble 8 premikser analysert for innhold av kobolt og snittverdien var på 11 mg/kg med variasjon fra 1 mg/kg til 38 mg/kg.

Selen (Se)

Det ble analysert selen i 50 fullfôrprøver i 2015. Variasjonen var mellom 0,3 og 1,1 mg Se/kg med en gjennomsnittsverdi på 0,6 mg/kg (Tabell 12). Det er satt en øvre grenseverdi for selen på 0,5 mg/kg i fullfôr. Mange av prøvene ligger over øvre grenseverdi for selen i fullfôr selv om vi tar hensyn til målesikkerheten for metoden. Fiskemel bidrar med det meste av selenet som foreligger i fôret. Det kan også være et mulig selen-bidrag fra de vegetabiliske råvarene (avhengig av selen-innholdet i jordsmonnet og dermed i planten). I de vegetabiliske fôrmidlene var gjennomsnittsverdien i 2015 for selen på 0,1 mg/kg med en variasjon fra <0,01-0,3 mg/kg, mens vegetabiliske oljer inneholder svært lave nivåer av selen (<0,01 mg/kg). I 2015 ble 8 premikser analysert for innhold av selen og snittverdien var på 27 mg/kg med variasjon fra 1 mg/kg til 98 mg/kg. Resultatene tyder på at selen generelt inngår i premikser.

Molybden (Mo)

I 2015 var gjennomsnittet for molybden 1,6 mg/kg fôr (variasjon fra 0,5-2,0 mg/kg). Grenseverdien for molybden hvis stoffet er tilsatt, er på 2,5 mg/kg og ingen av de analyserte fôrene i 2015 oversteg dette. De vegetabiliske fôrmidlene inneholdt 3,8 mg Mo/kg (variasjon fra <0,5 til 6,0 mg Mo/kg (Tabell 12). Den store variasjonen skyldes store forskjeller i molybdeninnhold mellom soyaprodukter (høy) og mais- og hvete produkter (lav). Vegetabiliske oljer inneholder svært lave nivåer av molybden (<0,05 mg/kg). I 2015 ble 8 premikser analysert for innhold av molybden og det var kun en premiks som hadde kvantifiserbare verdier av molybden (1 mg/kg). De resterende 7 premiksene hadde verdier av molybden som var lavere enn 0,05 mg/kg. Resultatene kan tyde på at molybden i premikser generelt er bidrag fra bærestoffer.

Vitamin D₃

I 2015 ble 63 fullfôr og 8 vitaminblandinger analysert for vitamin D₃. Hvis vitamin D₃ tilsettes fullfôr, slår den øvre grensen på 3000 I.E./kg (0,075 mg/kg) inn. Snittverdien i 2015 var 0,11 mg/kg med en variasjon fra 0,05 til 0,21 mg/kg. Flere av de 63 analyserte prøvene i 2015 hadde høyere innhold av vitamin D₃ enn den øvre grenseverdien. Hvis det forutsettes at vitamin D₃ er tilsatt fôrene som er analysert, vil mange av prøvene ligge over øvre grenseverdi for vitamin D₃ i fullfôr selv om vi tar hensyn til målesikkerheten for metoden. I 2015 ble 8 vitaminblandinger analysert for innhold av vitamin D₃ og snittverdien var på 19 mg/kg med variasjon fra 4 mg/kg til 40 mg/kg. Dette kan tyde på at vitamin D₃ generelt inngår i premikser

Vitamin E (α - tokoferol, γ - tokoferol og sum tokotrienoler)

Vitamin E er et samlebegrep for to grupper av fettløselige forbindelser, tokoferolene (α , β , γ , δ) og tokotrienolene (α , β , γ , δ). Vitamin E tilsettes som α -tocopheryl acetat, som er beskyttet mot degradering ved oksidasjon under produksjon og lagring av fôret. I 2015 ble 20 fullfôr analysert for 8 ulike isomere former av vitamin E, vi rapporterer her α - tokoferol, γ - tokoferol og sum tokotrienoler (fire isomere former) siden disse utgjør den største andelen i et fullfôr. Det er ingen øvre grenseverdi for vitamin E i fullfôr. Snittverdien på α - tokoferol var 271 mg/kg med variasjon fra 137 mg/kg til 570 mg/kg. Minimumsbehovet for vitamin E hos Atlantisk laks er gitt som 60 mg α - tokoferyl acetate per kg tørrfôr ved startfôring¹⁸, men avhengig av andre komponenter i fôret og oppdrettsbetingelsene, samt at immunforsvaret stimuleres ved høyt inntak av vitamin E kan det være opp mot 150 mg/kg¹⁹. Snittverdien på γ - tokoferol var 80 mg/kg med variasjon fra 51 mg/kg til 96 mg/kg og snittverdien for sum tokotrienoler var 35 mg/kg med variasjon fra 6 mg/kg til 52 mg/kg.

¹⁸ Hamre, K. & Lie, O. 1995. Alpha-tocopherol levels in different organs of atlantic salmon (*Salmo-salar* L.) - effect of smoltification, dietary levels of n-3 polyunsaturated fatty-acids and vitamin-E. *Comparative biochemistry and physiology a-physiology*, 111, 547-554.

¹⁹ Hamre, K., Sissener, N.H., Lock, E.J., Olsvik, p.A., Espe, M., Torstensen, B.E., Silva, J., Johansen, J., Waagbø, R., Hemre, g.-I. (Submitted). Antioxidant nutrition in Atlantic salmon (*Salmo salar*) parr and post-smolt, fed diets with high inclusion of plant ingredients and graded levels of micronutrients and selected amino acids

