



PROGRAM FOR OVERVÅKING AV FISKEFÔR

Årsrapport for prøver innsamlet i 2019

Robin Ørnstrud, Marta Silva, Marc Berntssen, Anne-Katrine Lundebye, Julia Storesund, Kai Kristoffer Lie, Rune Waagbø og Veronika Sele (HI)



Tittel (norsk og engelsk):

Program for overvåking av fiskefôr
Monitoring program for fish feed

Undertittel (norsk og engelsk):

Årsrapport for prøver innsamlet i 2019
Annual report for samples retrieved in 2019

Rapportserie:

Rapport fra Havforskningen 2020-34
ISSN:1893-4536

År - Nr.:

2020-34

Dato:

20.09.2020

Forfatter(e):

Robin Ørnstrud, Marta Silva, Marc Berntssen, Anne-Katrine Lundebye,
Julia Storesund, Kai Kristoffer Lie, Rune Waagbø og Veronika Sele
(HI)

Forskningsgruppeleder(e): Robin Ørnstrud (Trygt fôr) Godkjent av:
Forskningsdirektør(er): Gro-Ingunn Hemre Programleder(e): Rune
Waagbø

Distribusjon:

Åpen

Prosjektnr:

15219

Oppdragsgiver(e):

Mattilsynet

Oppdragsgivers referanse:

43389

Program:

Fiskeernæring

Forskningsgruppe(r):

Trygt fôr

Antall sider:

44

Sammendrag (norsk):

Overvåknings- og kartleggingsprogrammet for fiskefôr utføres på vegne av Mattilsynet som en del av Norges oppfølging av nasjonalt og europeisk regelverk på dyrefôr. Programmet gjennomføres for å få et situasjonsbilde av fôrområdet med hensyn på potensielle risikofaktorer for folkehelse, dyrehelse og miljø. I 2019 ble totalt 154 prøver analysert: 93 fullfôr, 10 fiskemel, 4 insektsmel, 10 vegetabiliske fôrmidler, 9 vegetabiliske oljer, 11 fiskeoljer og 17 mineral- og vitamin-premikser. Prøvene ble analysert for en rekke uønskede stoffer og næringsstoffer. Alle dataene som framkommer i dette programmet rapporteres fortløpende med elektronisk analysebevis til Mattilsynet. Ved funn av verdier som overstiger grenseverdiene blir Mattilsynet varslet gjennom et eget varslingssystem. I tillegg rapporteres fremmedstoffdataene fra dette OK programmet årlig til det europeiske mattrykighetsorganet European Food Safety Authority (EFSA).

Det ble ikke påvist forbudte prosesserte animalske protein (PAP) i fiskemelsprøvene undersøkt i 2019. For de mikrobiologiske parameterne bakterier i familien *Enterobacteriaceae* eller slekten *Salmonella* var det ett utslag over påvisningsgrensene for *Enterobacteriaceae*, men ingen for *Salmonella*. Analyser av mykotoksiner fra muggsopp viste ingen overskridelser av de nåværende grenseverdier eller referanseverdier i prøver av fullfôr, insektsmel eller vegetabiliske mel og oljer og det var få observasjoner over påvisningsgrensen for metoden.

Det var ingen overskridelser av grenseverdier for organiske eller uorganiske miljøgifter i 2019. For persistente organiske miljøgifter ble det ikke funnet endringer i forhold til tidligere år for de klorerte pesticidene dieldrin, toksafen, klordan, endosulfan, HCB, HCH og DDT. For organofosfat pesticidmidler ble det analysert 116 ulike forbindelser. Av disse forbindelsene var det kun pirimifos-metyl og malathion som ble funnet i konsentrasjoner over kvantifiseringsgrensen (LOQ). Ugressmiddelet glyfosat og nedbrytningsproduktet, amino-metyl-fosfonsyre (AMPA) ble påvist i de fleste prøvene. Det er ikke fastsatt Maximum Residue Limits (MRL verdier) for glyfosat/AMPA, pirimifos-metyl eller malathion i fullfôr eller fôrmidler.

