



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

Rapport
2017

Program for overvåking av fiskefôr

Årsrapport for prøver innsamlet i 2016

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

Nasjonalt institutt for ernærings- og sjømatforskning (NIFES)



på oppdrag fra **Mattilsynet**

Statens tilsyn for fisk, dyr og næringsmidler

ISBN 978-82-91065-46-5

INNHALDSFORTEGNELSE

Oppsummering	4
Summary	5
Innledning	6
Metoder	7
Resultater med Diskusjon	10
I. Forbudte fôrmidler.....	10
II. Uønskede stoffer, mikrobiologiske parametere.....	11
III. Uønskede stoffer, organiske fremmedstoff.....	14
IV. Uorganiske fremmedstoff/metall.....	23
V. Tilsetningsstoff.....	26
VI. Stoff som av ulike årsaker kan få fokus og der man trenger bakgrunnsdata.....	35
VII. Redelig handel - kontroll av deklarete næringsstoff.....	38
Konklusjon	40
Conclusion	42
Anbefalinger	44
Metoder/Methods	45

OPPSUMMERING

Mattilsynet er oppdragsgiver for denne overvåkingen som 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 2016. 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. Kartlegging og overvåking gjennomføres for å overvåke status på fôrområdet, framskaffe offentlig dokumentasjon om fiskefôr og kartlegge nye farer knyttet til fiskefôr. I 2016 ble totalt 140 prøver analysert: 89 fullfôr, 9 fiskemel, 10 vegetabiliske fôrmidler, 9 vegetabiliske oljer, 10 fiskeoljer og 13 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. Bakterier i familien Enterobacteriaceae ble påvist over grenseverdi i to fiskemel og *Salmonella* ble påvist i ett fullfôr. Total arsen ble påvist over grenseverdien i ett fullfôr og sum antioksidanter ble påvist over grenseverdi i ett annet fullfôr i 2016. Bortsett fra dette, viser resultatene for 2016 ingen overskridelser i fullfôr og fôrmidler for uønskede stoffer. Det ble påvist spor av DNA fra drøvtygger i fem fullfôr ved hjelp av sensitiv molekylær biologisk metode (PCR). De samme prøvene var negative for bestanddeler fra drøvtyggere ved lysmikroskopi som er referansemetoden for påvisning av ulovlig animalsk protein. Disse resultatene kan tyde på at de fem fullfôrene som var positive for drøvtygger-DNA påvist med PCR skyldes utilsiktede produkter eller tillatte produkter fra drøvtyggere. Mange av fôrene inneholdt tilsetningsstoffene vitamin D₃ og selen over grenseverdi. Grenseverdien gjelder for summen av tilsatt mengde og det som naturlig er tilstede i fôrmidlene, og gjelder 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 folat, cobalamin, fosfor og jod. Vi anbefaler fortsatt overvåking av norsk fiskefôr både med tanke på uønskede stoffer og ernæringskvalitet. Videre overvåking og kartlegging blir særlig viktig i fremtiden når nye fôrmidler blir tatt i bruk.

Vi takker alle som har deltatt i gjennomføringen av prosjektet.

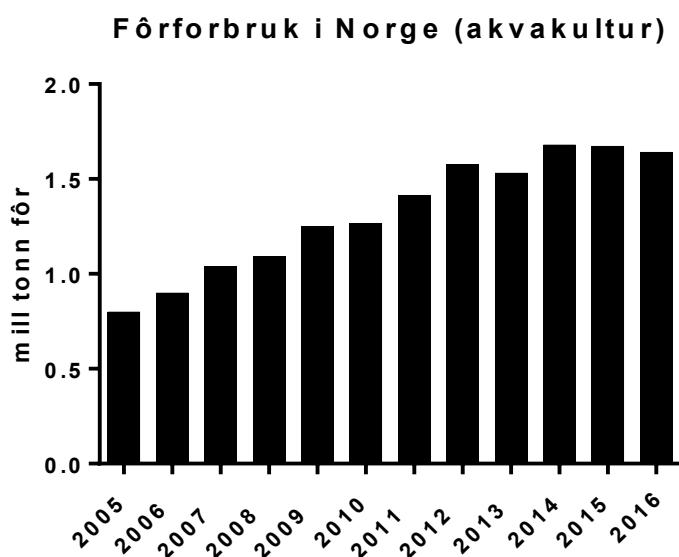
NIFES, 1. mai 2017

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 2016. 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 present results includes data from 2016 on undesirable substances and nutrients in fish feed, feed ingredients and premixes. In 2016, a total of 140 samples were analyzed including 89 complete feeds, 9 fish meals, 10 plant proteins, 9 plant oils, 10 fish oils and 13 premixes. Analytical results are reported to the Norwegian Food Safety Authority on a continuous basis. Additionally, the Norwegian Food Safety Authority is immediately notified of non-compliant findings. Enterobacteriaceae were detected in concentrations above maximum content in two samples of fish meal and *Salmonella* was detected in one complete feed. The level of total arsenic was above the ML in one complete feed and sum antioxidants were above the ML in another complete feed. With the exception of the above mentioned, the results for 2016 showed that all samples were compliant with regards to undesirable substances. Five complete feeds containing traces of DNA from ruminant material were reported in 2016. The same samples were analyzed with a light microscopy methodology (the reference method for the determination of constituents of animal origin) and they were all negative for constituents of ruminant origin. The results indicate that the findings may be due to unintended traces or allowed ruminant material. Several of the complete feeds were above the maximum content with respect to the additives; vitamin D₃ and selenium. The UL of additives applies to the total sum of the substance, both from the additive and from what is present in feed materials, but only when the substance is added. Results suggest that both selenium and vitamin D₃ generally are included in premixes. In this year's monitoring program we have analysed several nutrients in complete feed, not previously included in the program, and it is apparent that some of the feeds have levels of folate, cobalamin, phosphorus and iodine below the suggested minimum requirement for Atlantic salmon. We recommend further monitoring of Norwegian fish feed in terms of undesirable substances including nutritional quality of the fish feed. This is particularly important in the near future since novel feed ingredients are expected to be introduced. We thank everyone who has participated in this program. **NIFES, 1st of May 2017.**

INNLEDNING

I 2016 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 2016.



Figur 1 Innrapportert fôrforbruk til norsk laksefisk (Atlantisk laks og regnbueørret) i Norge fra 2005 til 2016. Tallene er i millioner tonn. Kilde: Fiskeridirektoratet, Biomasseregisteret [Fish feed consumption in Norway from 2005 to 2016. 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 fôrrområdet for 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 Mattilsynets overvåkings- og kartleggingsprogram (OK-program) på fiskefôrrområdet for 2016 oppsummert.

METODER

Mattilsynet er ansvarlig for uttak av prøver fra registrerte virksomheter som produserer fiskefôr. Hvert år lager Mattilsynets hovedkontor en prøvetakningsplan som blir distribuert til de aktuelle inspektørene som skal samle inn prøvene. Prøvene blir tatt ut gjennom hele året for å få med mulige årstidsvariasjoner. I 2016 ble det samlet inn totalt 140 prøver fra fiskefôrprodusentene i Norge (BioMar, Ewos, Skretting, Marine Harvest og Polarfeed), inkludert 15 fullfôr til laks fra oppdrettsanlegg for å få et innblikk i effekten av lagring av fôr. Prøvene 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 analyse av ulovlig animalsk protein, 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) satt 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 2016 ble 74 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 2016 og tallet på utførte analyser for de enkelte stoffgruppene.

De fleste parametere i Tabell 1 er hentet fra regelverket over uønskede stoffer (mikroorganismer, organiske og uorganiske fremmedstoffer), regelverket for tilsetningsstoffer³ (antioksidanter, mineraler og vitaminer), og fra regelverk knyttet til deklarerings⁴ (fett, protein). I tillegg har vi analysert for polybromerte flammehemmere, polyaromatiske hydrokarboner, mykotoksiner, flere pesticidforbindelser og fettsyrer i fullfôr og fôrmidler, som er stoffgrupper der man trenger bakgrunnskunnskap. Virksomhetenes egenkontroll vil utgjøre langt flere analyseresultater enn hva dette programmet bidrar med, spesielt når det gjelder salmonellakontrollen. Næringsstoffsammensetningen i vegetabiliske fôrmiddel er ulik den i marine fôrmiddel, noe som kan ha betydning for ernæringsstatus og helse hos fisk når andelen av vegetabiliske 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 plantesteroler.

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

³ FOR-2005-04-12-319: Forskrift om tilsetningsstoffer til bruk i fôrvarer.

⁴ FOR-2011-04-02-360: Forskrift om merking og omsetning av fôrvarer.

Tabell 1. Analyseparametre og tall på analyserte prøver i 2016. [Parameters and number of samples analyzed in 2016].

Parameter	Antall analyser 2016
I. Forbudte fôrmidler	
PAP fra drøvtyggere (PCR) ^{a)}	29
Kjøttbeinmel (Lysmikroskopi) ^{b)}	29
II. Uønskede stoff, mikrobiologi	
<i>Salmonella</i>	83
Enterobacteriaceae	9
Aerobe mikroorganismer (kintall)	89
Mykotoksiner ^{c)}	45
Mykotoksiner (fettløselige) ^{d)}	39
III. Uønskede stoff, Organiske	
PCB ₆	60
Klorerte Pesticider	74
Organfosfat Pesticider	59
Glyfosat og AMPA	20
Dioksin+ dl PCB	79
PBDE7	79
PAH4	79
HBCD og TBBP-A	38
IV. Uønskede stoff, Uorganiske	
Tot As, Cd, Pb, Hg, F	75
Metyl Hg	20
Uorganisk Arsen	20
V. Tilsetningsstoff	
BHA	84
BHT	74
Ethoxyquin	94
Pigment (astaxanthin)	20
VI. Essensielle næringsstoff med grenseverdi	
Mineraler (Fe, Zn, Cu, Mn, Co, Se, Mo)	67
Vitamin D ₃	66
Jod	20
VII. Stoff der man trenger bakgrunnskunnskap	
Fosfor og Kalsium	40
Fettsyrer	20
Tørrstoff	74
Plantesteroler	20
Vitaminer K	31
Vitamin E, C, B (folat, pantoten, cobalamin)	20
VIII. Redelighetsanalyser av deklarete stoff	
Totalfett	74

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

d) Beauvericin og enniatin (A, A1, B, B1)

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. Eksempler på PAP er fiskemel, fjærmel, beinmel og svinemel. Melkeprodukter og gelatin blir ikke definert som PAP. TSE-forordningen⁵ er sentral her og formålet med denne er å forebygge, ha kontroll med og utrydde spongiforme encefalopatier som kan overføres fra dyr til dyr eller fra dyr til mennesker. Man vet at beinmel fra drøvtyggere kan være kilden til overførbare spongiforme encefalopatier og derfor er bruken av dette produktet regulert i TSE-forordningen. 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 ingredienser fra landdyr PAP i fôr. Lysmikroskopi metode brukes for å bestemme om PAP material blir brukt i fôr og PCR metode brukes for å bestemme om drøvtygger material er tilstede ved deklarerert bruk av PAP. NIFES ble nasjonalt referanselaboratorium (NRL) for PCR metoden i 2012. I 2016 har vi undersøkt 9 fiskemel og 20 fullfôrblandinger for ulovlig PAP ved hjelp av PCR metodikk. Det ble funnet DNA fra drøvtyggerarter i fem av de undersøkte fullfôrene. De samme fem prøvene ble også analysert med lysmikroskopi (ALcontrol Laboratories) men det ble det ikke påvist bestanddeler fra drøvtyggerarter. Disse resultatene kan tyde på at de fem fullfôrene som var positive for drøvtygger-DNA påvist med PCR skyldes utilsiktede produkter eller tillatte produkter som melkeprodukter fra drøvtyggere og ikke beinmel. Generelt kan man si at lysmikroskopimetoden er referansemetoden for påvisning av ulovlig animalsk protein mens PCR er en svært sensitiv metode som påviser DNA men som ikke skiller mellom lovlig og ulovlig drøvtygger DNA. På NIFES jobbes det med komplementær proteomikk metode som blant annet kan skille mellom lovlig og ulovlig drøvtygger DNA.