Vitamin K

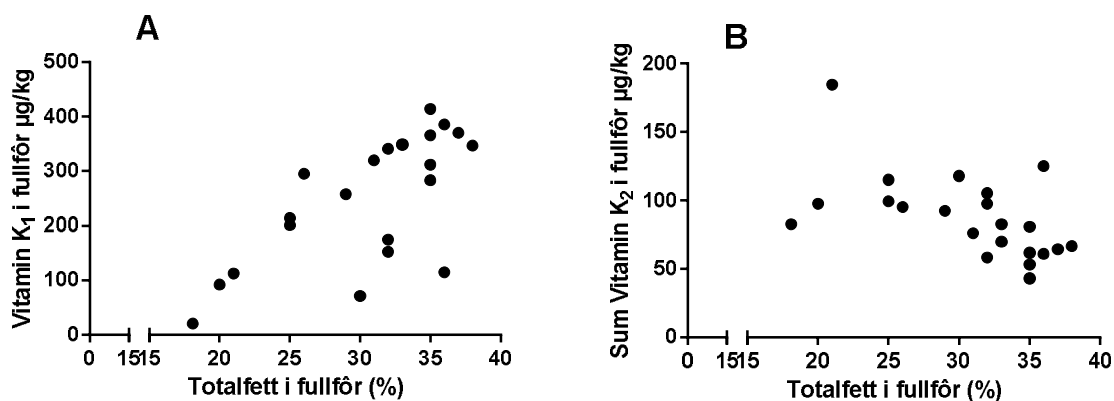
Vitamin K er en samlebetegnelse på flere kinonderivater, der vitamin K₁ (fyllokinon blir produsert av planter) og K₂ (menakinon (MK) blir produsert av bakterier) er de naturlige formene av vitamin K. Vi rapporterer tre former for vitamin K₂ (MK4, MK7, MK8). Vitamin K₂ formene er navngitt i forhold til lengden på sidekjeden i molekylet. I fiskefôr er det vanlige å tilsette vitamin K som syntetisk menadion salt, vitamin K₃. Vitamin K₃ er blant de mest ustabile vitaminene i fiskefôr. Vitamin K₃ ble analysert i 8 premikser i 2015 med en snittverdi på 1852 mg/kg og variasjon fra 1181 mg/kg til 3103 mg/kg. De tre formene av vitamin K ble analysert i 22 fullfôr i 2015. Snittverdien for K₃ i fullfôr var 825 µg/kg med en variasjonen mellom 78 og 3310 µg/kg (Tabell 13). Fullfôret med lavest analysert innhold av vitamin K₃ var et yngelfôr. Snittverdien for K₁ i fullfôr var 252 µg/kg med en variasjonen mellom 20 og 415 µg/kg. Dersom vi korrelerer fettinnholdet i fullfôrene med analysert innhold av vitamin K₁, ser vi at fullfôrene med høyest innhold av fett (vekstfôr) også har de høyeste verdiene av vitamin K₁ (Figur 2A). Rapsolje og soyaolje er gode kilder til de naturlige vitamin K formene sammenlignet med marine ingredienser. Vi ser at nivåene av vitamin K₁ i noen av de analyserte fullfôrene er under 100 µg/kg²⁰. Men, generelt er det lite data som kan gi grunnlag for å konkludere på behovet for vitamin K i fisk. Snittverdien for Vitamin K₂ (type MK8) i fullfôr var 46 µg/kg med en variasjonen mellom 17 og 144 µg/kg. For de andre K₂ formene var de analyserte verdiene generelt lave i alle fullfôrene. Dersom vi korrelerer fettinnholdet i fullfôrene med analysert innhold av sum vitamin K₂ (MK4, MK7 og MK8), ser vi at fullfôrene med høyest innhold av fett (vekstfôr) har de laveste verdiene av vitamin K₂ (Figur 2B).

Tabell 13 Innhold av vitamin K i fullfôr (gitt som µg/kg) i 2015. Verdiene er gitt med minimums- og maksimumsverdier. [Concentrations of vitamin K in fish feed in 2015. Mean values (µg/kg) are given with min and max values].

Prøve (n)	Vitamin K ₃ (µg/kg)	Vitamin K ₁ (µg/kg)	Vitamin K ₂ MK4 (µg/kg)	Vitamin K ₂ MK7 (µg/kg)	Vitamin K ₂ MK8 (µg/kg)
Fullfôr (n=22)	825	252	10	32	46
Min-Maks	78-3310	20-415	5-19	19-61	17-144

Vitamin K₂-former som ble analysert, men som var lavere enn LOQ: MK5 (<1 µg/kg), MK6 (<5-<10 µg/kg), MK9 (<1 µg/kg) og MK10 (<1 µg/kg).

²⁰ Krossoy, C., Waagbo, R., Fjelldal, P. G., Wargelius, A., Lock, E. J., Graff, I. E. & Ornsrud, R. 2009. Dietary menadione nicotinamide bisulphite (vitamin k-3) does not affect growth or bone health in first-feeding fry of atlantic salmon (*Salmo salar* L.). *Aquaculture nutrition*, 15, 638-649.



Figur 2AB Viser innholdet av vitamin K1 og K2 (MK4, MK7 og MK8) som funksjon av total mengde fett (%) i fôret. [Content of vitamin K1 and K2 (MK4, MK7 and MK8) as a function of total lipids (%) in the feed].

Vitamin C (askorbinsyre)

Vitamin C eller askorbinsyre er essensielt for de fleste fiskeslag og behovet for vitamin C henger sammen med fiskens manglende evne til egensyntese. Vitamin C er ustabil og tilsettes i fôr som askorbyl monofosfat som er beskyttet mot oksidasjon og degradering. Behovet for askorbinsyre hos de fleste fiskearter ligger på mellom 15 og 20 mg/kg L-askorbinsyreekvivalenter, men som for vitamin E er det mange faktorer som påvirker behovet, for eksempel stimulerer vitamin C immunforsvaret. Dette er grunnen til at man anbefaler at 190 mg/kg askorbinsyreekvivalenter blir tilsatt i laksefôr²¹. I 2015 ble 20 fullfôr analysert for askorbinsyre og snittverdien var 456 mg/kg med variasjon fra 118 mg/kg til 2415 mg/kg. Selv om vi ikke skiller mellom ren askorbinsyre (ustabil) og den stabile formen i våre analyser, tyder disse tallene på at de analyserte fôrene dekker behovet for vitamin C hos oppdrettslaks.

²¹ National Research Council. *Nutrient Requirements of Fish and Shrimp*. Washington, DC: The National Academies Press, 2011.

Vitamin B (Pantotensyre, Folat, Cobalamin)

B-vitaminene er vannløselige og lagres derfor i liten grad i organismer. Dette betyr at fisk må ha en jevn tilførsel gjennom fôret. Pantotensyre finnes naturlig i fiskemel, men kan bli tilsatt i en syntetisk form. Gjeller, hud og nervesystem er utsatte organer ved mangel på pantotensyre og behovet hos oppdrettslaks er estimert til 20 mg/kg (NRC, 2011²²). I 2015 ble 20 fullfôr analysert for pantotensyre og snittverdien var på 44 mg/kg med variasjon fra 23 mg/kg til 89 mg/kg. Tallene tyder på at oppdrettsfisk får dekket sitt behov for pantotensyre. Folat og cobalamin er involvert i omsettingen av aminosyrer og viktige vitaminer for normal celledeling. Blodceller og celler i vekst er utsatt ved mangel og behovet hos oppdrettslaks er estimert til 1-2 mg/kg for folat (NRC, 2011) og til 0,02 mg/kg for cobalamin (NRC, 2011). I 2015 ble 20 fullfôr analysert for folat og cobalamin og snittverdier for folat var 6 mg/kg med variasjon fra 2 mg/kg til 13 mg/kg og snittverdien for cobalamin var 0,05 mg/kg med variasjon fra 0,02 mg/kg til 0,09 mg/kg. Tallene kan tyde på at oppdrettsfisk får dekket sitt behov for folat og cobalamin, men at noen fôr er ned mot behovet. I tillegg har nyere forskning anbefalt å øke behovsestimatet for folat og cobalamin til oppdrettslaks²³.

VI. Stoff som av ulike årsaker kan få fokus og der man trenger bakgrunnsdata

Fosfor og kalsium

Mengde fosfor og kalsium ble bestemt i 20 fullfôr i 2015. Kalsium og fosfor er viktige for mineralisering av skjelettet og forskning har vist at reduserte fosformengder i fôr kan ha negative konsekvenser for fiskehelse og –velferd i form av mangelfull skjelettdannelse. På den andre siden tilsier miljøhensyn at fosforutslipp fra oppdrettsanlegg bør være så lave som mulig. Der er ingen grenseverdier for kalsium og fosfor i fullfôr. Snittverdien på fosfor i alle fullfôrene var 9,6 g/kg med variasjon fra 8,3 g/kg til 14,0 g/kg. Laksens behov for fosfor ligger på ca 8 g biotilgjengelig fosfor per kg fôr²². Tallene som rapporteres her er total mengde og ikke biotilgjengelig mengde. Det var fire fullfôr som hadde 8,3 g fosfor/kg. Snittverdien på kalsium i fullfôrene var 6,5 g/kg med variasjon fra 3,4 g/kg til 12 g/kg. Det er ikke etablert et behov for kalsium siden laks kan absorbere dette mineralet fra vann.