Dioksiner og dioksinlignende PCB, samt seks indikator (ikke-dioksinlignende) PCB i fullfôr, fiskemel og fiskeolje viste ingen overskridelser av grenseverdier og konsentrasjonene var i samme område som for prøver analysert i 2018. De bromerte flammehemmerene PBDE viste samme konsentrasjonsområde som i 2018 i fullfôr, fiskemel og fiskeolje. HBCD ble påvist i alle fiskemelsprøvene, i de fleste fullfôrprøvene, fiskeoljene og insektsmelene, hovedsakelig som a-HBCD. TBBP-A ble ikke påvist i mange prøver av fiskeoljer, fiskemel eller insektsmel, men var til stede i ca 25% av fullfôrene, i 2018 var ingen prøver over påvisningsgrensen for dette stoffet. HBCD ble påvist i tre av fire insektsmel med en snittkonsentrasjon på 2 µg/kg for sum HBCD. Perfluorerte forbindelser (PFAS) ble målt fôrprøver, insektsmel og fiskemel, men ble bare påvist i to fiskemelsprøver. Det er ikke fastsatt øvre grenseverdi for PBDE, HBCD, TBBP-A, PAH eller PFAS i fôr eller i fôrmidler.

Prosesskontaminanter som polyaromatiske hydrokarboner (PAH) ble hovedsakelig påvist i vegetabiliske oljer og var på samme nivå som tidligere år. Nytt av året er målinger av prosesskontaminantene glycidol, 2-MCDP og 3-MCDP. Glycidol ble påvist i alle fullfôrprøvene og 3-MCDP ble påvist i 14 av 20 prøver med snittkonsentrasjoner på hhv 15 og 22 µg/kg. Ingen prøver av vegetabilisk olje hadde disse stoffene over påvisningsgrensen for metoden.

Arsen og tungmetallene kadmium, kvikksølv og bly, samt uorganisk arsen og metylkvikksølv, ble målt i fôrprøver, insektsmel, fiskemel, vegetabiliske fôrmiddel og mineralpremikser. Ingen prøver hadde overskridelser av grenseverdier.

Tilsetningsstoffene ethoxyquin, (EQ), butylert hydroksyanisol (BHA) og butylert hydroksytoluen (BHT) har en grense for høyeste tillate innhold på 150 mg/kg, enten alene eller som summen av de tre. Det var ingen prøver med nivå over 150 mg/kg for disse antioksidantene i 2019. Bruken av EQ er i ferd med å fases ut, noe som vises i lavere konsentrasjon og forekomst av EQ i både fiskemel og fullfôr de siste årene. Analyse av transformasjonsprodukter av EQ viser at mange mulige former for EQ kan påvises i fôr selv om hovedkomponenten EQ har lave konsentrasjoner eller ikke er målbar.

Tilsetningsstoffene selen, molybden og sink hadde konsentrasjoner over det høyeste tillate innhold i fullfôr. Grenseverdien gjelder for summen av det naturlig forekommende og tilsatt mengde i fôrvaren, men bare hvis stoffet er tilsatt. Sink og selen, men ikke molybden, kunne påvises i alle de undersøkte mineralpremiksene. Tidligere års undersøkelser har vist at innholdet av vitamin D3 i fullfôr ofte hadde et høyere innhold av vitamin D3 enn den øvre grenseverdien, men med innføring av ny grenseverdi for salmonider i 2019 var alle de undersøkte fullfôrene innenfor grenseverdien.

For første gang i dette OK programmet ble naturlige plantegifter med en øvre grenseverdi i fôrregelverket undersøkt. Glukosinolater, blåsyre og teobromin ble analysert i 20 fullfôr og 10 vegetabiliske fôrmiddel, men ingen av prøvene inneholdt konsentrasjoner over påvisningsgrensene

Vi takker alle som har deltatt i gjennomføringen av prosjektet.

Sammendrag (engelsk):

This monitoring program performed on behalf of the Norwegian Food Safety Authority as part of the Norwegian implementation of national and European feed legislation. The aim of the program is to assess potential hazards in feed that may pose a risk for animal health, consumer health or the environment. In 2019, samples of 93 fish feeds, 10 fishmeals, 11 fish oils, four insect meals, 10 plant meals, 9 plant oils and 17 mineral- and vitamin premixes were analyzed for a range of compounds. The results are communicated to the Norwegian Food Safety Authority on a regular basis throughout the year and any non-compliant results are reported immediately through an alert system. The report is written in Norwegian, but the summary, conclusion, Figure- and Table headings are presented in English. The Norwegian feed legislation [1] is based on the feed legislation in the European Union (EU) and is frequently amended and updated in accordance with the EU feed legislation.

No traces of illegal processed animal protein in the form of ruminant bones, or DNA from ruminant material, were detected in any of the fishmeals analysed in 2019. Bacteria in the family *Enterobacteriaceae* were detected in one sample, but bacteria of the genus *Salmonella* were not detected in any of the samples. Mycotoxins did not exceed the current maximum limits or reference values, and few samples were above the quantification limit for the methods used.