⁵ Forskrift om forebygging av, kontroll med og utryddelse av overførbare spongiforme encefalopatier (TSE).

II. Uønskede stoffer, mikrobiologiske parametere

I 2016 ble 74 prøver av fullfôr og 9 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 15 fullfôrprøver fra oppdrettsanlegg som ble undersøkt for mykotoksiner og kimtall. Biproduktforskriften⁶ har krav til fravær av *Salmonella* og krav til at antallet bakterier i familien Enterobacteriaceae skal være under 300 kim/g, i fôrmidler av animalsk opphav (fiskemel). I dag er det ingen grenseverdier for Enterobacteriaceae i fullfôr. Det er også krav om 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 9 undersøkte fiskemelene i 2016. Det ble påvist *Salmonella* bakterier i 1 av de 74 undersøkte prøvene av fullfôr i 2016. Isolatet som ble påvist i fullfôr var av serovarianten *S. Mbandaka*. Ved produksjon av fullfôr blir det benyttet høyt trykk som gir økt temperatur under ekstruderingsprosessen. Det forventes at temperaturen som oppnås i denne prosessen dreper *Salmonella* bakterier som måtte finnes i ingrediensene til fôret. Når det likevel jevnlig påvises *Salmonella* bakterier i fullfôr, skyldes det mest sannsynlig rekontaminering av fôret etter varmebehandlingstrinnet med *Salmonella* bakterier fra stammer som er etablert i produksjonslokalene. I en studie fra 2007 ble det rapportert at det kunne påvises *Salmonella*-bakterier i 0,3 % av norsk fullfôr til fisk⁷. Det ble konkludert med at det er liten risiko for at disse *Salmonella* bakteriene vil kunne etablere seg i fisk eller bli overført til mennesker via produkter fra oppdrettsfisk.

Enterobacteriaceae

I 2016 ble 9 prøver av fiskemel undersøkt for bakterier i familien Enterobacteriaceae. I to prøver av fiskemel ble det funnet Enterobacteriaceae med verdier på henholdsvis 620 og 540 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 kim/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

⁶ Forskrift om animalske biprodukter som ikke er beregnet på konsum.

⁷ 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

ved fekal forurensning. Denne parameteren blir ofte benyttet som en indikator for den hygieniske kvaliteten for matvarer og fôr.

Aerobe bakterier (kimtall)

I 2016 ble 89 prøver av fullfôr analysert for aerobe kim (hvorav 15 ble tatt ut fra oppdrettsanlegg). Denne parameteren sier noe om hygienisk kvalitet. Påvisningsgrense for metoden er 1000 CFU/g. I 2016 var 35% av alle prøvene under påvisningsgrensen for metoden. Snittverdien på de 47 positive prøvene var 21 200 CFU/g med en maksimumsverdi på 202 000 CFU/g. Det høge kimtallet i denne prøven kan indikere uheldig lagring av fullfôret. Snittverdien for de 11 prøvene som ble tatt ut fra oppdrettsanlegg var 10 500 CFU/g med en maksimumsverdi på 72 000 CFU/g. Tallene tyder på at fullfôrene fra oppdrettsanlegg ikke har dårligere hygienisk kvalitet enn fullfôrene tatt ut direkte fra fôrfabrikk.

Mykotoksiner

I 2016 ble 10 prøver av vegetabiliske fôrmidler (hvete og soya) og 35 tilfeldig valgte prøver av fullfôr (hvorav 15 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 (Fum B1, B2) og zearalenon (Zea). Muggsopp i slekten *Fusarium* er feltsopp som produserer DON, fumonisiner og zearalenon. Lagringssoppene *Penicillium* og *Aspergillus* produserer ochraA. Noen arter i slekten *Aspergillus* kan også produsere aflatoksiner. For mykotoksiner er det bare fastsatt øvre grenseverdi for aflatoksin B1 (10 µg/kg i fullfôr og 50 µg/kg i fôrmidler). Det er derimot anbefalt referanseverdier for noen mykotoksiner⁸. 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 2016 under de nivåene som er rapportert å kunne være helseskadelig for Atlantisk laks (VKM rapport, Risikovurdering av mykotoksiner, 2013) og under anbefalte referanseverdier. Tabell 2 viser gjennomsnittsverdier og konsentrasjonsområde for mykotoksiner i fullfôr fra fôrfabrikk og det er gitt gjennomsnittsverdier for DON (36 µg/kg), FumB1 (148 µg/kg), FumB2 (67 µg/kg) og Zea (66 µg/kg). De 15 fullfôrene som ble tatt ut fra oppdrettsanlegg hadde noe høyere mykotoksin-nivå sammenlignet

⁸ 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.

med fullfôr fra fôrfabrikk. Det ble ikke funnet aflatoksin B1 over øvre grenseverdi i noen av de vegetabiliske fôrmidlene. De analyserte protein fôrmidlene av soya og hvete hadde lave nivåer av mykotoksiner.

Tabell 2. Gjennomsnittsverdier og konsentrasjonsområde for mykotoksiner ($\mu\text{g}/\text{kg}$) i fullfôr fra fôrfabrikk, fullfôr fra oppdrettsanlegg og vegetabiliske fôrmidler i 2016. 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 referanseverdi i fullfôr. [Mean concentration and range of mycotoxins ($\mu\text{g}/\text{kg}$) in fish feed in 2016. 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					
2016 (n=20)	36	148	67	-	51
Min-Maks	<20-76	<20-170	<20-82	<1-1,1	<10-57
Prøver over LOQ	20%	20%	20%	10%	20%
Fullfôr fra oppdrettsanlegg					
2016 (n=15)	54	300	117	-	119
Min-Maks	<20-99	<20-620	<20-230	<1	<10-290
Prøver over LOQ	33%	40%	40%	-	40%
Anbefalt referanseverdi ¹⁾	5000	10000 ²⁾	10000 ²⁾		
Vegetabiliske fôrmidler					
2016 (n=10) Min-Maks	<20	<20	<20	<1-1,3	<10
Prøver over LOQ	-	-	-	-	-
Anbefalt øvre grenseverdi ³⁾	8000-12000	60000 ⁴⁾	60000 ⁴⁾	250	2000-3000

1) Anbefalte referanseverdi i fullfôr for innhold av muggsopp og mykotoksiner i fôrvarer.

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

3) Anbefalte referanseverdi i fôrmidler for innhold av muggsopp og mykotoksiner i fôrvarer.

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

I tillegg til de «tradisjonelle mykotoksinene» som vi har hatt med i dette programmet de siste årene, ble 20 prøver av fullfôr, 10 prøver av vegetabiliske fôrmidler (hvete og soya) og 9 prøver av rapsoljer analysert for fettløselige mykotoksiner (Beauvericin og Enniatin A, A1, B, B1) i 2016. I dag vet man lite om utbredelsen av disse mykotoksiner i norsk fiskefôr og fôrmidler brukt i fiskefôr, men man vet at de kan akkumulere i oppdrettsfisk⁹. Det er muggsopp i slekten *Fusarium* (feltopp) som produserer Beauvericin og Enniatin. De høyeste verdiene ble påvist i rapsolje med gjennomsnittsverdier for Enniatin B (53 $\mu\text{g}/\text{kg}$) og Enniatin B1 (20 $\mu\text{g}/\text{kg}$). I en prøve av hvetegluten ble det påvist 88 $\mu\text{g}/\text{kg}$ av Enniatin B, 49 $\mu\text{g}/\text{kg}$ av Enniatin B1 og 28 $\mu\text{g}/\text{kg}$ av Enniatin A1. Det ble kun påvist spormengder av

⁹ Tolosa J, Font G, Manás J, Ferrer E (2014). Natural occurrence of emerging *Fusarium* mycotoxins in feed and fish from Aquaculture. Journal of Agricultural and Food Chemistry 62(51):12462-70.

Enniatin B i to fullfôr (12 og 11 $\mu\text{g}/\text{kg}$). Basert på dette datasettet, kan det se ut som rapsolje og hvete er kilder til Enniatin i norsk fiskefôr. Vi trenger mer kunnskap om innholdet av fettløselige mykotoksiner i fiskefôr i forhold til fiskehelse og trygg sjømat.

III. Uønskede stoffer, organiske fremmedstoff

Klorerte pesticider

Felles for klorerte pesticider er at de har et 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, fordi EU har satt grenseverdier for flere av disse stoffene i fôr og Norge har inkorporert disse grensene i norsk fôrlovgivning (*Forskrift om fôrvarer*)¹⁰. Bare prøver av fullfôr ble analysert for klorerte pesticider i 2016.

Grenseverdien for dieldrin og aldrin gjelder isolert eller sammen, uttrykt som dieldrin og er 20 $\mu\text{g}/\text{kg}$. Vi presenterer dieldrin alene siden ingen av verdiene for aldrin var over LOQ (<0,065-0,2 $\mu\text{g}/\text{kg}$). Dieldrin og aldrin ble analysert i 74 fullfôr i 2016. Nivåene av dieldrin i fullfôr i 2016 var generelt lave med en snittverdi på 1,3 $\mu\text{g}/\text{kg}$ (variasjon fra <0,19-2,9 $\mu\text{g}/\text{kg}$) (Tabell 3). 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 2016 ble 74 fullfôr analysert for toksafen og det ble funnet en snittverdi på sum toksafen på 3,5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ og med en variasjon fra 2,1 til 8,3 $\mu\text{g}/\text{kg}$ (Tabell 3). Alle verdiene er under grenseverdien som er 50 $\mu\text{g}/\text{kg}$ i fullfôr. Klordan har blitt analysert siden 2005. Tre former av klordan ble analysert i 74 fullfôr i 2016 (*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 2016 funnet en snittverdi på klordan på 1,4 $\mu\text{g}/\text{kg}$ og med en variasjon fra 0,5 til 2,5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ (Tabell 3). Ingen av de analyserte fullfôrene for 2016 var over grenseverdien som er 20 $\mu\text{g}/\text{kg}$ for klordan. Av råvarene brukt i fullfôr, er det fiskeolje som har de høyeste nivåer av klordan. Øvre grenseverdi for endosulfan i fullfôr er 50 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 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 fôrmidler til Europa. Vi

¹⁰ Grenseverdier for summer av pesticider i henhold til *Forskrift om fôrvarer* (med “molecular weight conversion factor” for summer).