²² National Research Council. *Nutrient Requirements of Fish and Shrimp*. Washington, DC: The National Academies Press, 2011.

²³ G.-I. Hemre, E.J. Lock, P.A.Olsvik, K.Hamre, M.Espe, B.E. Torstensen, J. Silva, A.-C. Hansen, R. Waagbø, J. Johansen, M.Sanden & N.H. Sissener. Atlantic salmon (*Salmo salar*) require increased dietary levels of B-vitamins when fed diets with high inclusion of plant based ingredients.

Fettsyresammensetning i fullfôr

Fettsyresammensetningen i ett fullfôr kan fortelle oss noe om hvilke råvarer som er brukt i fôret, om det er råvarer fra marine kilder eller fra planter. I dagens fullfôr blir det blant annet brukt rapsolje og soyaprotein konsentrat som alternativer til fiskeolje og fiskemel. Når man bytter ut fiskeolje med vegetabiliske oljer må man forsikre seg om at fisken får dekket sitt minimumsbehov av EPA og DHA. Rapsoljer har typisk høye nivåer av enumettede fettsyrer og lave nivåer (under 10 %) av mettet fett. Sett ut fra et fiskehelseperspektiv er det mer interessant å se på hva som er i det ferdige fôret. Her er det valget av oljer som avgjør profilen i det ferdige fôret.

I 2015 ble 20 fullfôr analysert for fettsyresammensetning (Tabell 13). Det er mindre spredning i datamateriale i år sammenlignet med tidligere fordi det kun er vekstfôr som er analysert. Hovedkilden til sum omega-6 fettsyrer er 18:2n-6 (linsyde) og vi ser at snittet i 2015 er 40,9 mg/g. Snitt for sum av EPA og DHA i alle 20 fullfôrene i 2015 var 20,6 mg/g. Minimumsverdien for sum EPA og DHA var 14,9 mg/g (5,5 % av totale fettsyrer) som er over antatt behov hos laks (>2,7 % av totale fettsyrer)²⁴⁻²⁵. Tabell 13 viser at snitt n-3/n-6 forholdet var 1,1 med minimumsverdi på 0,9. Redusert n-3/n-6 ratio de siste årene skyldes økt bruk av planteråvarer, både planteoljer og vegetabiliske fôrmidler som inneholder mer omega-6 fettsyrer sammenlignet med fiskeolje og fiskemel som inneholder mer omega-3 fettsyrer. Fire av fullfôrene i 2015 hadde et n-3/n-6 forhold lavere enn 1 (mer omega-6 enn omega-3). Fiskeolje inneholder høyere nivå av mettet fett og lavere nivå av enumettet fett sammenlignet med planteoljer, spesielt rapsolje, og dette blir avspeilet i sum mettet fett.

²⁴ Rosenlund, G., Torstensen, B. E., Stubhaug, I., Usman, N. & Sissener, N. H. 2016. Atlantic salmon require long-chain n-3 fatty acids for optimal growth throughout the seawater period. *Journal of Nutritional Science*, 5.

²⁵ Sissener, N. H., Torstensen, B. E., Stubhaug, I. & Rosenlund, G. 2016. Long-term feeding of Atlantic salmon in seawater with low dietary long-chain n-3 fatty acids affects tissue status of the brain, retina and erythrocytes. *British Journal of Nutrition*, 115, 1919-1929.

Tabell 13 Detaljert fettsyresammensetning i fullfôr for 2015 (mg/g fôr). [Fatty acid composition in fish feed in 2015 Mean values are given as mg/g ww sample with min and max values].

Fettsyresammensetning i fullfôr 2015 (n=20)	Gjennomsnitt (mg/g)	Min verdi (mg/g)	Maks-verdi (mg/g)
14:0	6,9	5,5	9,1
16:0	25,8	20,0	30,5
18:0	9,5	5,2	13,8
Sum mettede fettsyrer	47,4	35,1	55,8
18:1 n-9	116,9	70,6	137,0
Sum enumettede fettsyrer	149,9	113,0	177,0
18:2 n-6	40,9	24,1	51,8
20:4 n-6	0,9	0,7	1,3
Sum n-6	42,7	25,3	53,8
18:3 n-3	19,2	9,3	26,6
22:5 n-3 (EPA)	11,0	8,6	13,4
22:6 n-3 (DHA)	9,6	6,3	13,1
Sum EPA og DHA	20,6	14,9	25,0
Sum n-3	45,2	36,4	53,0
Sum flerumettet fett	88,7	62,2	108,0
Sum fettsyrer	289,7	214,0	342,0
n-3/n-6	1,1	0,9	1,4
Σ EPA and DHA % av totale fettsyrer	7,2	5,5	10,1

Aminosyresammensetning i fullfôr

Gjennom det siste tiåret er stadig mer av fiskemelet blitt erstattet av alternative vegetabiliske fôrmidler som soyakonsentrat, erterproteinkonsentrat og ulike glutenmel av hvete og mais. Vegetabiliske kilder som mais- og hvetegluten inneholder lave nivå av lysin sammenlignet med fiskemel. Soya - og erterprotein er generelt lave på metionin, men har rimelig høyt innhold av lysin. Også hvetegluten er rimelig lav i metionin sammenlignet med fiskemel og kan bidra til lavere verdier av metionin i fullfôret om det ikke blandes korrekt i fullfôret. Arginin er generelt lav i maisgluten og derimot høy i soyaprodukter. Tryptofan er veldig lav i maisgluten mens leucin er veldig høy i denne ingrediensen sammenlignet med fiskemelets aminosyreprofil. Histidin, som har vært knyttet til kataraktproblematikken, er også generelt noe lavere i vegetabiliske enn i marine råvarer. Fisk har behov for 10 aminosyrer som den ikke kan lage selv, resten er ikke essensielle aminosyrer. To av de ikke essensielle (cystein og tyrosin) regnes som semi-essensielle aminosyrer siden fisk kan lage disse kun fra essensielle aminosyrer (hhv metionin og fenylalanin).

Fiskemelet har en aminosyresammensetning som fullt ut dekker behovet for aminosyrer til fisk, mens planteproteiner generelt har en annen sammensetning av aminosyrer, og ved bruk av planteprotein kan

derfor noen aminosyrer bli potensielt lavere enn behovet til fisken²⁶. Videre inneholder planteproteiner lave nivåer av aminosyren hydroksyprolin. Blodmel, som regelverket tillater å benytte på visse vilkår, men som fôrproduzentene i Norge har valgt å avstå fra, har høyt innhold av histidin, mens beinmel har høyt innhold av hydroksyprolin. Dette betyr at ut fra blandingen av fôrmidler kan aminosyresammensetningen påvirkes sterkt. I tillegg er noen aminosyrer godkjent som tilsetningsstoff og en eventuell bruk av disse tilsetningsstoffene vil påvirke aminosyresammensetningen i fullfôret.