None of the samples analysed in 2019 exceeded the established maximum level for organic and inorganic contaminants. For legacy pesticides such as toxaphene, klordane, endosulfan, HCB, HCH and DDT, concentrations found were similar to previous years. Results from analysis of 116 different organophosphate pesticides showed the presence of pirimiphos-methyl and malathion in some samples. The herbicide glyphosate and its transformation product aminomethylphosphonic acid (AMPA) were found in most of the investigated samples. Maximum residue limits for glyphosate and AMPA have not been established for fish feed or feed materials. Dioxins, dioxin-like PCBs and PCB6 were comparable with concentrations found in previous years. The concentration of brominated flame retardants PBDE were also similar to concentrations found in previous years. HBCD was found in most samples, including insect meals, mainly as a-HBCD. TBBP-A was mainly found in feed samples and 25% of the investigated samples had quantifiable levels. Per- and polyfluoroalkyl substances (PFAS) were analysed in feed, fish meal and insect meal, but were only quantifiable in two fish meal samples. No maximum limits have been established for PBDE, HBCD, TBBP-A, PAH or PFAS in fish feed or feed materials.

Processing contaminants such as PAH were found at similar concentrations as previous years, mainly in plant oils. Glycidol and 3-MCDP were found in feed samples, but not in plant oil samples. Arsenic, inorganic arsenic, cadmium, lead, mercury and methyl mercury were measured in compound feed, fish meal, insect meal, plant meals and mineral premixes, no non-compliant samples were found.

The feed additives ethoxyquin, (EQ), butylated hydroxyanisol (BHA) and butylated hydroxytoluen (BHT) have a maximum limit of 150 mg/kg, either per compound or as sum of these three antioxidants. No non-compliant samples were found. The authorization of EQ as a feed antioxidant has been withdrawn and the use of this compound is being phased out. Both the concentrations and number of quantifiable samples of EQ in fish feed and fishmeal has declined in recent years. An analysis of EQ transformation products showed that these may be present although the concentration of the parent compound EQ was low or not quantifiable.

The feed additives selenium, molybdenum, and zinc were above the maximum content in several feed samples. The maximum content applies to the total sum of additives, from added sources and from what is naturally present in feed ingredients, but only when the substance is added. Analyses of premixes showed that selenium and zinc, but not molybdenum, were present in the premixes. Concentrations of vitamin D3 have previously been over the maximum content in many samples, but with the new limit for vitamin D3 in feeds for salmonids established in 2019, all the compound feeds analysed in this year's program were under the maximum content.

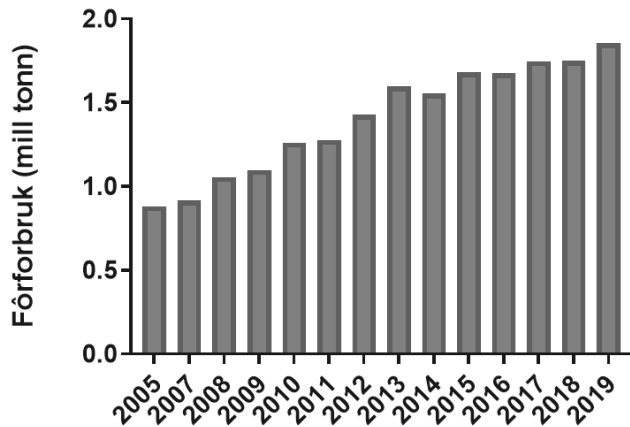
A novel addition to the monitoring program in 2019 was analyses of natural plant toxins. Glucosinolates, hydrogen cyanide and theobromine were measured in complete feed and in plant-based feed materials but were not quantifiable in any of the samples.