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 2016 for de 74 fullfôrene var 1,6 µg/kg med et variasjonsområde fra 0,8 og 2,6. Tre former av heptaklor ble analysert i fullfôr i 2016; heptaklor og heptaklor epoxid (*cis* og *trans*). Grenseverdien for heptaklor er uttrykt som summen av heptaklor og heptaklorepoksid og er 10 µg/kg. I 2016 ble det analysert 74 fullfôr og det var kun *cis* formen av heptaklor epoxid som var over LOQ med en snittverdi på 0,3 µg/kg og variasjon fra <0,2 µg/kg til 0,5 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 2016. Se tekst for forklaring på sum-verdier. [Mean concentration and range of pesticide levels in fish feed in 2016. Sum values are explained in the text. Maximum content 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 2016 (n=74)	1,3	3,5	1,4	1,6	1,4
Min-Maks	<0,19-2,9	2,1-8,3	0,5-2,5	0,8-2,6	0,6-7,6
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 fôrforordningen 2002/32/EC.

I 2016 ble 74 fullfôr analysert for heksaklorbenzen (HCB). Grenseverdien for HCB i fullfôr er 10 µg/kg. I 2016 var snittverdien for HCB 1,4 µg/kg med en variasjon fra 0,6 til 7,6 µg/kg. Ingen av de analyserte fullfôrene hadde verdier over grenseverdi for HCB (Tabell 3). I 2016 har vi analysert 74 fullfôr for fire former av heksaklorsyklusheksan (HCH) (alfa, beta, delta og gamma), men det var ingen av fullfôrene som var over kvantifiseringsgrensen gitt for HCH. Øvre grenseverdi for gamma-HCH i fullfôr er 200 µg/kg. 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-trikloreten) 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 2016 ble det analysert 74 fullfôr og resultatene viser at snittverdi for sum DDT (7,0 µg/kg) og høyeste målte verdi (21,2 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 isomerer. Vi ser også at for 2016 er det p,p-DDE isomerer 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 74 fullfôrene (Tabell 4) var 3,8 µg/kg i 2016 mot 3,1 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 nedbrytningsproduktet; DDE.

Tabell 4. Gjennomsnittsinhold og konsentrasjonsområde av ulike DDT-former (µg/kg) i fullfôr i 2016. 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 2016. Sum DDT is determined as “upperbound” (see text). Maximum content 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 2016 (n=74)	0,2	0,6	0,3	1,4	0,1	3,8	7,0
Min-Maks	<0,1-0,7	0,2-2,2	<0,1-0,6	0,5-4,7	<0,08-0,3	0,7-12,2	2,3-21,2
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 2016 ble 40 fullfôr, 10 vegetabiliske fôrmidler (soyakonsentrat og hvetegluten) og 9 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 17 og 10 µg/kg. Pirimifos-metyl ble påvist i fire av fullfôrene med en snittverdi på 23 µg/kg med variasjon fra <10 µg/kg til 38 µg/kg. I de vegetabiliske fôrmidlene ble det påvist klorpyrifos-metyl (49 µg/kg) og pirimifos-metyl (150 µg/kg) i en prøve av hvetegluten. I rapsoljene ble det påvist pirimifos-metyl i tre av de analyserte prøvene med en snittverdi på 21 µg/kg. Det er fastsatt MRL verdier for plantevernmiddelester i vegetabiliske næringsmidler og fôrmidler. Disse er oppgitt på frisk vekt. For bearbejdede produkter må det korrigeres for fortykning/oppkonsentrering som følge av bearbejdingen før man kan sammenlikne med MRL. Det er ikke fastsatt MRL for fullfôr til fisk.

Glyfosat

I 2016 ble 10 fullfôr og 10 vegetabiliske fôrmiddel analysert (soyakonsentrat og hvetegluten) for glyfosat og nedbrytningsproduktet til glyfosat, amino-metyl-fosfonysyre (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 0,11 mg/kg og variasjon fra 0,07 mg/kg til 0,15 mg/kg. Nivåene av AMPA i fullfôr i 2016 var noe lavere sammenlignet med mengden glyfosat med en snittverdien på 0,02 mg/kg og variasjon fra 0,01 mg/kg til 0,03 mg/kg. Det er fastsatt MRL verdier for plantevernmiddelester i vegetabiliske næringsmidler og fôrmidler. Disse er oppgitt på frisk vekt. For bearbeidede produkter må det korrigeres for fortynning/oppkonsentrering som følge av bearbeidningen. Det er ikke fastsatt MRL for fullfôr. Glyfosat ble påvist i alle vegetabiliske fôrmiddel av soya, men ble ikke påvist i en prøve av hvetegluten. Snittverdien i de vegetabiliske fôrmidlene var 0,5 mg/kg med en variasjon fra <0,01 mg/kg til 1 mg/kg. MRL verdien for soyabønner på frisk vekt er 20 mg/kg. Snittverdien for AMPA i vegetabiliske fôrmiddel var 0,08 mg/kg med en variasjon fra <0,01 mg/kg til 0,13 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.

Fra 2012 er det i Norge og EU innført en grenseverdi på 40 µg/kg PCB₆ i fullfôr 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 siden 2012 er det PCB₆ tallene det har blitt 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 kongener. Dette er nøkkelkongener som det er mye av og vil fortelle noe om kildene til PCB. Ytterligere 12 planare PCB-kongener (dl-PCB) ble målt sammen med dioksin. Det ble analysert 60 prøver av fullfôr, 9 prøver av fiskemel og 10 prøver av fiskeolje for PCB₆ i 2016 (Tabell 5). Resultatene i fullfôr for PCB₆ i 2016 varierte fra 1,3 til 19,2 µg/kg med et gjennomsnitt på 7,7 µg/kg. Ingen av fôrene var over øvre grenseverdi for PCB₆ som er 40 µg/kg i fullfôr. Snittet på de 9 fiskemelsprøvene i 2016 var 5,7 µg/kg med variasjon fra 1,0 til 11,0 µg/kg (PCB₆). Dette er under grenseverdien for fiskemel som er 30 µg/kg. Snittet på de 10 fiskeoljene i 2016 var 45,6 µg/kg med variasjon fra 6,6 til 83,3 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 2016. 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 2016. Values are given as µg/kg sample with mean value and range. Maximum content 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 2016 (n=60)	0,3	0,5	1,2	1,8	3,1	0,7	7,7
Min -Maks	0,1-1,1	0,1-1,8	0,2-3,7	0,3-4,0	0,4-6,9	0,1-1,8	1,3-19,2
Øvre grenseverdi							
Fullfôr							40
Fiskemel 2016 (n=9)	0,2	0,4	0,9	1,4	2,2	0,6	5,7
Min -Maks	<0,04-0,4	0,05-0,9	0,1-1,6	0,2-3,1	0,4-4,3	0,2-1,2	1,0-11,0
Øvre grenseverdi							
Fiskemel							30
Fiskeolje 2016 (n=10)	2,0	3,0	6,8	10,4	18,4	5,0	45,6
Min -Maks	0,2-3,2	0,4-4,6	1,0-11,0	1,5-20,0	2,4-39,0	1,0-14,0	6,6-83,3
Øvre grenseverdi							
Fiskeolje							175

I 2016 ble det analysert 60 prøver av fullfôr, 9 prøver av fiskemel og 10 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)¹¹. 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 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 kongenerne som ikke kan

¹¹ 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)).

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 0,20 til 0,71 ng TEQ/kg med et gjennomsnitt på 0,35 ng TEQ/kg i 2016 (Tabell 6). Grenseverdi for fullfôr er på 1,75 ng TEQ/kg og vi ser at verdiene for 2016 er lavere enn denne grensen. I 2016 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 2016 hadde en snittverdi på 0,48 ng TEQ/kg med variasjon fra 0,10 til 1,26 ng TEQ/kg. Det er ingen grenseverdi for sum dl-PCB i fiskefôr, grenseverdien er satt for summen av dioksiner (PCDD/PCDF) og dl-PCB, med en tiltaksgrense på 2,5 ng TEQ/kg. Ingen av fullfôrene var over denne tiltaksgrensen for sum dl-PCB i 2016. Summen av dioksiner og dl-PCB i fullfôr (sum TEQ), var i 2016 på 0,82 ng TEQ/kg med en variasjon fra 0,35 til 1,84 ng TEQ/kg. Ingen av de analyserte fiskefôrene var over grenseverdi på 5,5 ng TEQ/kg fullfôr.

Gjennomsnittsinholdet av dioksiner (sum av PCDD/PCDF) i 9 prøver av fiskemel var 0,32 ng TEQ/kg med en variasjon fra 0,16 til 0,56 ng TEQ/kg i 2016 (Tabell 6), noe som er lavere grenseverdi på 1,25 ng TEQ/kg. Gjennomsnittsinholdet av dl-PCB i prøvene av fiskemel var 0,53 ng TEQ/kg med en variasjon fra 0,13 til 1,02 ng TEQ/kg. Sum TEQ i fiskemel viste et gjennomsnitt på 0,85 ng TEQ/kg med en variasjon fra 0,29 til 1,48 (Tabell 6) som var under grenseverdi på 4,0 ng TEQ/kg. Gjennomsnittsinholdet av dioksiner i 10 prøver av fiskeolje var 1,70 ng TEQ/kg med en variasjon fra 0,22 til 2,96 ng TEQ/kg i 2016 (Tabell 6), noe som er lavere enn grenseverdi på 5,0 ng TEQ/kg. Gjennomsnittsinholdet av dl-PCB i prøvene av fiskeolje var 3,01 ng TEQ/kg med en variasjon fra 0,80 til 4,29 ng TEQ/kg. Sum TEQ i fiskeolje var 4,70 ng TEQ/kg med en variasjon fra 1,02 til 7,08 ng TEQ/kg i 2016 (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 2016. 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 2016. Concentrations are given in ng TEQ/kg (“upperbound”), and maximum content 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 2016 (n=60) Grenseverdi fullfôr ^c	0,35 (0,20-0,71) 1,75	0,48 (0,10-1,26)	0,82 (0,35-1,84) 5,5
Fiskemel 2016 (n=9) Grenseverdi fiskemel, biprodukt (-olje) ^c	0,32 (0,16-0,56) 1,25	0,53 (0,13-1,02)	0,85 (0,29-1,48) 4,0
Fiskeolje 2016 (n=10) Grenseverdi fiskeolje ^c	1,70 (0,22-2,96) 5,0	3,01 (0,80-4,29)	4,70 (1,02-7,08) 20,0

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

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

c) Fôrskrift om fôrvarer (EC 2002/32)

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 2016 rapporterer vi sum PBDE₇, sum HBCD (α , β og γ) og TBBP-A i fullfôr, fiskemel og fiskeolje. 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 (kongenerer), navngitt i forhold til antallet og plasseringen av bromatomene i ringstrukturene. Vi måler PBDE kongenerne 28, 47, 99, 100, 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 2016 ble det analysert 60 fullfôr og snittverdien for PBDE₇ var 0,56 $\mu\text{g}/\text{kg}$ med en variasjon fra 0,16 $\mu\text{g}/\text{kg}$ til 1,60 $\mu\text{g}/\text{kg}$. Kongenerprofilen viser at PBDE-47 er den dominerende kongeneren i

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

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 2016 ble det analysert 9 fiskemel og snittverdien for PBDE₇ var 0,46 µg/kg med en variasjon fra 0,09 µg/kg til 0,94 µg/kg. Snittverdien for de 10 fiskeoljene som ble analysert i 2016 var 3,53 µg/kg med en variasjon fra 0,50 µg/kg til 6,60 µg/kg. Kongenerprofilen viser at PBDE-47 også er den dominerende kongeneren i fiskeolje og fiskemel.