Tabell 14 viser aminosyresammensetningen i fullfôr for 2015. Når en ser på spredningen i noen aminosyrer (laveste til høyeste målte verdi) er denne stor for noen aminosyrer. Dette gjenspeiler at det her sannsynligvis har blitt brukt mikser av flere ulike fôrmidler og ulik grad av erstatning for fiskemel i fullfôrene. Når innblandinger av planteproteiner øker på bekostning av fiskemel (eller annet animalsk protein med unntak av beinmel), vil både taurin og hydroksyprolin avta. Benyttes derimot innblanding av blodmel vil en øke histidinnholdet utover det som er tilstede i fiskemelsbaserte dietter. De fôrene med høyest innhold av histidin er sannsynligvis på grunn av at histidin er tilsatt som krystallinsk histidin. I fullfôrene med lave lysin- og argininverdier skyldes dette sannsynligvis høyere innblandinger av ulike glutenmel, mens høyere verdier gjenspeiler tilsetning med krystallinske aminosyrer. Lave metioninverdier skyldes trolig høyere innblanding av soyaprotein og eller erteprotein, mens høyere verdier kan være fra høyere fiskemelsinnblanding eller tilsetning av krystallinsk metionin. Den først begrensede aminosyren i for eksempel soya, er metionin, og den lavest målte metioninverdien er på 6,7 g/kg fullfôr. Dette lave nivået av metionin kan være nær grensen for behovet som er i størrelsesorden 2,1-2,3 % av proteinet når cystein også er tilsatt²⁷, spesielt dersom disse fôrene også har lavt totalt proteininnhold og lavt innhold av cystein.

²⁶ National Research Council. *Nutrient Requirements of Fish and Shrimp*. Washington, DC: The National Academies Press, 2011.

²⁷ Espe M, Hevrøy EM, Liaset B, Lemme A, El-Mowafi A (2008) Methionine intake affect hepatic sulphur metabolism in Atlantic salmon, *Salmo salar*. *Aquaculture* 274: 132-141

Tabell 14 Aminosyresammensetting i fullfôr i 2015 gitt som mg/g. Verdiene er gitt som snittverdier med variasjon (minste til høyeste analyserte verdi). Aminosyresammensetningen (mg/g) i et fiskefôr som utelukkende består av fiskemel er gitt som en referanse [Amino acid composition in fish feed in 2015. Data are reported in mg/g as mean values and range. The amino acid profile in a fish feed containing only fishmeal as the protein ingredient is given as a reference].

Aminosyresammensetting i fullfôr (n=50) mg/g fôr	Gjennomsnitt (mg/g)	Min verdi (mg/g)	Maks-verdi (mg/g)	Fiskemel-Referanse Diett
Arginin (Arg)*	21,0	16,4	29,4	27-32
Histidin (His)*	8,5	6,2	14,2	11-12
Isoleucin (Ile)*	14,4	12,1	18,6	21-22
Leucin (Leu)*	26,3	22,3	33,2	37-41
Lysin (Lys)*	22,6	18,2	29,0	37-38
Metionin (Met)*	8,4	6,7	10,3	14-16
Fenylalanin (Phe)*	17,4	13,3	21,9	20-24
Treonin (Thr)*	13,7	11,2	17,2	21-24
Valin (Val)*	16,8	14,2	22,9	25-26
Tryptofan (Trp)*	-	-	-	5-6
Cystein (Cys)	-	-	-	5-6
Serin (Ser)	17,1	14,2	20,9	21-23
Prolin (Pro)	21,9	17,0	30,5	19-21
Hydroksyprolin (OH-pro)	1,1	0,4	2,2	3
Glysin (Gly)	16,3	13,3	22,5	27-30
Aspargin (Asp)	31,6	25,2	42,1	46-50
Glutamin (Glu)	70,2	56,9	96,0	67-73
Alanin (Ala)	15,5	12,0	21,8	30-31
Tyrosin (Tyr)	11,4	8,8	17,2	15-18
Taurin	1,0	0,3	2,4	4-5
EAA/IAA ¹⁾	0,8	0,7	0,9	0,9-1

1) Forholdet mellom essensielle og ikke-essensielle aminosyrer.

*Aminosyrene som er merket med en stjerne er essensielle for fisk. Tryptofan blir ødelagt i analysen og er ikke bestemt, men er også en essensiell aminosyre for fisk. Taurin er tatt med her, men er ikke en aminosyre men en svovel aminosyremetabolitt som fisken danner fra cystein.

Fettklasser i fullfôr

I 2015 ble 20 fullfôr analysert for fettklasser. Et fullfôr består av fett i flere ulike former og de mest vanlige er triacylglycerol (TAG) og fosfolipid. TAG er et viktig energinæringsstoff og fosfolipidene er viktige spesielt for optimal fordøyelse hos yngel. Videre inngår fosfolipidene i alle cellemembraner og er en del av transportpartiklene for fett i blodet. I 2015 ble 20 fullfôr analysert for fettklasser og vi rapporterer her TAG og sum fosfolipider. Snittverdien for TAG var 254 mg/g med variasjon fra 185 mg/g til 295 mg/g og snittverdien for sum fosfolipider var 6,8 mg/g med variasjon fra 1,4 mg/g til 18,4 mg/g. Fullfôrene med de høyeste verdiene på sum fosfolipider hadde over 40% totalprotein. Fosfatidylcholin utgjorde mer enn halvparten av sum fosfolipider. Ulike proteinkilder har ulikt innhold av fosfolipider, dette gjenspeiles i fettklassesammensetningen av fôret.

VII. Redelig handel - kontroll av deklarererte næringsstoff

Hovednæringsstoff

De deklarererte hovednæringsstoffene blir analysert i fullfôr for å kunne følge utviklingstrender i norskprodusert fiskefôr. En annen motivasjon er å muliggjøre kontroll av analysert verdi mot deklarerert verdi på fullfôret. NIFES har imidlertid ikke fått inn de deklarererte verdiene på fullfôr de senere årene og kan derfor ikke ta med slike vurderinger i denne rapporten. Det er for øvrig laget nye akseptgrenser for avvik på dette feltet (*Forskrift om merking og omsetning av fôrvarer* Jf EU forordning 767/2009).

I 2015 ble det analysert 50 fullfôr for protein og der proteinmengden varierte fra 31 til 47 %, med en gjennomsnittsverdi på 38 %. Gjennomsnittlig proteininnhold i norsk fiskefôr har holdt seg relativt stabilt gjennom de senere årene. I 2015 ble 79 fullfôr og 10 fiskemel analysert for fettmengde og mengden fett varierte fra 17 til 40 % og med et gjennomsnitt på 31 % i fullfôr i 2015. Mengde fett varierte fra 7,5% til 12,8% i fiskemel i 2015 med en snittverdi på 10,0%. Laksefôrets hovedbestanddeler er fett og protein, mens karbohydrater utgjør en mindre andel. Karbohydrater (stivelse, glykogen, sukker og fiber) bidrar med energi og gir i tillegg fôret god vannbindingsevne. For lite karbohydrater kan gi et teknisk dårlig fôr som lekker næringsstoffer. Alger og planter inneholder stivelse, mens glykogen finnes i fôrmidler som fiskemel. I 2015 ble 20 fullfôr analysert for sum stivelse og glykogen. Snittverdien i fullfôrene i 2015 var 8,4 % med variasjon fra 5,8 % til 11,2 %.

I 2015 ble også alle 76 fullfôr analysert for tørrstoff. Snittverdien på tørrstoff i fullfôrene var 93 % med variasjon fra 89 % til 96 %. Grenseverdier for uønskede stoffer i fôrvarer inkludert fullfôr er satt i forhold til et vanninnhold på 12 % (tørrstoff på 88 %). Alle tallverdier i rapporten er ikke korrigert for tørrstoffinnholdet.