Innhold

1	Bakgrunn	6
1.1	Prøvegrunnlag	6
1.1.1	<i>Definisjoner</i>	6
1.2	Metoder	7
1.3	Analyseoversikt	8
2	Resultater og diskusjon	10
2.1	Forbudte fôrmidler	10
2.2	Prosessert animalsk protein (PAP) fra drøvtyggere	10
2.3	Uønskede stoffer, mikrobiologiske parametere	10
2.3.1	<i>Salmonella</i>	10
2.3.2	<i>Enterobacteriaceae</i>	10
2.3.3	<i>Mykotoksiner</i>	11
2.4	Uønskede stoffer, organiske	13
2.4.1	<i>Klorerte pesticider</i>	13
2.4.2	<i>Organofosfat pesticidforbindelser og ugressmidlene glyfosat, AMPA og glufosinat</i>	16
2.4.3	<i>PCB og dioksiner (PCDD/PCDF)</i>	17
2.4.4	<i>Bromerte flammehemmere (PBDE, HBCD, TBBP-A)</i>	19
2.4.5	<i>Prosesskontaminanter (PAH og glycidol-estere)</i>	21
2.4.6	<i>Perfluorerte forbindelser (PFAS)</i>	22
2.5	Uønskede stoffer, uorganiske	23
2.6	Tilsetningsstoff	24
2.6.1	<i>Antioksidanter</i>	25
2.6.2	<i>Mineraler</i>	27
2.6.3	<i>Fluor</i>	30
2.7	Vitaminer	30
2.7.1	<i>Vitamin D₃</i>	30
2.7.2	<i>Vitamin E (α -tokoferol, γ -tokoferol og sum tokotrienoler)</i>	30
2.8	Områder med behov for mer bakgrunnsdata	31
2.8.1	<i>Vanninnhold, fett og fettsyresammensetning</i>	31
2.8.2	<i>Naturlige plantegifter</i>	32
3	Konklusjon	33
4	Conclusion	34
5	Metodebeskrivelser	35
6	Referanseliste	41

1 - Bakgrunn

I 2019 ble det forbrukt i overkant av 1,85 millioner tonn fiskefôr i Norge (Kilde: Fiskeridirektoratet, Biomasseregisteret). Figur 1 viser utviklingen i fôrforbruk i Norge fra 2005 til 2019. Det var omtrent en fordobling i fôrforbruk mellom 2005 og 2013, mens de siste fem årene har det vært en mer moderat økning i fôrforbruk.



Figur 1. Innrapportert fôrforbruk i Norge fra 2005 til 2019. Tallene er i millioner tonn. Kilde: Fiskeridirektoratet, Biomasseregisteret [Reported fish feed used in Norway from 2005 to 2019. Numbers are in million tons. Source: Directorate of Fisheries Biomass Statistics]

Overvåkings- og kartleggingsprogrammet (OK-programmet) «Program for overvåking av fiskefôr» startet opp i 1996, og har siden den gang målt fremmedstoffer og næringsstoffer i fôrblandinger og fôrmidler. De senere årene er det også målt fremmedstoffer i premikser av vitaminer og mineraler. Formålene med overvåkingsprogrammene er hovedsakelig å skaffe oversikt over mulige farer som kan true fiske-, plante-, dyre- og/eller folkehelsen, og for å ha en oversikt over trender som følge av endringer i fôrsammensetning og fôrmidler.

1.1 - Prøvegrunnlag

I dette programmet blir det tatt ut prøver fra fôrprodusenter fra ulike geografiske posisjoner og på ulike tidspunkt av året. Målet er å få et representativt utsnitt av fiskefôr (fullfôr) og fôringredienser (fôrmidler) benyttet i norsk fiskefôrproduksjon. I 2019 ble det samlet inn totalt 154 prøver fra ulike fiskefôrprodusenter i Norge (Cargill, BioMar AS, Skretting AS, Mowi ASA, Europharma AS). Ved mottak og registrering av prøvene ved Havforskningsinstituttet blir prøvene anonymiserte.

Det har siden oppstart av programmet vært fokus på kontinuitet i analyseprogrammet med mål å kunne danne tidstrender i nivåer av uønskede stoffer og næringsstoffer i fiskefôr. Samtidig har programmet vært i utvikling med tanke på å inkludere nye stoffgrupper etter hvert som ny kunnskap har oppstått eller lovgivingen har blitt endret. Endringer i fôrsammensetningen påvirker nivåene av uønskede stoffer og næringsstoffer i det endelige fôret. Vi er nå i en periode der det er fokus på alternative fôrmidler. I 2018 ble mel av insekter godkjent som fôringrediens i fiskefôr og prøver av insektsmel er derfor inkludert i årets rapport [2].

1.1.1 - Definisjoner

I denne rapporten bruker vi betegnelsene fullfôr, fôrmidler og premikser. I forskrift om fôrvarer [1] defineres et fullfôr som en blanding av fôrvarer som på grunn av sin sammensetning er tilstrekkelig til å dekke dyrets dagsbehov. I denne

rapporten blir det analysert ulike typer fullfôr, inkludert vekstfôr, smoltfôr, startfôr, og helsefôr. Fôrsammensetningen varierer mellom ulike typer fôr, da de har som formål å dekke fiskens ernæringsbehov ved ulike livsstadier. *Et fôrmiddel er produkter av vegetabilisk eller animalsk opprinnelse, hvis hovedformål er å oppfylle dyrenes ernæringsbehov, i naturlig tilstand, ferske eller konserverte, og avledede produkter av disse etter industriell bearbeiding. Et fôrmiddel er også produkter av organiske og uorganiske stoffer, med eller uten tilsetningsstoffer, som i ubearbeidet form eller etter bearbeiding er beregnet til ernæring av dyr ved fôring, til framstilling av fôrblandinger eller som bærestoff i premikser [3].* I denne rapporten er fiskeolje, vegetabilisk olje, fiskemel og vegetabiliske proteinkilder eksempel på fôrmiddel. *Premiks er en blanding av tilsetningsstoffer eller blandinger av ett eller flere tilsetningsstoffer med fôrmiddel eller vann som er brukt som bærestoffer, som ikke er ment for direkte fôring til dyr [3].*