I 2016 ble det analysert 19 fullfôr, 9 fiskemel og 10 fiskeoljer for TBBP-A og tre HBCD kongenerer (α , β og γ) (Tabell 7B). Snittverdien for summen av de tre HBCD kongenerne var 0,26 µg/kg i fullfôr, 0,26 µg/kg i fiskemel og 1,63 µg/kg i fiskeolje med maksverdier på henholdsvis 0,47 µg/kg, 0,57 µg/kg og 3,86 µg/kg. Den dominerende HBCD kongeneren i både fullfôr, fiskeolje og fiskemel var α -HBCD. I fullfôr var 7 av de analyserte prøvene over LOQ for TBBP-A med et snitt på 0,55 µg/kg (UB) og variasjon fra <0,17 til 2,04 µg/kg. I en prøve av fiskemel ble det påvist 40 µg/kg TBBP-A, dersom vi holder denne prøven utenfor, var snittverdien for TBBP-A i fiskemel på 1,18 µg/kg og variasjon fra <0,19 µg/kg til 2,97 µg/kg. Verdiene for TBBP-A var under LOQ i de analyserte fiskeoljene.

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 kongenerer (µg/kg prøve) i fullfôr, fiskemel og fiskeolje i 2016. Summeringen er «upper bound» (se tekst). [Mean concentration of PBDE congeners (µg/kg sample) in fish feed, fishmeal and fish oil in 2016. The sums are «upper bound UB» (see text for explanation)].

Prøve	PBDE-28 (µg/kg)	PBDE-47 (µg/kg)	PBDE-100 (µg/kg)	PBDE-99 (µg/kg)	PBDE-154 (µg/kg)	PBDE-153 (µg/kg)	PBDE-183 (µg/kg)	Sum PBDE ₇ (µg/kg)
Fullfôr 2016 (n=60)	0,02	0,32	0,07	0,05	0,05	0,02	-	0,56
Min-Maks	<0,01- 0,06	0,09- 0,98	0,02- 0,18	<0,02- 0,24	0,01- 0,20	<0,01- 0,06	<0,01- <0,03	0,16- 1,60
Fiskemel 2016 (n=9)	0,01	0,24	0,05	0,05	0,07	0,02	-	0,46
Min-Maks	<0,01- 0,03	0,03- 0,55	<0,01- 0,10	0,02- 0,08	<0,01- 0,15	<0,01- 0,04	<0,01- <0,03	0,09- 0,94
Fiskeolje 2016 (n=10)	0,11	2,25	0,45	0,28	0,32	0,08	-	3,53
Min-Maks	<0,04- 0,22	0,18- 4,60	<0,04- 0,88	0,09- 0,68	<0,04- 0,44	<0,04- 0,10	<0,07- <0,09	0,50- 6,60

Tabell 7B. Gjennomsnittsinhold av HBCD kongenerne og TBBP-A ($\mu\text{g/kg}$ prøve) i fullfôr, fiskemel og fiskeolje i 2016. Summeringen er «upperbound». [Mean concentration of HBCD congeners and TBBP-A ($\mu\text{g/kg}$ sample) in fish feed, fishmeal and fish oil in 2016. Sums are “upperbound UB”].

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 ($\mu\text{g/kg}$)
Fullfôr 2016 (n=19)	0,20	0,02	0,04	0,26	0,55
Min-Maks	<0,04-0,44	<0,01-0,03	<0,01-0,10	0,10-0,47	<0,17-2,04
Fiskemel 2016 (n=9)	0,18	0,01	0,01	0,26	5,49
Min -Maks	<0,03-0,36	<0,01-0,04	<0,01-0,04	0,07-0,57	<0,19-40,0
Fiskeolje 2016 (n=10)	1,50	0,04	0,09	1,63	-
Min -Maks	0,03-3,62	<0,03-0,07	0,05-0,20	0,38-3,86	<0,48-<0,99

Polyaromatiske hydrokarboner (PAH)

I 2016 ble 60 fullfôr, 9 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, chrysene 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 2016 var 20 av fullfôrene over kvantifiseringsgrensen for chrysene (33% av fôrene) og 15 av fullfôrene for benzo(a)antracen og benzo(b)fluoranten (25% av fôrene). Chrysene hadde et «upperbound» gjennomsnitt på 0,6 $\mu\text{g/kg}$ i 2016. 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, men i 2016 var det kun 4 av 60 fullfôr som hadde verdier over LOQ for benzo(a)pyren. 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 2016 er noe høyere (2,1 $\mu\text{g/kg}$) sammenlignet med 2013 (1,9 $\mu\text{g/kg}$), men lavere sammenlignet med 2015 (2,6 $\mu\text{g/kg}$). PAH ble også målt i vegetabiliske fôrmidler (Tabell 9) (soyakonsentrat og en prøve av hvetegluten) og det var ingen prøver som hadde kvantifiserbare verdier av PAH i 2016. I rapsoljene som ble analysert i 2016 ble indikatorkomponenten benzo(a)pyren påvist over påvisningsgrensen i 7 av 9 prøver og «upperbound» snittet var på 0,7 $\mu\text{g/kg}$. Chrysene ble også påvist i 7 av de 9 rapsolje prøvene og snittet var 1,1 $\mu\text{g/kg}$ i 2016 med en variasjon fra <0,5 $\mu\text{g/kg}$ til 2,0 $\mu\text{g/kg}$. Sum PAH₄ i de analyserte

¹³ benzo(a)antracen, chrysene, 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-methylchrysene og benzo(c)fluoprene.

vegetabiliske oljene var 3,5 µg/kg i 2016 noe som er lavere enn snittene for sum PAH₄ i 2015 (8,8 µg/kg) og 2014 (6,9 µg/kg).

Tabell 9. PAH i fullfôr, vegetabiliske fôrmidler og vegetabiliske oljer i 2016. 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 2016. All values are µg/kg and the number of measured values above LOQ are given in relation to the total number of samples analyzed. The sums of PAH₄ are "upperbound"].

Komponent	Fullfôr 2016		Vegetabiliske fôrmidler 2016		Vegetabiliske oljer 2016	
	Variasjon µg/kg	Antall prøver over LOQ	Variasjon µg/kg	Antall prøver over LOQ	Variasjon µg/kg	Antall prøver over LOQ
Benzo[a]antracen	<0,5-0,9	15/60	<0,5	0/10	<0,5-1,7	7/9
Chrysene	<0,5-1,3	20/60	<0,5	0/10	<0,5-2,0	7/9
Benzo[b]fluoranten	<0,5-0,9	15/60	<0,5	0/10	<0,5-1,3	7/9
Benzo[k]fluoranten	<0,5	0/60	<0,5	0/10	<0,5	0/9
Benzo(j)fluoranten	<0,5	0/60	<0,5	0/10	<0,5-0,7	2/9
Benzo[a]pyren	<0,5-1,0	4/60	<0,5	0/10	<0,5-1,1	7/9
Indeno[1,2,3-cd]pyren	<0,5	0/60	<0,5	0/10	<0,5-0,7	3/9
Diebenzo[a,h]antracen	<0,5	0/60	<0,5	0/10	<0,5	0/9
Benzo[g,h,i]perylene	<0,5-0,9	4/60	<0,5	0/10	<0,5-0,9	3/9
Dibenzo(a,l)pyren	<1,0	0/60	<1,0	0/10	<1,0	0/9
Dibenzo(a,i)pyren	<1,0	0/60	<1,0	0/10	<1,0	0/9
Dibenzo(a,h)pyren	<1,0	0/60	<1,0	0/10	<1,0	0/9
Dibenzo(a,e)pyren	<1,0	0/60	<1,0	0/10	<1,0	0/9
Cyclopenta(c,d)pyren	<1,0-1,6	1/60	<1,0	0/10	<1,0	0/9
5-metylchrysen	<1,0	0/60	<1,0	0/10	<1,0	0/9
Benzo(c)fluoren	<1,0	0/60	<1,0	0/10	<1,0	0/9
Σ PAH₄¹⁾	2,1		-		3,5	
(min-maks)	<2,0-3,7		<2,0		<2,0-6,1	

1) Benzo[a]pyren, Benzo[a]antracen, Chrysene 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 kadmium, kvikksølv og bly. 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. I denne rapporten analyserer vi uorganisk arsen og metylkvikksølv i tillegg til total arsen og total kvikksølv.

Arsen (As) – total og uorganisk

Det er lite uorganisk arsen i forhold til organisk arsen i fullfôr (Tabell 10). I regelverket er det presisert at uorganisk arsen skal være lavere enn 2 mg/kg. I 2016 ble 40 fullfôr analysert for total arsen og 20 av disse fullfôrene også for uorganisk arsen (Tabell 10). Gjennomsnittverdien for henholdsvis total arsen og uorganisk arsen var 2,7 mg/kg og 0,052 mg/kg fullfôr i 2016. Et fullfôr oversteg grenseverdien for total arsen i 2016 med en verdi på 11 mg/kg (grenseverdi 10 mg/kg). Prøvesvar er ikke korrigert for tørrstoff (94%) eller måleusikkerhet i metoden (høye målinger: 20%). De vegetabiliske fôrmidlene som ble undersøkt hadde et lavt innhold av total arsen (Tabell 10). Marine råvarer er hovedkilden til total arsen i fullfôr og tidligere data viser at kolmule og øyepål inneholder mer arsen enn lodde og tobis¹⁴. Detaljer om innhold av total- og uorganisk arsen i marine råvarer er publisert i Julshamn m.fl. (2012)¹⁵. Fiskeolje har ikke blitt analysert for total arsen de siste årene (se fôrrapport for 2008). I 2016 ble 7 mineralpremikser analysert for total arsen og snittverdien var 0,9 mg/kg med variasjon fra 0,4 til 1,7 mg/kg. Det er ingen grenseverdier for total arsen i premikser.

Kadmium (Cd)

Kadmiuminnholdet i fullfôr, vegetabiliske fôrmidler og premikser for 2016 er gitt i Tabell 10. Resultatene for fullfôr viste et snitt på 0,2 mg/kg med variasjonen i kadmiuminnholdet i fra 0,1 til 0,4 mg/kg. Grenseverdien for kadmium i fullfôr til fisk er på 1 mg/kg og ingen av prøvene var over grenseverdien. I de vegetabiliske fôrmidlene var snittverdien for kadmium i 2016 på 0,02 mg/kg (variasjon <0,01-0,08 mg/kg). 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 2016 analyserte vi 7 mineralpremikser og snittverdien var 0,8 mg/kg med variasjon fra 0,4 til 1,9 mg/kg. Dette er under grenseverdien for kadmium i premikser som er på 15 mg/kg.

¹⁴ Heidi Amlund, Jens J Sloth, Marc H Berntssen, Anne-Kathrine Lundebye, Kåre Julshamn (2006). Arsen i fiskeolje som fôringrediens til oppdrettsfisk – en ny utfordring? Norsk fiskeoppdrett, Nummer 4.