KONKLUSJON

Overvåkings- og kartleggingsprogrammet «Program for overvåking av fiskefôr» som denne rapporten omhandler, har som hovedmål å følge utviklingen av innholdet av uønskede stoffer og næringsstoffer i fiskefôr (fullfôr) og ingredienser (fôrmidler), både marine og vegetabiliske, som benyttes i fiskefôrproduksjonen i Norge.

Det ble påvist spor av DNA fra drøvtyggerarter i tre fullfôr analysert ved hjelp av sensitiv molekylær biologisk metode (PCR). De samme prøvene var negative for kjøttbeinmel fra drøvtyggerarter analysert ved hjelp av lysmikroskopi metode. Bakterier i familien Enterobacteriaceae ble påvist over grenseverdi i en prøve av fiskemel. Bortsett fra dette, viser resultatene for 2015 ingen overskridelser i fullfôr og fôrmidler for uønskede stoffer. Mange av fôrene inneholdt tilsetningsstoffene vitamin D₃ og selen over grenseverdi som ser ut til generelt å inngå i premikser.

I årets rapport har vi også inkludert flere analyser av næringsstoffer i fullfôr og vi ser at noen av de analyserte fullfôrene ligger nær behovsgrensen for vitamin K, folat og cobalamin gitt for Atlantisk laks.

Nivåene av organfosfat pesticidforbindelser i fullfôr og vegetabiliske fôrmiddel var generelt lave og under kvantifiseringsgrensen og pirimifos-metyl ble påvist i 43% av de undersøkte fullfôrene. Klorpyrifos-metyl ble påvist i to fullfôr. Dataene for 2015 viser at rapsolje er hovedkilden til pirimifos-metyl i fullfôr. Ugressmiddelet glyfosat ble påvist i små mengder i alle de analyserte fullfôrene. Sprøytemiddelrester i fôrmidler og fullfôr bør ha fokus i overvåkingen fremover.

Det ble ikke påvist *Salmonella*-bakterier i noen prøver. Den generelle mikrobiologiske kvaliteten, undersøkt ved aerobe mikroorganismer, var gjennomgående tilfredsstillende. En prøve av fullfôr hadde høyt kimtall, noe som kan indikere uheldige lagringsbetingelser. Tallene for 2015 indikerer heller ikke at det er dårligere hygienisk kvalitet av prøver tatt fra oppdrettsanlegg, sammenlignet med prøver tatt på fôrfabrikken.

CONCLUSION

This monitoring program on fish feed aims to survey the content of undesirable substances and nutrients in fish feed and feed ingredients, of marine and terrestrial origin, used in fish feed production in Norway.

Three non-compliant complete feeds containing traces of DNA from ruminants were reported for 2015. The same samples were analyzed with light microscopy methodology and they were all negative for traces of any ruminant bones. Bacteria in the family Enterobacteriaceae were detected above the maximum level in one sample of fish meal. With the exception of the above mentioned cases, the results for 2015 show that all samples of feed and feed ingredients are compliant with regards to undesirable substances.

Several of the complete feeds were above the maximum level with respect to vitamin D₃ and selenium which seem to be generally included in premixes. Some of the analyzed complete feeds had vitamins levels (vitamin K, folate and cobalamin) below or at the minimum requirement established for Atlantic salmon.

The levels of organophosphate pesticides in complete feeds were low, however one of the compounds, pirimifos-methyl, was detected in 43% of the complete feeds analyzed. Rapeseed oil was found to be the main contributor to pirimifos-methyl in salmon feed. Low and detectable levels of glyphosate were found in all complete feeds. Pesticide residues in feed ingredients and complete feed will be further monitored.

No samples examined during 2015 harbored *Salmonella* bacteria, and the hygiene conditions as measured by aerobic microorganisms, were generally satisfactory. No difference in hygiene quality was detected among samples taken at the feed-factories compared to samples taken at fish farms.

ANBEFALINGER

Årets tall viser at noen fôr inneholder ned mot antatt behov til laks for vitamin K, folat og cobalamin. NIFES anbefaler at man fortsetter med overvåking og kartlegging av disse næringsstoffene fullfôr for å se om dette endres over tid og om behovet er dekket gjennom de ulike livsstadiene for fisken.

TSE regelverket har åpnet opp for bruken av PAP fra fjørfe og gris i fôr, men det er fortsatt forbud mot å bruke prosesserte proteiner fra drøvtyggere. Hvis man begynner å bruke PAP fra fjørfe og gris så kan det være aktuelt å se etter antibiotika som er vanlig brukt hos fjørfe og gris, men som er ulovlig til bruk i fisk. Eksempler er enrofloxacin og metabolitten ciprofloxacin.

Når det gjelder andre nye kontaminanter, så skjer det en utvikling i bruken av bromerte og perfluoreerte stoffer. Her bør fôrovervåkingen ta høyde for økt fokus med hensyn til forekomst og toksisitet og utvide overvåkingen for å studere om noen av disse stoffene er kommende problemområder. For PBDE er det nå økende fokus på de tunge komponentene slik som PBDE-209, som ikke er med i programmet. Det kan være viktig å få med kommende år.

Antioksidanter i fôr og fôrråstoff har vært i fokus mange ganger de senere årene. Dette gjelder både de naturlige og de syntetiske antioksidantene. I programmet blir det analysert for BHA, BHT og ethoxyquin, og vi anbefaler fortsatt overvåking av disse.

METODER

Metodene som anvendes i programmet er akkrediterte og/eller validerte. Hver metode er beskrevet under med referanser.

Vitamin D ₃ , Metode 036	Vitamin D ₃ analyseres ved at et homogenat av prøven forsåpes, ekstraheres og renses på preparativ kolonne, prinsipp for separasjon er omvendt fase HPLC, og med UV-deteksjon 254 nm abs. Metoden følger NMKL-prosedyre nr 3, 4, 5 og 9, og NIFES valideringsdokument. Metoden kan finnes som CEN metode NS-EN 12821 (200). CEN (Comité Européen de Normalisation), NS-EN 12821 (2009), Foodstuffs – Determination of vitamin D by high performance liquid chromatography - Measurement of cholecalciferol (D3) or ergocalciferol (D2). Akkreditert metode.
Vitamin E, tokoferol og isomerer Metode 251	Tokoferoler. Prøvehomogenatet forsåpes, og ekstraheres. De ulike tokoferolformene separeres vha HPLC, og bestemmes ved fluorescens. Metoden følger NMKL-prosedyre nr 3, 4, 5 og 9, og NIFES valideringsdokument. Metoden er en CEN metode: CEN (Comité Européen de Normalisation), prEN 12822 (1999), Foodstuffs – Determination of vitamin E by high performance liquid chromatography - Measurement of tocopherols. Hamre, K., Kolås, K., Sandnes, K., (2009) Protection of fish feed, made directly from marine raw materials, with natural antioxidants. Food Chemistry, 119, 270-278. Akkreditert metode.
Vitamin K ₃ , Metode 340	Prøvehomogenat ekstraheres og menadion nicotinamid bisulfitt (MND) omgjøres til rent menadion, som separeres vha HPLC, og bestemmes ved fluorescens. Metoden følger NMKL-prosedyre nr 3, 4, 5 og 9, og NIFES valideringsdokument. Referanse: Billedeau S., Journal of Chromatography (1989) 371-379. Grahl-Madsen E. (1992) HPLC-analyse av menadion (vitamin K ₃). Retensjon av vitamin K i lever og hel fisk. Hovedfagsoppgave ved Fiskeridirektoratets ernæringsinstitutt (Universitetet i Bergen). Ikke akkreditert metode.
Vitamin K ₁ og K ₂ Metode 257	Prøvehomogenatet tilsettes lipase, ekstraheres, og vitamin K frigjøres ved knusing og ekstraksjon. HPLC brukes til separasjon. Vitamin K ₁ og K ₂ detekteres med fluorescens og intern standard. Metoden følger NMKL-prosedyre nr 3, 4, 5 og 9, og NIFES valideringsdokument. CEN (Comité Européen de Normalisation), prEN 14148 (2003), Foodstuffs – Determination of vitamin K1 by HPLC. Haroon Y., Bacon D. S. & Sadowski J. A. (1987) Chemical reduction system for the detection of phylloquinone (vitamin K ₁) and menaquinones (vitamin K ₂). <i>Journal of Chromatography</i> 384, 383-389. Ikke akkreditert metode.
Vitamin C Metode 221	Vitamin C ekstraheres og reduseres til askorbinsyre ved tilsetning av dithiothreitol, og separert vha HPLC. Mengde askorbinsyre bestemmes elektrokjemisk ved 150 mV. Metoden følger NMKL-prosedyre nr 3, 4, 5 og 9, og NIFES valideringsdokument. Metoden er utarbeidet etter Hewlett Packard prosedyre i <i>Analysis of selected vitamins with HPLC and electrochemical detection</i> og modifisert etter følgende artikler: Kutnik, M. A.; Skala, J. H.; Sauberlich, H. E.; Omaye, S. T. Simultaneous determination of ascorbic acid, isoascorbic acid (erythorbic acid) and uric acid in human plasma by high-performance