1.2 - Metoder

Mattilsynet er ansvarlige for uttak av prøvene i denne rapporten. Prøvene er tatt ut hos registrerte virksomheter som produserer fôrblandinger til fisk. Mattilsynets hovedkontor utarbeider en årlig prøvetakningsplan som de aktuelle inspektørene benytter for å samle inn prøver fra virksomhetene. Prøvene ble sendt av inspektørene i egnet emballasje. Før kjemisk analyse, ble prøvene homogenisert, splittet og overført til tette flasker. Prøver til mikrobiologiske undersøkelser og PAP (prosessert animalsk protein) analyse ble sendt direkte til analyse i uåpnet emballasje, uten oppmaling og prøvesplittning som en ekstra sikring mot kontaminering. Laboratoriene ved Havforskningsinstituttet (HI) er akkreditert av Norsk akkreditering etter standarden ISO-EN 17025 for en rekke kjemiske og mikrobiologiske metoder og har akkrediteringsnummer Test-50. I tillegg er HI nasjonalt referanselaboratorium (NRL) for flere av analyttene, og representerer Norge i EURL møter angående analytiske metoder.

Mange av prøvene ble analysert for flere stoffgrupper (se Tabell 1). De fleste parametere i Tabell 1 er hentet fra regelverket for uønskede stoffer (mikroorganismer, organiske og uorganiske fremmedstoffer) [1], regelverket for tilsetningsstoffer [4] (antioksidanter, mineraler og vitaminer), og fra regelverk knyttet til deklarerings [5] (fett). I tillegg har vi analysert for polybromerte flammehemmere, polyaromatiske hydrokarboner, mykotoksiner, plantevernmidler, perfluorerte forbindelser, fettsyrer og aminosyrer i fullfôr og fôrmidler. Dette er stoffgrupper der man trenger bakgrunnskunnskap, og som det ikke er etablerte grenseverdier eller referanseverdier for. Grenseverdier eller referanseverdier (jmf mykotoksiner) blir ofte revaluert når ny kunnskap fremkommer. Noen av stoffgruppene (f.eks. plantevernmidler) har grenseverdier i planteprodukter eller matprodukter fra husdyr, men ikke i oppdrettsfisk). Noen planteprodukter har grenseverdier for «friskt materiale», men ikke prosesserte planteprodukter som blir til fôrmidler. For å beregne grenseverdier i de prosesserte planteproduktene som blir brukt som fôrmiddel brukes det en prosesseringsfaktor for å regne seg tilbake til friskvekt, men for de fleste fôrmidler brukt i fiskefôr er prosesseringsfaktorer ikke etablert ennå.

Deklarerte hovednæringsstoffer blir analysert i fullfôr for å kunne følge utviklingstrender i norskprodusert fiskefôr. En annen motivasjon er å muliggjøre kontroll av verdi deklarerert på fullfôret. Mattilsynet bruker analyseresultatene for å føre tilsyn etter bestemmelser om merking.

Grenseverdier for uønskede stoffer i fôrvarer er satt for et vanninnhold på 12% (tørstoff på 88%). Det er ikke korrigeret for tørstoffinnholdet i denne rapporten, dvs. at alle konsentrasjoner er gitt for prøven slik den ble levert til laboratoriet (enhet oppgitt som «våt vekt»). Tørstoffprosenten i fullfôr ligger vanligvis mellom 89% og 96%, noe som betyr ved en sammenligning mot grenseverdier, at konsentrasjonene gitt i denne rapporten vil bli nedjustert noe om man korrigerer for et 12% vanninnhold.