¹⁵ Kåre Julshamn, Bente Merete Nilsen, Sylvia Frantzen, Stig Valdernes, 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 Innhold av total arsen (As) og uorganisk As, kadmium (Cd), kvikksølv (Hg) og metylkvikksølv og bly (Pb) i fullfôr, noen fôrmidler og mineralpremikser i 2016 (mg/kg prøve). Siste kolonne viser gjeldende grenseverdier. [The concentrations of total As and inorganic arsenic, Cd, Hg and methylmercury, and Pb in fish feed, fish feed ingredients and mineral premixes in 2016 (mg/kg sample). The last column shows the current maximum content].

Spormetall	Analyser (N)	Gjennomsnitt (mg/kg)	Min (mg/kg)	Maks (mg/kg)	Grenseverdi (mg/kg)
Arsen (As), total					
Fullfôr	40	2,7	0,9	11,0	10,0
Veg fôrmiddel	10	0,02	<0,01	0,06	2,0
Veg olje	9	0,04	<0,01	0,16	2,0
Mineralpremikser	7	0,9	0,4	1,7	-
Arsen (As), uorg.					
Fullfôr	20	0,052	<0,010	0,12	2,0
Kadmium (Cd)					
Fullfôr	40	0,2	0,1	0,4	1,0
Veg fôrmiddel	10	0,02	<0,01	0,08	1,0
Veg olje	9	-	<0,003	<0,005	1,0
Mineralpremikser	7	0,8	0,4	1,9	15
Kvikksølv (Hg), total					
Fullfôr	40	0,03	<0,004	0,19	0,2
Veg fôrmiddel	10	-	<0,004	<0,01	0,1
Veg olje	9	-	<0,003	<0,005	0,1
Mineralpremikser	7	0,11	<0,004	0,12	-
Metylkvikksølv					
Fullfôr	20	0,02	<0,003	0,05	-
Bly (Pb)					
Fullfôr	40	0,05	<0,02	0,34	5
Veg fôrmiddel	10	0,03	<0,02	0,04	10
Veg olje	9	-	<0,02	1,2	10
Mineralpremikser	7	1,84	0,58	4,0	200

Kvikksølv (Hg) og metylkvikksølv

Det ble analysert 40 fullfôr for kvikksølv (Hg) i 2016 og resultatene er gitt i Tabell 10. Resultatene for 2016 viser at kvikksølvmengden i fullfôr varierte fra under deteksjonsgrensen (<0,004 mg/kg) til 0,19 mg/kg med en gjennomsnittsverdi på 0,03 mg/kg fullfôr. Ingen av fullfôrene oversteg øvre grenseverdi på 0,2 mg/kg i fullfôr. I tillegg ble 20 av fullfôrene analysert for metylkvikksølv og i Tabell 10 ser vi at snittverdien for metylkvikksølv i fullfôr var 0,02 mg/kg med en variasjon fra under deteksjonsgrensen (<0,003 mg/kg) til 0,05 mg/kg. Kvikksølvinnholdet i vegetabiliske fôrmidler er lavt og var under kvantifiseringsgrensen i alle de analyserte vegetabiliske fôrmidlene i 2016 (Tabell 10). Kvikksølv ble også undersøkt i de syv mineralpremikserne og resultatene viste et snitt på 0,11 mg/kg med en variasjon fra under deteksjonsgrensen (<0,004 mg/kg) til 0,12 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 0,34 mg/kg i 2016. Gjennomsnittsverdien var 0,05 mg/kg noe som er under øvre grenseverdi for bly i fullfôr som er 5 mg/kg. I 2016 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 1,2 mg/kg, dette er under grenseverdi for bly i vegetabiliske oljer som er på 10 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 syv mineralpremiksene og resultatene viser en snittverdi på 1,84 mg/kg med en variasjon fra 0,58 mg/kg til 4,0 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. Regelverket¹⁶ 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 2016 målt BHA, BHT og EQ (Tabell 11). Syntetiske antioksidanter blir tilsatt både i fôrstoff 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)¹⁷. Det er etablert grenseverdier for summen av EQ, BHT og BHA i fullfôr til

¹⁶ Forskrift om merking og omsetning og Forskrift om tilsetningsstoffer til bruk i fôrvarer. Regulation (EC) No 1831/2003 on additives for use in animal nutrition

¹⁷ Committee of Experts on the Transport of Dangerous Goods and on the Globally Harmonized System of Classification and Labelling of Chemicals.

fisk på 150 mg/kg fôr. EQ 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, mens BHA blir i liten grad brukt i fiskefôr. 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 74 fullfôr i 2016. 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 5,2 til 161 mg/kg med gjennomsnittsverdi på 38,1 mg/kg i 2016 (Tabell 11). Det var et fullfôr som var over grenseverdien for sum antioksidanter og denne prøven hadde en verdi på 161 mg/kg. Konsentrasjonen av EQ i fullfôr varierte fra 1,6 mg/kg til 73,4 mg/kg med snittverdi på 11,6 mg/kg i 2016. 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 (upublisererte data). EQDM er ikke en del av regelverket. Konsentrasjonen av EQ ble også bestemt i fiskemel og vegetabiliske fôrmiddel i 2016 og snittverdiene var henholdsvis 117 mg/kg og 0,025 mg/kg. De høyeste verdiene fant vi i fiskemel der resultatene varierte fra 15 mg/kg til 405 mg/kg. I år målte vi også BHA i fiskeolje i tillegg til fullfôr og snittverdiene var henholdsvis 9,6 mg/kg og 11,7 mg/kg.

Tabell 11 Innhold av antioksidantene ethoxyquin (EQ), BHA og BHT i fullfôr og fôrmiddel i 2016. 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 and feed ingredients for 2016. Values are in mg/kg feed. The maximum content 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 2016 (n=74)	11,6	11,7	14,8	38,1
Min-Maks	1,6-73,4	0,02-111,4	<0,04-84,5	5,2-161,0
Fiskemel 2016 (n=10)	117			
Min-Maks	15-405	-	-	-
Fiskeolje 2016 (n=10)	-	9,6	-	-
Min-Maks	-	<0.002-50,0	-	-
Veg fôrmiddel 2016 (n=10)	0,025			
Min-Maks	<0,009-0,1	-	-	-

¹⁾ Sum Antioksidanter er ethoxyquin + BHA + BHT

Fargestoffer

Det ble analysert 20 fullfôrprøver (kun vekstfôr) for astaxanthin og cantaxanthin i 2016 og for astaxanthin varierte innholdet fra 22 mg/kg til 88,0 mg/kg. Gjennomsnittet for alle analyserte fullfôr var 54 mg/kg. Alle analyserte fôr var under grensen på 100 mg/kg fôr. Det ble ikke funnet cantaxanthin i noen av fôrene i 2016 (<1,2 mg/kg). Det er en separat øvre grenseverdi på cantaxanthin på 25 mg/kg fullfôr¹⁸. Det er ikke tillatt å tilsette astaxanthin eller cantaxanthin til fullfôr før fisken er over 6 måneder gammel¹⁹.

Jern (Fe)

Det ble i 2016 analysert jern i 40 fullfôr. Det ble ikke målt jern i verken fiskemel eller fiskeoljer i 2016, men tidligere data for jern i marine fôrmidler finnes i tidligere fôrrapporter. Jern i fiskefôr kommer hovedsakelig fra mineralpremikser og 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 tilgjengelig²⁰. I fullfôr varierte konsentrasjonen fra 110 til 340 mg/kg med en gjennomsnittsverdi på 175 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 59 til 230 mg Fe/kg med en gjennomsnittsverdi på 144 mg/kg. I vegetabiliske oljer (kun rapsolje) varierte konsentrasjonen av jern fra 0,8 mg/kg til 4,6 mg/kg med et gjennomsnitt på 1,7 mg/kg. Dagens fôr med høy innblanding av planteprotein kan føre til lavere bidrag av visse mineraler fra råstoffene, deriblant jern. Likevel viser årets data at alle de analyserte fullfôrene hadde jernverdier over 100 mg/kg. I 2016 ble 8 mineralpremikser analysert for innhold av jern og snittverdien var på 24094 mg/kg med variasjon fra 650 mg/kg til 50000 mg/kg.

¹⁸ European Union Register of feed additives. Pursuant to regulation (EC) No 1831/2003.

¹⁹ List of the authorised additives in feedingstuffs (1) published in application of Article 9t (b) of Council Directive 70/524/EEC concerning additives in feedingstuffs.

²⁰ 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

Tabell 12 Innhold av jern, sink, mangan, kobber, kobolt, molybden og selen i fullfôr, vegetabiliske fôrmidler og premikser i 2016. 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 2016. Mean values are given as mg/kg sample with min and max values. The maximum content is 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=40)	175	158	12	42	0,2	1,5	1,1
Min-Maks	110-340	100-280	6-100	20-110	0,05-1,5	0,2-3,4	0,3-17,0
Grenseverdi ¹⁾	750	200	25	100	2	2,5	0,5
Veg fôr (n=10)	144	44	6	38	-	3,9	0,04
Min-Maks	59-230	35-48	4-10	26-46	<0,02-0,03	0,8-5,5	<0,01-0,16
Veg olje (n=9)	1,7	1,4	-	0,5	-	-	-
Min-Maks	0,8-4,6	0,4-3,1	<0,06-2,1	0,1-0,7	<0,02	<0,06-<0,1	<0,006-0,01
Premiks (n=8)	24094	74500	3953	17088	17	0,4	24
Min-Maks	650- 50000	26000- 100000	180- 7600	3300- 38000	4- 60	0,2- 0,7	0,7- 91

1) Grenseverdien gjelder for summen av det naturlig forekommende og tilsatt mengde i fôrvarer, men bare hvis stoffet er tilsatt. Regelverket²¹ om tilsetningsstoffer.

Sink (Zn)

Resultatene av sinkanalyser i fullfôr for 2016 (Tabell 12) varierte fra 100 til 280 mg/kg med en gjennomsnittsverdi på 158 mg/kg. Det var to fullfôr som var over grenseverdien for sink som er 200 mg Zn/kg hvis sink tilsettes. De vegetabiliske fôrmidlene hadde en gjennomsnittsverdi på 44 mg Zn/kg (variasjon 35-48 mg Zn/kg) og de vegetabiliske oljene hadde en snittverdi på 1,4 mg/kg (variasjon 0,4-3,1 mg Zn/kg) i 2016. 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 2016 ble 8 premikser analysert for innhold av sink og snittverdien var på 74500 mg/kg med variasjon fra 26000 mg/kg til 100000 mg/kg.

Kobber (Cu)

I 2016 ble 40 fullfôr analysert for kobber. Grenseverdien for kobber i fullfôr er på 25 mg/kg og analysene av kobber i fullfôr (Tabell 12) i 2016 viser en snittverdi på 12 mg/kg (variasjonen var fra 6 til 110

²¹ Forskrift om merking og omsetning og Forskrift om tilsetningsstoffer til bruk i fôrvarer.

mg/kg). Det var et fullfôr som oversteg grenseverdien for kobber i 2016. I de vegetabilske fôrmidlene varierte kobberinnholdet fra 4 til 10 mg/kg med et gjennomsnitt på 6 mg/kg, mens kobber i vegetabilske oljer generelt var lavt med en variasjon fra under kvantifiseringsgrensen til en maks verdi på 2,1 mg/kg olje (Tabell 12). I 2016 ble 8 premikser analysert for innhold av kobber og snittverdien var på 3953 mg/kg med variasjon fra 180 mg/kg til 7600 mg/kg.