	<p>liquid chromatography with amperometric detection. J. Liquid Chromatogr. 1985; 8: 31-46.</p> <p>Lykkesfeldt, J.; Loft, S.; Poulsen, H. E. Determination of ascorbic acid and dehydroascorbic acid in plasma by High- Performance Liquid Chromatography with coulometric detection - Are they reliable biomarkers of oxidative stress. Analytical Biochemistry. 1995; 229: 329-335;</p> <p>Nagy, E.; Degrell, I. Determination of ascorbic acid and dehydroascorbic acid in plasma and cerebrospinal fluid by liquid chromatography with electrochemical detection. J. Chrom. 1989; 497: 276-281.</p> <p>Ikke akkreditert metode.</p>
Folat, Metode 210	<p>Folat bestemmes mikrobiologisk etter ekstraksjon og enzymbehandling, som tilsettes et spesifikt vekstmedium, og avleses ved optical density (OD 575). Metoden følger NMKL-prosedyre nr 3, 4, 5 og 9, og NIFES valideringsdokument. Metoden bygger på Svenska Nestlè AB's mikrobiologiske beståmning av folsyra i livsmedel. Metode nr.71 C-2. Philips D.R. and Wright A.J.A. (1983), British Journal of Nutrition 49 ,181; Pedersen J.C. (1988). British Journal of Nutrition 59, 261; Tangvay A, E. (1958) Applied Microbiol. 7, 84-88).</p> <p>Akkreditert metode.</p>
Pantoten, Metode 211	<p>Pantotensyre bestemmes mikrobiologisk. Etter ekstraksjon og enzymbehandling tilsettes prøven vekstmedium, og leses av ved OD 575. Tangvay A. E. (1958) Applied Microbiol. 7, 84-88 Metoden bygger på E.Snell (1950) Vitamins Methods Vol.1 342. Tangvay A. E. (1958) Applied Microbiol. 7, 84-88.</p> <p>Akkreditert metode.</p>
Cobalamin (vitamin B ₁₂), Metode 214	<p>Cobalamin (B12) bestemmes mikrobiologisk. Etter ekstraksjon og enzymebehandling tilsettes prøven vekstmedium, og leses av ved OK 575). Metoden følger NMKL-prosedyre nr 3, 4, 5 og 9, og NIFES valideringsdokument. Metoden er en AOAC metode; Methods for the microbiological analyses of selected nutrients (1996) AOAC s 63-65. Tangvay A. E. (1958) Applied Microbiol. 7, 84-88.</p> <p>Akkreditert metode.</p>
Fettsyrer, absolutte mengder, Metode 041	<p>Fett ekstraheres fra prøvehomogenat, filtreres, dampes inn, forsåpes og metyleres før selve analysen vha gasskromatografi (GLC), bestemmelse ved flammeionisasjonsdeteksjon, og følger NMKL-prosedyre nr 3, 4, 5 og 9, og NIFES valideringsdokument. Metoden er beskrevet i</p> <p>Høy,C.E.; Hølmer,G. (1981) Incorporation of cis-Octadecenoic Acids into the Rat Liver Mitochondrial Membrane Phospholipids and Adipose Tissue Triglycerides. Lipids 16: 102-108.</p> <p>Lie, Ø. and Lambertsen, G., 1991. Fatty acid composition of glycerophospholipids in seven tissues of cod (<i>Gadus morhua</i>), determined by combined high-performance liquid chromatography and gas chromatography. J. Chromatogr. 1991 Apr 19, 565, 119-129.</p> <p>Akkreditert metode.</p>
Fett etter syrehydrolyse, Metode 083	<p>Homogenat av prøven pre-ekstraheres med petroleumbensin på soxtec, dampes inn, hydrolyseres i HCl, og syren filtreres av. Tørket prøve ekstraheres, og inndampingsrest veies. Sum av de to inndampingsvektene utgjør % fettinnhold. Metoden følger NMKL-prosedyre nr 3, 4, 5 og 9, og NIFES valideringsdokument. Referanser: EU kommisjonenes direktiv 84/4 EØF, De europeiske Fellesskapers Tidende, nr L 15/28, 18.1.84, metode B. Kommissionens direktiv 98/64/EF, De europeiske Fellesskapers Tidende, nr L257/23, 19.9.98, del B Tecator application note AN 301, "Solvent Extraction using the Soxtec System".</p> <p>Akkreditert metode.</p>
Fettklasser, Metode 230	<p>Fettet ekstraheres og settes på silica HPTLC-plater, som elueres, oksideres og forkulles, og deretter scannes på densiometer. Middelerverdi av areal, øvre grense og nedre grense</p>