I denne rapporten er noen av konsentrasjonene/nivåene under kvantifiseringsgrensen for metoden (Limit of Quantification, LOQ). LOQ er den konsentrasjonen av et stoff man kan kvantifisere med en gitt målesikkerhet. Metodens LOQ avhenger blant annet av prøvetype, og blir for noen metoder (for eksempel dioksiner og dl-PCBer) beregnet for hver enkelt prøve analysert. Resultater under LOQ, oppgis som «lavere enn LOQ» (<LOQ). For å kunne ta med disse prøvene i beregningene av gjennomsnitt eller summer, blir konsentrasjoner som er mindre enn LOQ satt lik LOQ. Dette prinsippet kalles «upper bound LOQ» [6] beregning og er standard prosedyre ved beregning av sum

dioksininnhold (CAC/RCP 62/20062) [7]. Prinsippet brukes her for utregning av gjennomsnitt for alle stoffgrupper. Det reelle tallet, som ikke er kvantifiserbart, vil i virkelighet ikke alltid være på LOQ, men oftest lavere enn LOQ. På denne måten gir «upper bound LOQ» prinsippet oss «worst case»-verdier og ikke reelle verdier. Korte beskrivelser og oppsummering av hver metode med akkrediteringsstatus er gitt under kapitel «Metodebeskrivelse».

1.3 - Analyseoversikt

Tabell 1. Analyseoversikt for prøver i 2019. [Parameters and number of samples analyzed in 2019].

Parameter	Antall analyser 2019
I. Forbudte føremidler	
Prosesserte animalske protein (PAP) fra drøvtyggere - lysmikroskopi	23
Prosesserte animalske protein (PAP) fra drøvtyggere – qPCR analyse	19
II. Uønskede stoff, mikrobiologi	
<i>Salmonella</i>	107
<i>Enterobacteriaceae</i>	104
Mykotoksiner	60
III. Uønskede stoff, organiske	
Klorerte Pesticider	61
Organfosfat Pesticider	63
Glyfosat og AMPA	54
Polyklorerte bifenyler (PCB)	114
Dioksiner (PCDD/PCDF) og dioksinlignende-PCB (dl-PCB)	114
Polybromerte difenyleter (PBDE)	114
Bromerte flammehemmere (HBCD og TBBP-A)	118
Polyaromatiske hydrokarboner (PAH)	59
Glycidylestere og 3-MCPD-estere	29
Perfluorerte forbindelser (PFAS)	54
IV. Uønskede stoff, uorganiske	
Arsen (As), kadmium (Cd), bly (Pb), kvikksølv (Hg)	125
Uorganisk arsen	20
Metylkvikksølv	20
V. Tilsetningsstoff	
Butylhydroksyanisol (BHA)	113
Butylhydroksytoluen (BHT)	113
Propylgallat	103
Ethoxyquin (EQ) og Ethoxyquin dimer (EQDM)	113
Nedbrytingsprodukter for ethoxyquin - screening	20
VI. Essensielle næringsstoff med grenseverdi	
Mineraler (Fe, Zn, Cu, Mn, Co, Se, Mo)	125
Vitamin D3	103
VII. Vitaminer	
Vitamin E	103

VII. Stoff der man trenger bakgrunnskunnskap	
Fluor	30
Tørrstoff	93
Fettsyrer	20
Fett	103
Glucosinolater	30
Blåsyre	30
Teobromin	30

2 - Resultater og diskusjon

2.1 - Forbudte fôrmidler

2.2 - Prosessert animalsk protein (PAP) fra drøvtyggere

I regelverket brukes betegnelsen prosessert animalsk protein, fra den engelske beskrivelsen «Processed Animal Protein», eller PAP. Eksempler på PAP er fiskemel, mel av kjøtt, bein og innmat fra drøvtyggere, fjørfe og svin, fjørmel og insektmel. TSE-forordningen [8] er sentral her og setter strenge begrensinger i bruk av PAP til fôr. Formålet med TSE-forordningen er å forebygge, ha kontroll med og utrydde overførbare (transmissible) spongiforme encefalopatier (TSE). TSE er en fellesbetegnelse på hjernesykdommer som er karakterisert ved et svampeaktig utseende under mikroskop. Kugalskap (bovine spongiform encefalopati; BSE); er hjernesykdommen som rammer storfe, og smittestoffet er antatt å være prioner. Sykdommen kan overføres fra dyr til dyr eller fra dyr til mennesker. Europa har i flere år gjennomført tiltak for å hindre spredning av TSE, inkludert forbud mot fôring med PAP med unntak av fiskemel. TSE-forordningen ble endret i 2013 til å tillate bruk av PAP fra ikke-drøvtyggere, som svin og fjørfe som fôrmiddel til akvakulturfôr og i 2017 ble det tillatt å benytte mel fra oppdrettsinsekter i fôr til akvakulturdyr. PAP fra drøvtyggere (storfe, sau og geit) er det derimot ikke lov å bruke. Lysmikroskopi og PCR («polymerase chain reaction») er de to metodene som blir brukt for å påvise ulovlig PAP i fôr og fôrmidler. Lysmikroskopi metoden brukes for å påvise bestanddeler av animalsk opprinnelse er til stede og PCR metode brukes for å påvise DNA av drøvtyggerarter.