Mangan (Mn)

Manganinnholdet i de 40 analyserte fullfôrene varierte fra 20 til 110 mg/kg fôr med en gjennomsnittsverdi på 42 mg/kg (Tabell 12) i 2016. Bortsett fra ett fullfôr, var alle fôrene innenfor grenseverdien som er på 100 mg/kg hvis mangan tilsettes. I de vegetabilske fôrmidlene varierte manganinnholdet fra 26 til 46 mg/kg med en gjennomsnittsverdi på 38 mg/kg (Tabell 12). Fiskemel ble ikke analysert for mangan i 2016, mens vegetabilske oljer hadde lavt innhold av mangan med en snittverdi på 0,5 mg/kg. I 2016 ble 8 premikser analysert for innhold av mangan og snittverdien var på 17088 mg/kg med variasjon fra 3300 mg/kg til 38000 mg/kg.

Kobolt (Co)

Kobolt ble også analysert i fullfôr, vegetabilske fôrmidler og premikser og tall fra 2016 er vist i Tabell 12. Konsentrasjonen i fullfôr varierte fra 0,05 til 1,5 mg Co/kg i 2016 med en gjennomsnittsverdi på 0,2 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 vegetabilske fôrmidler var generelt lavt og varierte fra lavere enn 0,02 til 0,03 mg/kg i 2016. Det ble ikke påvist kobolt over kvantifiseringsgrensen (<0,02 mg/kg) i de analyserte vegetabilske oljene. I 2016 ble 8 premikser analysert for innhold av kobolt og snittverdien var på 17 mg/kg med variasjon fra 4 mg/kg til 60 mg/kg.

Selen (Se)

Det ble analysert selen i 40 fullfôrprøver i 2016. Variasjonen var mellom 0,3 og 17 mg Se/kg med en gjennomsnittsverdi på 1,1 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 måleusikkerheten for metoden. Det var et fullfôr som inneholdt 17 mg Se/kg noe som er langt over grenseverdien for selen i fullfôr. 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 2016 for selen på 0,4 mg/kg med en variasjon fra <0,01-0,16 mg/kg, mens vegetabiliske oljer inneholder svært lave nivåer av selen. I 2016 ble 8 premikser analysert for innhold av selen og snittverdien var på 24 mg/kg med variasjon fra 1 mg/kg til 91 mg/kg. Resultatene tyder på at selen generelt inngår i premikser.

Molybden (Mo)

I 2016 var gjennomsnittet for molybden 1,5 mg/kg fôr (variasjon fra 0,2-3,4 mg/kg). Grenseverdien for molybden hvis stoffet er tilsatt, er på 2,5 mg/kg. Det var tre fullfôr som oversteg grenseverdien for molybden i 2016. De vegetabiliske fôrmidlene inneholdt 3,9 mg Mo/kg (variasjon fra 0,8 til 5,5 mg Mo/kg (Tabell 12). Den store variasjonen skyldes store forskjeller i molybdeninnhold mellom soyaprodukter (høy) og hveteprodukter (lav). Rapsolje inneholder svært lave nivåer av molybden (<0,06-<0,1 mg/kg). I 2016 ble 8 premikser analysert for innhold av molybden og alle hadde kvantifiserbare verdier av molybden med snittverdi på 0,4 mg/kg (variasjon fra 0,2-0,7 mg/kg). Resultatene kan tyde på at molybden i premikser generelt er bidrag fra bærestoffer.

Jod (I)

Det ble analysert 20 fullfôrprøver (kun vekstfôr) for jod i 2016 og gjennomsnittskonsentrasjonen for fullfôr var 1,9 mg/kg med variasjon fra 0,2 til 5,0 mg/kg. For jod er øvre grenseverdi på 20 mg/kg i fullfôr hvis det tilsettes jod. Det var ingen fullfôr som var over øvre grenseverdi for tilsatt jod i fullfôr i 2016. Vi ser at mange fôr er under anbefalt nedre behovsgrense på 1,1 mg/kg, og i 2016 var 60% av de analyserte fullfôrene under denne behovsgrensen. Dette kan ha en negativ effekt på fiskens helse og velferd. Fôr basert på høy innblanding av plantebaserte fôrmidler kan gi fullfôr som ikke dekker fiskens behov for essensielle mineraler, inklusive jod. Det er spesielt viktig i ferskvann, men for fisk i sjø, er sjøvann også en viktig jod-kilde.

Vitamin D₃

I 2016 ble 60 fullfôr og 6 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 2016 var 0,09 mg/kg med en variasjon fra 0,04 til 0,39 mg/kg. Flere av de 60 analyserte prøvene i 2016 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 måleusikkerheten for metoden og tørrstoffinnhold i fullfôrene. I 2016 ble seks vitaminblandinger analysert for innhold av vitamin D₃, men siden den ene vitaminblandingen var et vitamin C produkt, er denne ikke tatt med i beregningen. Snittverdien for vitamin D₃ i vitaminblandingene var på 28 mg/kg med variasjon fra 6 mg/kg til 47 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 2016 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 255 mg/kg med variasjon fra 128 mg/kg til 550 mg/kg. Minimumsbehovet for vitamin E hos Atlantisk laks er gitt som 60 mg α-tokoferyl acetate per kg tørrfôr ved startfôring²², 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/kg²³. Snittverdien på γ-tokoferol var 89 mg/kg med variasjon fra 59 mg/kg til 118 mg/kg og snittverdien for sum tokotrienoler var 21 mg/kg med variasjon fra 6 mg/kg til 47 mg/kg. Tallene for 2016 tyder på at laksen får dekket sitt nedre minimumsbehov for Vitamin E (α-tokoferol).

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 5 vitaminpremikser i 2016 med en snittverdi på 2346 mg/kg og variasjon fra 230 mg/kg til 4430 mg/kg. De tre formene av vitamin K ble analysert i 25 fullfôr i 2016. Snittverdien for K₃ i fullfôr var 2,0 mg/kg

²² 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.

²³ 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. (2016). 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. PeerJ DOI 10.7717/peerj.2688

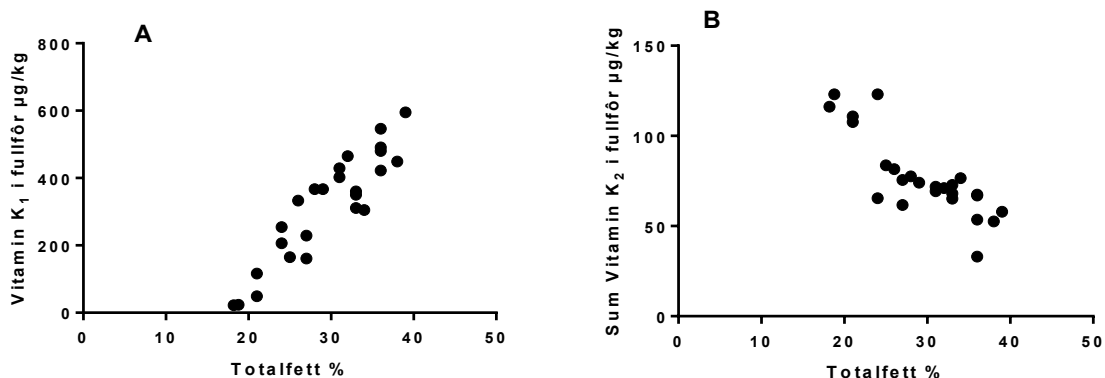
med en variasjonen mellom 0,2 mg/kg og 20 mg/kg (Tabell 13). Det var ett fullfôr som hadde 20 mg/kg vitamin K₃, men det er ingen øvre grenseverdi for tilsatt vitamin K₃ i fullfôr. Snittverdien for K₁ i fullfôr var 316 µg/kg med en variasjonen mellom 22 og 595 µg/kg. Dersom vi korrelerer fettinnholdet 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 ned mot minimumsbehovet på 10 µg/kg²⁴. 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 18 µg/kg med en variasjonen mellom 11 og 84 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). Marine ingredienser er gode kilder til de naturlige vitamin K₂ formene sammenlignet med planteingredienser og yngelfôr (lite feitt) som har et høyere innhold av marine ingredienser, vil derfor ha høyere innhold av vitamin K₂ formene.

Tabell 13 Innhold av vitamin K i fullfôr og premikser i 2016. Verdiene er gitt med minimums- og maksimumsverdier. [Vitamin K concentrations in fish feed and premixes in 2016. Mean values are given with min and max values].

Prøve (n)	Vitamin K ₃ (mg/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=25)	2,0	316	12	11	18
Min-Maks	0,2-20,0	22-595	4-40	13-62	11-84
Premikser (n=5)	2346				
Min-Maks	230-4430				

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).

²⁴ NRC. *Nutrient Requirements of Fish and Shrimp*. Washington, DC: The National Academies Press, 2011.



Figur 2AB Viser innholdet av vitamin K1 og K2 (MK4, MK7 og MK8) som funksjon av total mengde fett (%) i fôret i 2016. [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 laksefôr²⁵. I 2016 ble 20 fullfôr analysert for askorbinsyre og snittverdien var 394 mg/kg med variasjon fra 125 mg/kg til 1468 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.

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

²⁵ NRC. *Nutrient Requirements of Fish and Shrimp*. Washington, DC: The National Academies Press, 2011.

er estimert til 20 mg/kg²⁶. I 2016 ble 20 fullfôr (vekstfôr) analysert for pantotensyre og snittverdien var på 44 mg/kg med variasjon fra 26 mg/kg til 83 mg/kg. Tallene tyder på at oppdrettsfisk får dekket sitt behov for pantotensyre. Folat og cobalamin er involvert i omsetningen 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 og til 0,02 mg/kg for cobalamin. I 2016 ble 20 fullfôr (vekstfôr) analysert for folat og cobalamin og snittverdier for folat var 5 mg/kg med variasjon fra 3 mg/kg til 12 mg/kg og snittverdien for cobalamin var 0,07 mg/kg med variasjon fra 0,03 mg/kg til 0,15 mg/kg. Tallene kan tyde på at oppdrettsfisk får dekket sitt behov for folat og cobalamin, men at noen fôr i år som i fjor er ned mot behovet for folat og cobalamin. I tillegg har nyere forskning anbefalt å øke behovsestimatet for folat og cobalamin til oppdrettslaks²⁷.

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

Fosfor og kalsium

Mengde fosfor og kalsium ble bestemt i 40 fullfôr i 2016. 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 10,8 g/kg med variasjon fra 7,2 g/kg til 21,0 g/kg. Laksens behov for fosfor ligger på ca 6-9 g biotilgjengelig fosfor per kg fôr²⁶. Tallene som rapporteres her er total mengde og ikke biotilgjengelig mengde. Det var tre fullfôr som hadde lavere enn 8 g fosfor per kg fullfôr. Snittverdien på kalsium i fullfôrene var 9,7 g/kg med variasjon fra 3,1 g/kg til 30g/kg. Det er ikke etablert et behov for kalsium siden laks kan absorbere dette mineralet fra vann.