	<p>bestemmes og innholdet av de ulike lipidklassene regnes ut (WinCats) fra ekstern standardkurve. Referanse: Henderson, R.J and Tocher, D.R. Thin-layer chromatography. In. <i>Lipid Analysis. Practical Approach</i> (edited by R.J. Hamilton & S. Hamilton, IRL Press, Oxford), p. 65-111 (1992).</p> <p>Ikke akkreditert metode.</p>
Totalaminosyrer Metode 366	<p>Prøvehomogenatet tilsettes intern standard og hydrolyseres i HCl, vakum sentrifugeres og rilles vann før filtrering og derivatisering med Accq Tag reagens. Derivatet separeres vha UPLC og detekteres ved UV (nm 260). Metoden følger NMKL-prosedyre nr 3, 4, 5 og 9, og NIFES valideringsdokument.</p> <p>S.A Cohen and D.P michaud, <i>Anal.Biochem</i>(1993), 211, 279-287 Hong-Ji Liu, <i>J.Chromatography</i>(1994), 610, 59-66.</p> <p>S.A Cohen and K.M De Antonis, <i>J.Chromatography</i>(1994), 661, 25-34</p> <p>Waters, AccQ-TagTM Method. 715001320, REV D.</p> <p>Akkreditert metode.</p>
Total-nitrogen (protein), Metode 171.	<p>Nøyaktig innveid prøvehomogenat forbrennes, N₂ gass detekteres vha TCD (thermal conductivity detector) basert på varmeledningsevne.</p> <p>Metoden følger NMKL-prosedyre nr 3, 4, 5 og 9, og NIFES valideringsdokument.</p> <p>Metoden følger AOAC metode 992: AOAC Official Methods of Analysis (1995) <i>Crude Protein in Meat and Meat Products, Combustion Method</i>, 16th Ed. Methode 992. URL: http://www.aoac.org/omarev1/992_15.pdf.</p> <p>Akkreditert metode.</p>
Glykogen / stivelse, enzymatisk, Metode 28	<p>Prøvehomogenatet hydrolyseres vha enzymene thermamyl og amyloglukosidase, slik at glykogen / stivelse reduseres til glukose. Glukose kvantifiseres spektrofotometerisk ved nm 260 (UV).</p> <p>Hemre, G.-I., Lie, Ø, Lied, E., & Lambertsen, G. (1989) Starch as an energy Source in feed for cod (<i>Gadus morhua</i>): Digestibility and retention. <i>Aquaculture</i>, 80, 261-270.</p> <p>Ikke akkreditert metode.</p>
Ruminant DNA Metode 408	<p>DNA renses fra prøvehomogenatet vha Wizard® Magnetic DNA Purification System for Food™ kit, som benytter magnetkule-basert teknologi (MagneSil® Paramagnetic Particles) for å binde DNA til seg. Renset DNA amplifiseres vha DNA polymerase og identifiseres vha gjenkjenning av gitt primer, her ruminant spesifikk primere (real-time PCR).</p> <p>Pakningsvedlegg for GoTaq Hot Start DNA polymerase fra Promega</p> <p>Pakningsvedlegg for Platinum® Taq DNA Polymerase High Fidelity fra Invitrogen</p> <p>http://allserv.rug.ac.be/~avierstr/priciples/pcr.html</p> <p>http://www.brinkmann.com/PCR_appl_protocolsMC.asp</p> <p>Ikke akkreditert metode.</p>
Ethoxyquin, Metode 229	<p>Ethoxyquin og ethoxyquin dimer stabiliseres i prøven ved tilsetning av EDTA eller askorbinsyre, og hydrolyseres ved tilsetning av etanol, NaCl og NaOH. Det uforsåpbare ekstraheres med hexan, dampes inn og løses i acetonitril. Prøven separeres ved revers fase HPLC og detekteres ved fluorescens. Metoden følger NMKL-prosedyre nr 3, 4, 5 og 9, og NIFES valideringsdokument.</p> <p>C.J. Schreier and R. J. Greene. Determination of ethoxyquin in feeds by liquid chromatography: Collaborative study. <i>Journal of AOAC International</i>, Vol. 80, No. 4, 1997, 725-731; He and R. Ackman. HPLC determination of ethoxyquin and its major oxidation products in fresh and stored fish meals and fish meals and fish feeds. <i>J. Sci. Food Agric.</i>, Vol. 80, 2000, 10-16.</p> <p>Ikke akkreditert metode.</p>
BHT, Metode 250	<p>BHT (butylhydroxytoluen) i prøven beskyttes mot oksydasjon ved å tilsette askorbinsyre i ekstraksjonsvæsken acetonitril. Separasjon gjøres på omvendt fase HPLC, og bestemmes ved fluorescens. Metoden følger NMKL-prosedyre nr 3, 4, 5 og 9, og NIFES valideringsdokument. C.J. Schreier and R. J. Greene. Determination of ethoxyquin in feeds by liquid chromatography: Collaborative study. <i>Journal of AOAC International</i>, Vol.</p>

	80, No. 4, 1997, 725-731; He and R. Ackman. HPLC determination of ethoxyquin and its major oxidation products in fresh and stored fish meals and fish meals and fish feeds. J. Sci. Food Agric., Vol. 80, 2000, 10-16. Akkreditert metode.
BHA, Metode 294	BHA (butylhydroxyanisol) ekstraheres fra prøvehomogenatet vha acetonitril tilsatt askorbinsyre, og separeres ved omvendt fase HPLC. Fluorescens brukes til deteksjon. Metoden følger NMKL-prosedyre nr 3, 4, 5 og 9, og NIFES valideringsdokument. B.D.Page. Liquid chromatographic method for the determination of nine phenolic antioxidants in butter oil: Collaborative study. Journal of AOAC international, Vol.76, No.4, 1993, 765-779 K.J.Hammond. The determination of butylated hydroxyanisole (BHA), butylated hydroxytoluene (BHT) and individual gallate esters in fats and oils by HPLC. J.Assoc.Publ.Analysts, 1978, 16, 17-24. Akkreditert metode.
Vanninnhold Metode 377	Prøven homogeniseres, veies, fryses, og vannet trekkes ut ved vakuum ved at is går over direkte til damp. Metoden følger NMKL-prosedyre nr 3, 4, 5 og 9, og NIFES valideringsdokument. Akkreditert metode.
Multielementer Metode 382	Prøven bestemmes for Na, Mg, K, Ca og P, ved å tilsette syre, og fullstendig dekomponere vha varme (mikrobølger). Kvantitativt innhold bestemmes vha ICPMS. Akkreditert metode.
Multielementer Metode 197	Kvantitativ ICPMS ble benyttet til kvantifisering av følgende metall: jern, kobber, sink, selen, mangan, molybden, kobolt, arsen, tinn, kadmium, kvikksølv og bly. Prøven dekomponeres ved hjelp av syre og varme (mikrobølger). Rhodium ble benyttet som intern standard for å korrigere for eventuell drift i instrumentet og gull ble brukt som stabilisator for kvikksølvbestemmelsen. Riktighet og presisjon i bestemmelsene ble utført ved å analysere et sertifisert referansemateriale (SRM). Dette referansematerialet er et av de sertifiserte referansematerialene som er kommersielt tilgjengelig i dag. Akkreditert metode*. *Ikke akkreditert for V, Mn, Fe, Co, Mo, Ag, Cr, Ni
Dioksiner, PCB, furaner og PBDE, Metode 22	Prøvehomogenat tilsettes internstandard og ekstraheres med heksan vha Accelerated Solvent Extraction ASE. Fettet brytes ned v syre i kiselgel. Ekstraktet renses på silica, alumina og karbon kolonner (Power Prep). Dioxin og furan (tetra-octa klorerte dibenso-para-dioxiner (PCDD), tetra-oktaklorerte dibenso-para-furaner (PCDF), Non-orto PCB (77, 81, 126, 169) bestemmes ved «isotope dilution» på høyoppløsende GC/MS. Polybromerte difenyl etere (PBDE) (28, 47, 99, 100, 153, 154, 183) på GC/MS. Mono-orto PCB (118, 114, 105, 156, 157, 167, 189) og PCB 6 (28, 52, 101, 138, 153, 180) på GC-MSMS. PBDE 66, 119 og 138 bestemmes på GC/MS, og mono-orto PCB-123 bestemmes på GC-MSMS. Resultatene kvantifiseres vha intern standard. PBDE vha kalibreringskurve. Metoden følger NMKL-prosedyre nr 3, 4, 5 og 9, og NIFES valideringsdokument. Metoden er videreutviklet og tilpasset ved NIFES basert på: United States Environmental Protection Agency metode 1613: "Tetra- through Octa Chlorinated Dioxins and Furans by Isotope Dilution HRGC/HRMS", EPA no 821-B-94-005, October 1994. Metode 1668 rev. A: "Chlorinated Biphenyl Congeners in Water, Soil, Sediment and Tissue by HRGC/HRMS.": EPA no. 821-R-00-002 December 1999. Akkreditert metode. SANCO/1562/01-rev 1 "Methods of analysis in feed and food". Working document-. Erstattet av Com.reg 252/2012 (food) og Com.reg 278/2012 (feed) Bjorklund, E / Muller, A / von Holst, C. (2001). Comparison of fat retainers in accelerated solvent extraction for the selective extraction of PCBs from fat-containing samples. Analytical Chemistry, Vol. 73, Nr. 16, 15., 4050-4053