I 2019 ble 10 fiskemel, fire insektmel, 8 vitaminpremikser og 1 mineralpremikser undersøkt for ulovlig PAP ved hjelp av både lysmikroskopi og PCR metodikk. Det ble ikke påvist PAP fra drøvtyggere ved bruk av lysmikroskopi metoden i noen av disse prøvene. Av de undersøkte fiskemelene og insektmelene ble det ikke funnet innhold av DNA fra drøvtyggerarter. Det ble registrert positivt utslag for drøvtygger DNA ved bruk av PCR metoden for 2 av 8 vitaminpremikser undersøkt i 2019. PCR metodikken er svært sensitiv for påvisning av drøvtygger-DNA, og grunnen til positivt utslag i vitaminpremikserne kan skyldes utilsiktet forurensning, lovlig PAP (f.eks. melkeprodukter) eller bruk av gelatin fra drøvtyggere til innkapsling av vitaminer. PCR metoden kan ikke benyttes til å bestemme hvilke vev, f.eks om det er melkeprodukter eller beinrester som er opphavet til drøvtygger DNA. Dette er også delvis tilfelle for lysmikroskopi metoden, som i tillegg er betydelig mindre sensitiv enn PCR metoden. Det arbeides nå internasjonalt med utvikling av komplementerende metodikk som baserer seg på proteomikkanalyser for bestemmelse av ulovlig PAP. Ved bruk av massespektrometri, som er sensitiv og spesifikk, vil det i fremtiden bli mulig å få informasjon om dyreart, samt vevs-spesifikk informasjon fra protein/peptid identifikasjon. Ved å benytte en slik metodikk vil en kunne skille mellom lovlig og ulovlig drøvtygger DNA. HI er involvert i denne metodeutviklingen, som er et samarbeid med EU referanselaboratorium for PAP i Gembloux, Belgia.

2.3 - Uønskede stoffer, mikrobiologiske parametere

2.3.1 - Salmonella

I 2019 ble 93 fullfôr, fire insektmel og 10 fiskemel analysert for *Salmonella*. Biproduktforskriften [9] har krav om fravær av *Salmonella* i fôrmidler av animalsk opprinnelse. 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* [1]. I 2019 var det ingen fullfôr eller fiskemel som fikk utslag for *Salmonella*.

2.3.2 - Enterobacteriaceae

Bakterier i familien *Enterobacteriaceae* forekommer normalt i tarmmateriale fra varmblodige dyr inkludert mennesker, og kan overføres til fôr, vann og næringsmidler ved fekal forurensning. Denne parameteren blir ofte benyttet som en indikator for den hygieniske kvaliteten for matvarer og fôr. I 2019 ble det analysert 93 fullfôr og 10 fiskemel for bakterier i familien *Enterobacteriaceae*. Ett av fiskemelene hadde utslag over påvisningsgrensen for metoden (10 kim/g) og var på 900 kim/g. Biproduktforskriften [9] har krav om at antallet bakterier i familien *Enterobacteriaceae* skal være under

300 $\mu\text{g}/\text{g}$ i fôrmidler av animalsk opphav (fiskemel). Det er ingen grenseverdier for *Enterobacteriaceae* i fullfôr eller i vegetabiliske fôrmiddel. Analyser fra 2018 viste en tendens til flere utslag for uønskede mikrobiologiske parametere i fôr og fôrmidler og var bakgrunnen til økt fokus på disse parametrene i 2019.

2.3.3 - Mykotoksiner

Mykotoksiner er giftstoffer som er produsert av muggsopp, og kan infisere avling før høsting (feltmykotoksiner) eller etter høsting i landbruksprodukter som er lagret (lagringsmykotoksiner). Det er et økende fokus på mykotoksiner i mat og fôr i EU, og det forventes at mykotoksiner vil utgjøre en økende risiko i fremtiden i takt med høyere forbruk av vegetabiliske råvarer og et våtere og varmere klima. Den Norske Vitenskapskomiteen for Mattrygghet og Miljø (VKM) har utført en risikovurdering av mykotoksiner, der det også ble belyst at det er behov for mer kunnskap og data om denne gruppen uønskede stoffer [10].