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

²⁷ 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. Fôrkatalogen²⁸ blir jevnlig oppdatert og inneholder navn på fôrmidler, beskrivelse av dem og krav til obligatoriske opplysninger ved merking og omsetning. Fôrmiddelkatalogen er tatt inn i norsk rett i forskrift om merking og omsetning av fôrvarer. Når man bytter ut fiskeolje med en annen olje, slik som rapsolje 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 2016 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 (linolsyre) og vi ser at snittet i 2016 er 41,9 mg/g. Snitt for sum av EPA og DHA i alle 20 fullfôrene i 2016 var 21,0 mg/g. Minimumsverdien for sum EPA og DHA var 16,6 mg/g (5,7 % av totale fettsyrer) som er over antatt minimumsbehov hos laks i sjøvann for vekst (>2,7 % av totale fettsyrer)²⁹⁻³⁰. Forskning pågår nå i forhold til om laks trenger høyere nivå av EPA og DHA for økt robusthet. 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 2016 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.

I 2016 var spredningen for 20:4n-6 (arakidonsyre) noe høyere enn det vi har sett tidligere fra 0,6-5,4 mg/g i dietten (0,3-1,7% av totale fettsyrer). Noen studier har vist at høyere nivå arakidonsyre i fôret kan være gunstig i perioder med stress slik som blant annet overgangen fra ferskvann til sjøvann³¹. En annen fettsyre det har blitt fokusert på i det siste er erukasyre (22:1n-9). Dette er en langkjedet fettsyre som kan forekomme i høye konsentrasjoner spesielt i frø fra arter i familien *Brassicaceae* (raps), men

²⁸ Commission Regulation (EU) No 68/2013 of 16 January 2013 on the Catalogue of feed materials

²⁹ 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.

³⁰ 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.

³¹ Bell, J. G. & Sargent, J. R. 2003. Arachidonic acid in aquaculture feeds: current status and future opportunities. *Aquaculture*, 218, 491-499.

kan også forekomme i villfisk. I 2016 kom EFSA³² med en vitenskapelig vurdering av risiko for dyrehelse og human helse ved tilstedeværelse av erukasyre i fôr og mat. I 2016 var snittverdien for erukasyre i fullfôr 1,0 mg/kg med variasjon fra 0,5 til 1,5 mg/kg. Vi trenger mer kunnskap om innholdet av erukasyre i fiskefôr i forhold til fiskehelse og trygg sjømat.

Tabell 13 Detaljert fettsyresammensetning i fullfôr for 2016 (mg/g fôr). [Fatty acid composition in fish feed in 2016. Mean values are given as mg/g ww sample with min and max values].

Fettsyresammensetning i fullfôr 2016 (n=20)	Gjennomsnitt (mg/g)	Min verdi (mg/g)	Maks-verdi (mg/g)
14:0	7,4	5,8	10,1
16:0	26,0	21,4	30,8
18:0	10,3	5,1	14,7
Sum mettede fettsyrer	47,6	37,1	56,0
18:1 n-9	120,3	84,9	149,7
22:1n-9 (erukasyre)	1,0	0,5	1,5
Sum enumettede fettsyrer	154,4	115,0	193,0
18:2 n-6	41,9	29,5	51,3
20:4 n-6	1,8	0,6	5,4
Sum n-6	44,1	30,5	54,0
18:3 n-3	19,2	13,3	24,7
22:5 n-3 (EPA)	11,0	9,0	15,5
22:6 n-3 (DHA)	10,0	7,3	13,5
Sum EPA og DHA	21,0	16,6	27,5
Sum n-3	45,7	36,5	56,3
Sum flerumettet fett	90,4	67,5	109,0
Sum fettsyrer	300,1	227,0	360,0
n-3/n-6	1,1	0,9	1,3
Σ EPA and DHA % av totale fettsyrer	7,0	5,7	9,3

Plantesteroler og kolesterol i fullfôr

I 2016 ble 20 fullfôr analysert for plantesteroler inkludert kolesterol. Rapsolje er hovedkilden til plantesteroler i dagens laksefôr og kan inneholde opp mot 8-9 g/kg olje, mens animalske ingredienser er hovedkilden til kolesterol. I rapsolje finner vi hovedsakelig sitosterol, campesterol og brassikasterol. Bruk av planteoljer i fôr til laks har blitt vist å øke fettlagring i lever hos fisk. NIFES har gjennomført flere prosjekt de siste 10 årene der man ser at denne endringen i fettlagring skjer med økt mengde plantesteroler og redusert kolesterolmengde i fôret, men disse endringene har samvariert med nedgang

³² Erucic acid in feed and food. Panel on Contaminants in the Food Chain. EFSA Journal: 2016; 14(11):4593 [173 pp.]. doi: 10.2903/j.efsa.2016.4593

i mettet fett. Rapsolje er planteoljen med høyest innhold av plantesteroler, men denne oljen er også lav i mettet fett og inneholder kun spormengder av kolesterol. Lave konsentrasjoner av EPA og DHA i dietten har også vist seg å kunne forsterke effekten disse diettene har på lipidlagring i lever. Det er derfor viktig å få en kartlegging av plantesteroler i kommersielt fullfôr i Norge.

I 2016 ble 20 fullfôr (kun vekstfôr) analysert for plantesteroler og kolesterol og resultatene er presentert i Tabell 14. Sum plantesteroler hadde et gjennomsnitt på 1922 mg/kg med en variasjon fra 1368 mg/kg til 2404 mg/kg. Fullfôr med høye verdier av plantesteroler hadde også de laveste nivåene av kolesterol og ratioen mellom plantesteroler og kolesterol varierte fra 1,0 til 2,5 i 2016. Nyere resultater fra NIFES har «frikjent» plantesterolene som forklaringsfaktor i forhold til økt fettlever hos Atlantisk laks og det må dermed jobbes videre med andre fettløselige komponenter eller fettsyrer for å finne ut av hvordan høye nivåer av planteoljer påvirker laksens helse.

Tabell 14 Plantesteroler i fullfôr for 2016 (mg/kg fôr). [*Phytosterols in fish feed in 2016. Mean values are given as mg/kg ww sample with min and max values*].

Plantesteroler i fullfôr 2016 (n=20)	Gjennomsnitt (mg/kg)	Min verdi (mg/kg)	Maks-verdi (mg/kg)
Steroler (mg/kg)			
Brassicasterol	163	114	215
Campesterol	638	462	748
Sitosterol	946	659	1217
Sum Plantesteroler	1922	1368	2404
Kolesterol	1326	895	1950
Plantesterol/kolesterol ratio	1,5	1,0	2,5

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 toleransegrenser for avvik på dette feltet (*Forskrift om merking og omsetning av fôrvarer* Jf EU forordning 767/2009).

I 2016 ble det analysert 74 fullfôr for fettmengde og mengden fett varierte fra 18 til 39 % og med et gjennomsnitt på 30 % i fullfôr i 2016. 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 2016 ble også alle 74 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 %). Ingen tallverdier i rapporten er korrigert for tørrstoffinnhold.

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), ingredienser (fôrmidler) og premikser, både marine og vegetabiliske, som benyttes i fiskefôrproduksjonen i Norge.

Bakterier i familien Enterobacteriaceae ble påvist over grenseverdi i to prøver av fiskemel og *Salmonella* ble påvist i et fullfôr. Det ble varslet om overskridelse av grenseverdien for total arsen i et fullfôr som inneholdt 11 mg total arsen/kg. Grenseverdien for total arsen i fullfôr er 10 mg/kg. Det var et fullfôr som var over grenseverdi for sum antioksidanter og denne prøven hadde en verdi på 161 mg/kg. Det er etablert grenseverdier for summen av EQ, BHT og BHA i fullfôr til fisk på maksimum 150 mg/kg fôr. Bortsett fra dette, viser resultatene for 2016 ingen overskridelser i fullfôr og fôrmidler for uønskede stoffer.

Det ble påvist spor av DNA fra drøvtygger i fem fullfôr ved hjelp av sensitiv molekylær biologisk metode (PCR). De samme prøvene var negative for bestanddeler fra drøvtyggere ved lysmikroskopi som er referansemetoden for påvisning av ulovlig animalsk protein. Disse resultatene kan tyde på at de fem fullfôrene som var positive for drøvtygger-DNA påvist med PCR skyldes utilsiktede produkter eller tillatte produkter fra drøvtyggere. Generelt kan man si at PCR er en svært sensitiv metode. PCR metoden skiller ikke mellom lovlig og ulovlig drøvtygger DNA.

Den generelle mikrobiologiske kvaliteten, undersøkt ved aerobe mikroorganismer (kimtall), var gjennomgående tilfredsstillende. En prøve av fullfôr hadde høyt kimtall, noe som kan indikere uheldige lagringsbetingelser. Tallene for 2016 indikerer ikke at det er dårligere hygienisk kvalitet av prøver tatt fra oppdrettsanlegg, sammenlignet med prøver tatt på fôrfabrikken.

I 2016 analyserte vi, for første gang i dette programmet, for fettløselige mykotoksiner og enniatin ble påvist i fôrmidler og fullfôr. Vi trenger mer kunnskap om hvilke nivå av enniatin i fullfôr som kan ha innvirkning på fiskehelse, samt kunnskap i forhold til trygg sjømat. Av de analyserte organofosfat pesticidforbindelsene var det klorpyrifos-metyl og pirimifos-metyl som ble funnet i fullfôr og vegetabiliske fôrmidler. Dataene 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 videre fokus i overvåkingen fremover.

Mange av fôrene inneholdt tilsetningsstoffene vitamin D₃ og selen over grenseverdi. Det ene fullfôret som inneholdt total arsen over grenseverdi, inneholdt i tillegg mangan, sink og selen over grenseverdi. I det samme fullfôret ble det påvist 20 mg/kg vitamin K₃, men det er ingen øvre grenseverdi for vitamin K₃ i fullfôr. Grenseverdien for tilsetningsstoffer 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, sink, mangan og vitamin D₃ generelt inngår i premikser.

I dag er rundt 70 prosent av ingrediensene i vekstfôr til fisk plantefôrmiddel. I tillegg til at næringsstoffsammensetningen i plantefôrmiddel er ulik marine fôrmiddel, kan plantefôrmiddel endre biotilgjengeligheten til mineraler og vitaminer. Samlet sett kan dette få konsekvenser for ernæringsstatus og helse hos fisk når prosentdelen av planter i fôret blir høyt. I dette programmet analyserer vi ernæringskvalitet, men dette sier ikke noe om biotilgjengeligheten til de ulike næringsstoffene. Når det gjelder ernæringskvalitet på de analyserte fullfôrene, ser vi at noen av fullfôrene inneholder ned mot antatt behov til oppdrettslaks for folat, cobalamin og jod. Fosfor er et viktig mineral for normal beinutvikling og det var tre fullfôr som hadde under antatt behov til oppdrettslaks for fosfor. Kolesterol er en viktig byggesten i alle cellemembraner og i dagens laksefôr er hovedkilden fra marine ingredienser. Tallen for 2016 viser at noen fullfôr inneholder lave nivåer av kolesterol samtidig som de er høye på plantesteroler. Minimumsverdien for sum EPA og DHA i fullfôrene var 5,7 % av totale fettsyrer som er over antatt behov hos laks i sjøvann for god vekst. Fettsyresammensetningen for 2016 viser i tillegg større spredning av fettsyren arakidonsyre enn tidligere år. En annen fettsyre det har blitt fokusert på i det siste er erukasyre (22:1n-9). I 2016 var snittverdien for erukasyre i fullfôr 1,0 mg/kg med variasjon fra 0,5 til 1,5 mg/kg. Vi trenger mer kunnskap om innholdet av erukasyre i fiskefôr i forhold til fiskehelse og trygg sjømat.