	<p>Muller, A / Bjorklund, E / von Holst, C (2001). On-line clean-up of pressurized liquid extracts for the determination of polychlorinated biphenyls in feedingstuffs and food matrices using gas chromatography-mass spectrometry, <i>Journal of Chromatography A</i> Vol. 925, Nr. 1-2, 197-205. SANCO/3116/99-rev1 European Commission, Simplified method for the determination of polychlorinated biphenyls (PCBs) in food and feedingstuffs samples by GC/MS – Working document</p> <p>Dionex; Application Note ASE 322; Selective Extraction of PCBs From Fish Tissue Using Accelerated Solvent Extraction (ASE). Dionex Corporation: Sunnyvale, CA, 1996.</p> <p>Akkreditert metode.</p>
Enterobacteriaceae Metode 383	<p>Prøven homogeniseres og fra ulike fortynninger overføres en kjent mengde til et avmerket område på en 3M™ petrifilm™, som er belagt med et selektivt næringsmedium (modifisert fioletrød-gallesalt-glukoseagar) med tetrazolium som indikator for vekst. Etter inkubering ved 37°C i 24 timer, leses resultatene og oppgis som antall bakterier i familien Enterobacteriaceae/g. Metoden er i samsvar med 3M™ Petrifilm™ Enterobacteriaceae Count Plate, AFNOR 3M-01/6-09/97.</p> <p>Akkreditert metode.</p>
Aerobe mikroorganismer, Metode 384	<p>Metodereferanse: AFAQ/AFNOR 3M-01/1-09/89</p> <p>Ikke akkreditert på matriks Fôr, kun akkreditert på næringsmiddel</p>
Salmonella (rapid), Metode 422	<p>Metoden er basert på Bio-Rad Rapid Salmonella kort protokoll, som inkluderer selektiv oppformering i buljong, etterfulgt av utplating på et selektivt kromogent agarmedium. Metodikken er i samsvar med metodestandarden AFNOR BRD 07/11-12/05. Dersom det påvises Salmonella bakterier, blir isolatet sendt til det nasjonale referanselaboratoriet for nærmere karakterisering, inkludert serovariantbestemmelse.</p> <p>Akkreditert metode.</p>
Klorerte pesticider (30)	<p>Prøven bestemmes for innhold av Aldrin; Chlordane, cis-; Chlordane, oxy-; Chlordane, trans-; Dieldrin; Endrin; gamma-HCH (Lindane); HCH, alpha-; HCH, beta-; HCH, delta-; Heptachlor; Heptachlor epoxide, cis-; Heptachlor epoxide, trans-; Hexachlorobenzene (HCB); Mirex; Nonachlor, trans-; o,p'-DDD; o,p'-DDE; o,p'-DDT; Octachlorstyrene; p,p'-DDD; p,p'-DDE; p,p'-DDT; Pentachlorobenzene; Toxaphene Parlar 26; Toxaphene Parlar 50; Toxaphene Parlar 62, endosulfan (-alpha,-beta,-sulfat), toxaphene -26, -50, -60. Alle klorerte pesticider (30) ble analysert hos Eurofins. Metoden er akkreditert (akkrediteringsnummer D-PL-14629-01-00). For mer informasjon kontakt Eurofins GfA Lab Service GmbH (Hamburg).</p>
PAH (16) Polyaromatiske hydrokarboner	<p>Metoden bestemmer de 16 EFSA PAH'ene (EU 208/2005). Alle PAH (16) analysene ble utført av Eurofins. Metoden til bestemmelse av PAH som ble benyttet av Eurofins er akkreditert. Prinsippet for metoden baserer seg først på en forsåpning, deretter på GPC opprensing (dvs. en molekylstørrelse kromatografi) og til slutt ble de ulike PAH-forbindelsene bestemt med GC-MS analyse. Metoden er akkreditert (akkrediteringsnummer D-PL-14602-01-00). For mer informasjon kontakt Eurofins WEJ Contaminants GmbH (Hamburg).</p>
HBCD og TBBPA	<p>Metoden bestemmer alfa, beta og gamma hexabromocyclododecane (HBCD), samt sum HBCD med LC-MS-MS. Tetrabromobisphenol-A (TBBPA) blir bestemt med LRMS. Metodene er akkreditert (akkrediteringsnummer D-PL-14629-01-00). Flytende LOQ. For mer informasjon kontakt Eurofins GfA lab Service GmbH (Hamburg).</p>
Glyfosat og Ampa	<p>Metoden bestemmer glyfosat og dens nedbrytningsprodukt aminomethylphosphonic acid (AMPA). Analyttene blir syreekstrahert, nøytralisert og derivatisert med FMOC og deretter analysert på LC-MS/MS. Metoden er akkreditert (akkrediteringsnummer D-PL-19579-02-00). Fast LOQ 0,01 mg/kg. For mer informasjon kontakt Eurofins Sofia GnbH (Berlin).</p>

Organfosfat pesticidforbindelser	Pesticidene blir bestemt med GC-FPD. Metoden er akkreditert (akkrediteringsnummer D-PL-14198-01-00). LOQ chlorpyrifos-metyl og pirimifos-metyl: 0,01 mg/kg i fullfôr og 0,02 mg/kg i oljer. For mer informasjon kontakt Eurofins Dr. Specht Laboratorien GmbH (Hamburg).
Aflatoksiner	Aflatoksin B1, B2, G1 og G2 blir bestemt med denne metoden med en fast LOQ på 0,1 µg/kg. Blir analysert med HPLC og fluorescens deteksjon. Metoden er akkreditert (akkrediteringsnummer D-PL-14602-01-00). For mer informasjon kontakt eurofins WEJ Contaminants GmbH (Hamburg).
Ochratoxin A	Ochratoxin A blir bestemt med denne metoden med en fast LOQ på 0,2 µg/kg. Blir analysert med HPLC og fluorescens deteksjon. Metoden er akkreditert (akkrediteringsnummer D-PL-14602-01-00). For mer informasjon kontakt eurofins WEJ Contaminants GmbH (Hamburg).
Fusarium toksiner	Deoxynivalenol, zearalenon, T-2 toksin, HT-2 toksin og sum T-2 toksin og HT-2 toksin blir bestemt med denne metoden med en fast LOQ på 10-20 µg/kg. Blir analysert med LC-MS/MS. Metoden er akkreditert (akkrediteringsnummer D-PL-14602-01-00). For mer informasjon kontakt eurofins WEJ Contaminants GmbH (Hamburg).
Fumonisin	Fumonisin B1, B2 og sum B1 og B2 blir bestemt med denne metoden med en fast LOQ på 20 µg/kg. Blir analysert med LC-MS/MS. Metoden er akkreditert (akkrediteringsnummer D-PL-14602-01-00). For mer informasjon kontakt eurofins WEJ Contaminants GmbH (Hamburg).

ISBN 978-82-91065-38-0