Vi anbefaler fortsatt overvåkning av norsk fiskefôr både med tanke på fremmedstoffer, men også ernæringskvalitet, det siste spesielt fordi noen næringsstoffer ligger ned mot, og til dels under, antatt behov for fisk. Videre overvåkning og kartlegging av fremmedstoffer og næringsstoffer blir særlig viktig i fremtiden når nye fôrmidler blir tatt i bruk.

CONCLUSION

The aim of this monitoring program on fish feed is 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.

Bacteria in the family Enterobacteriaceae were detected above the maximum content in two samples of fish meal and *Salmonella* detected in one complete feed. Total arsenic was detected above maximum content in one complete feed and sum antioxidants were detected above maximum content in another complete feed. With the exception of the above mentioned cases, the results for 2016 show that all samples of feed and feed ingredients were compliant with regards to undesirable substances.

Five complete feeds containing traces of DNA from ruminants were reported for 2016. The same samples were analyzed with light microscopy methodology and they were all negative for traces of any ruminant bone meal. The results indicate that the positive complete feeds may be due to unintended traces or allowed ruminant material.

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.

In 2016 we analyzed a new group of mycotoxins with lipophilic characteristics and enniatin was detected in complete fish feed and feed ingredients. There is a need for more knowledge on the lipophilic mycotoxins regarding acceptable feed levels supporting optimal fish health and seafood safety. Of the analyzed organophosphate pesticides, pirimifos-methyl and chlorpyrifos-methyl were the main pesticides detected. 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.

Several of the complete feeds were above the maximum content with respect to vitamin D₃ and selenium which seem to be generally included in premixes. The non-compliant feed for total arsenic also contained manganese, zinc and selenium above maximum content. In the same non-compliant feed vitamin K₃ levels were 20 mg/kg, there are no maximum content for vitamin K₃ in complete fish feed.

The nutritional quality of the analyzed complete fish feeds are overall satisfactory, but some of the feeds contain levels of folic acid, cobalamin and iodine close to the minimum nutritional requirements established for Atlantic salmon. Phosphorous is an essential mineral for adequate bone development and in 2016 three complete fish feeds had P levels below the estimated requirement for salmon. Cholesterol is an essential structural component of all animal cell membranes and in today's salmon feed the main dietary source is fish oil. The results from 2016 show that some of the complete fish feeds contain low levels of cholesterol and at the same time high levels of phytosterols.

The minimum value of sum EPA and DHA in complete fish feeds was 5.7% of total fatty acids which is above the estimated requirement for salmon (in seawater) to support growth. The fatty acid composition show that arachidonic acid had a greater variance this year, compared to earlier. Another fatty acid that is presented this year is erucic acid, and it is recognised that we need more knowledge on this fatty acid related to fish health and seafood safety.

We recommend continued monitoring of Norwegian fish feed in terms of undesirable substances including nutritional quality of the fish feed. This is particularly important in the near future when novel feed ingredients are expected to be introduced.

ANBEFALINGER

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

Mikro- og nanoplast forekommer i det marine miljø, og vi vet ikke omfanget eller konsekvensen av dette. Vi anbefaler at fullfôr og marine ingredienser tas med i dette overvåkingsprogrammet i fremtiden. Foreløpig er det ikke etablert en felles Europeisk metodikk, men dette er på agendaen i nåværende EU-prosjekter der NIFES er deltaker.

Vi anbefaler en fortsatt overvåkning av sprøytemidler og mykotoksiner i fullfôr og vegetabiliske fôrmiddel inkludert nye fôrmiddel. Vi ser at sprøytemidler og mykotoksiner i vegetabiliske fôrmidler varierer med type fôrmiddel og vi anbefaler at flere typer vegetabiliske fôrmidler (erteprotein, hvetegluten, solsikkemel) blir tatt med i dette programmet.

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. NIFES jobber med egen metode for PBDE-209. 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.

Vi anbefaler fortsatt overvåkning av norsk fiskefôr både med tanke på fremmedstoffer, men også ernæringskvalitet, det siste spesielt fordi noen næringsstoffer ligger ned mot, og til dels under, antatt behov for fisk. Videre overvåking og kartlegging av fremmedstoffer og næringsstoffer blir særlig viktig i fremtiden når nye fôrmidler blir tatt i bruk.

METODER

Metodene som anvendes i programmet er akkrediterte (merket med *) 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 K3). 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 phyloquinone (vitamin K1) and menaquinones (vitamin K2). <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 bestämning 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>
Astaxanthin og cantaxanthin, Metode 044*	<p>Karotenoidene ekstraheres i fôr i diklormetan og etanol, under kraftig mekanisk påvirkning, dampes av og løses i heksan. Prøven separeres på HPLC og kvantifiseres ved hjelp av UV-VIS detektor. Metoden følger NMKL-prosedyre nr 3, 4, 5 og 9, og NIFES valideringsdokument. Metoden følger CEN metode 16233, CEN/TS 16233-1(2011), Foodstuffs – HPLC method for the determination of xanthophyllis in fish flesh - Part 1: Determination of astaxanthin and canthaxanthin.</p> <p>Scott K. J. (1992) Observations on some of the problems associated with the analysis of carotenoids in foods by HPLC. Food Chemistry 45, 357-364.</p> <p>Vecchi M., Glinz E., Meduna V. & Schiedt K. (1987) HPLC separation and determination of astacene, semiastacene, astaxanthin and other keto-carotenoids. Journal of High Resolution Chromatography and Chromatography Communications 10, 348-351.</p> <p>Metoden er akkreditert for fôr og premiks for astaxanthin.</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*	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". Akkreditert metode.
Plantesteroler, Metode 387	Prøven ekstraheres for fett, dampes inn og forsåpes. Det ikke forsåpbare ekstraheres og dampes inn, i denne fraksjonen ligger plantesterolene. Disse silyleres og analyseres ved hjelp av GLC og flammeionisasjonsdetektor. Metoden baseres på NMKL prosedyre 198 (2014). Plant stanols and plant sterols. Determination in phytosterol enriched foods with gas chromatograph (GC-FID). Ikke akkreditert metode.
Ruminant DNA Metode 408	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). Pakningsvedlegg for GoTaq Hot Start DNA polymerase fra Promega Pakningsvedlegg for Platinum® Taq DNA Polymerase High Fidelity fra Invitrogen http://allserv.rug.ac.be/~avierstr/principles/pcr.html http://www.brinkmann.com/PCR_appl_protocolsMC.asp Ikke akkreditert metode.
Ethoxyquin, Metode 229	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. C.J. Schreier and R. J. Greene. Determination of ethoxyquin in feeds by liquid chromatography: Collaborative study. Journal of AOAC International, 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. J. Sci. Food Agric., Vol. 80, 2000, 10-16. Ikke akkreditert metode.
BHT, Metode 250*	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. Journal of AOAC International, 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. 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

	<p>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.</p> <p>Akkreditert metode.</p>
Vanninnhold Metode 377*	<p>Prøven homogeniseres, veies, fryses, og vannet trekkes ut ved vakum ved at is går over direkte til damp. Metoden følger NMKL-prosedyre nr 3, 4, 5 og 9, og NIFES valideringsdokument.</p> <p>Akkreditert metode.</p>
Multielementer Metode 382*	<p>Prøven bestemmes for Na, Mg, K, Ca og P, ved å tilsette syre, og fullstendig dekomponere vha varme (mikrobølger). Kvantitativt innhold bestemmes vha ICPMS.</p> <p>Akkreditert metode.</p>
Multielementer Metode 197*	<p>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*.</p> <p>*Ikke akkreditert for V, Mn, Fe, Co, Mo, Ag, Cr, Ni</p>
Jod, Metode 198*	<p>Prøvehomogenat tilsettes vann og TMAH (tetrametylamoniumhydroksid), og jod bestemmes vha ICP-MS. Metoden følger NMKL-prosedyre nr 3, 4, 5 og 9, og NIFES valideringsdokument. K. Julshamn, L. Dahl and K. Eckhoff (2001). Determination of iodine in seafood by Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry. J AOAC International. 84 (6), 1976-1983.</p> <p>Akkreditert metode.</p>
Uorganisk As Metode 261*	<p>Prøvehomogenat tilsettes syre, ekstraheres, og separeres vha HPLC som kobles til ICPMS for dekteksjon. Metoden følger NMKL-prosedyre nr 3, 4, 5 og 9, og NIFES valideringsdokument. Sloth, J.J., Larsen, E.H., Julshamn, K. (2005). Survey of inorganic arsenic in seafood and marine certified reference materials by anion-exchange HPLC-ICPMS. Journal of Food and Agricultural Chemistry. Sloth, J.J., Julshamn, K., Lundebye, A.-K. (2005). Total arsenic and inorganic arsenic content in Norwegian fish feed products. Aquaculture Nutrition.</p> <p>Akkreditert metode.</p>
Metylkvikksølv, Metode 390*	<p>Prøvehomogenat spikes og tilsettes TMAH, dekomponeres, pH justeres og derivatiseres, før det ekstraheres i heksan. Separasjon og deteksjon skjer ved GC-ICPMS, og kvantifisering vha isotopfortynning. Metoden følger NMKL-prosedyre nr 3, 4, 5 og 9, og NIFES valideringsdokument. N. Poperechna and K. G. Heumann, Anal. Bioanal. Chem. 383 (2), 153 (2005). R. Harte, M. Sargent, and C. Harrington (2002), Guidelines for achieving high accuracy in isotope dilution mass spectrometry (IDMS), edited by Editor. (Royal Society of Chemistry, Cambridge).</p> <p>Akkreditert *Metoden for metyilkvikksølv er akkreditert i sjømat- og sjømatprodukter inkludert fiskemel, men ikke fullfôr.</p>
Dioksiner, PCB, furaner og PBDE, Metode 292*	<p>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 høyopløsende 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</p>

	<p>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.</p> <p>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)</p> <p>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> <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, Journal of Chromatography A 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. Akkreditert metode.</p>
Enterobacteriaceae Metode 383*	<p>Prøven homogeniseres og fra ulike fortyninger 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. 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. 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</p>

	Akkrediteringsnummer D-PL-14602-01-00). For mer informasjon kontakt Eurofins WEJ Contaminants GmbH (Hamburg).
HBCD og TBBPA*	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).
Glyfosat og Ampa*	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 GmbH (Berlin).
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).
Beauvericin, Enniatin (A, A1, B, B1)*	Beauvericin, Enniatin (A, A1, B, B1) blir bestemt med denne metoden med en fast LOQ på 10 µg/kg. Blir analysert med LC-MS/MS. Ekstraksjon med ACN/H2O, SPE Clean-up. Metoden er akkreditert (akkrediteringsnummer D-PL-14602-01-00). For mer informasjon kontakt eurofins WEJ Contaminants GmbH (Hamburg).

ISBN 978-82-91065-46-5