I 2019 ble 40 prøver av fullfôr, 9 prøver av vegetabiliske fôrmidler og 4 prøver av insektmel analysert for de vannløselige mykotoksinene aflatoxin (B1, B2, G1 og G2), deoxynivalenol (DON), HT-2 toksin, ochratoksin A (ochraA), T-2 toksin, fumonisiner (Fum B1, B2) og zearalenon (Zea) (Tabell 2). Muggsopp i slekten *Fusarium* er feltmugg som blant annet produserer DON, beauvericin, enniatiner, fumonisiner, HT-2 toxin, moniliformin, nivalenol, T-2 toxin og zearalenon, mens lagringsmuggene, blant andre *Penicillium* og *Aspergillus*, produserer ochraA. Aflatoxin er påvist kreftfremkallende, og innen EU er det fastsatt øvre grenseverdi for aflatoxin B1 på 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ i fullfôr og 20 $\mu\text{g}/\text{kg}$ i fôrmidler.

Tabell 2. Gjennomsnittskonsentrasjoner og konsentrasjonsområde (min-maks verdier) for mykotoksinene aflatoxin B1, deoxynivalenol (DON), fumonisiner (Fum B1, B2), ochratoksin A (ochraA) og zearalenon (Zea) ($\mu\text{g}/\text{kg}$) i fullfôr, vegetabiliske fôrmiddel og insektmel i 2019. Snittverdier er gitt der 20% eller mer av prøvesvarene er over LOQ. Siste rad viser anbefalt referanseverdi for mykotoksiner i fullfôr og fôrmidler. [Mean concentration and the minimum-maximum range of mycotoxins aflatoxin B1, deoxynivalenol (DON), fumonisins (Fum B1, B2), ochratoksin A (ochraA) and zearalenone (Zea) ($\mu\text{g}/\text{kg}$) in fish feed and plant protein analysed in 2019 (when 20% or more of the results were over LOQ). The recommended guidance values for mycotoxin residues in feed and feed ingredients are given in the rows below the results (mg/kg)].

Prøver	AflatoxinB1 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	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						
Snitt 2019 (n=40)	< LOQ	28	265	265	< LOQ	51
Min-Maks	<1	<20-47	<200-270	<200-280	<1	<10-64
Prøver over LOQ	0	9	2	2	0	2
Anbefalt referanseverdi ¹⁾	10 ²⁾	2 000 ³⁾	10 000 ⁴⁾	10 000 ⁴⁾	1 000 ⁵⁾	1 000 ⁵⁾
Vegetabiliske fôrmiddel						
Snitt 2019 (n=9)	0.8	< LOQ	< LOQ	< LOQ	0.9	< LOQ
Min-Maks	<0.1-0.8	<20	<20	<20	<0.5-0.9	<10
Prøver over LOQ	2	0	0	0	1	0
Anbefalt referanseverdi ¹⁾	20 ²⁾	8 000 ⁶⁾	60 000 ⁷⁾	60 000 ⁷⁾	250	2 000-3 000
Insektmel						
Snitt 2019 (n=4)	< LOQ	< LOQ	< LOQ	< LOQ	< LOQ	< LOQ
Min-Maks	<1	<20	<200	<200	<1	<10
Prøver over LOQ	0	0	0	0	0.	0

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

2. For aflatoxin er det satt en øvre grenseverdi.

3. Den norske anbefalte grenseverdien er 2 000 µg/kg. EU kommisjonens anbefalte referanseverdi er 5 000 µg/kg.
4. Anbefalte referanseverdi for summen av FumB1 og FumB2 på 10 000 µg/kg fullfôr.
5. De norske anbefalte grenseverdier for sopp og mykotoksiner i fôrvarer (Mattilsynet, 13.mars 2019).
6. For mais og maisprodukter er referanseverdien 12 000 µg/kg
7. Anbefalte referanseverdi er for summen av FumB1 og FumB2 på 60 000 µg/kg i fôrmiddel.

For noen av de andre mykotoksinene er det gitt referanseverdier [11, 12]. Det er også utarbeidet norske anbefalte grenseverdier som Mattilsynet forholder seg til [13]. Dette er i påvente av bedre datagrunnlag og analysemetoder før ytterligere regelverkstiltak iverksettes. En del grenseverdier eller referanseverdier (f.eks. DON og metabolitter av DON, samt T-2 og HT-2) er under reevaluering av EU og Mattilsynet.

Gjennomsnittsverdier og konsentrasjonsområde for mykotoksiner i fullfôr, vegetabiliske fôrmiddel og insektsmel analysert i 2019 er vist i Tabell 2. Det ble ikke funnet nivåer av aflatoksin B1 over øvre grenseverdi i noen av de analyserte fullfôrene, men to vegetabiliske fôrmidler fikk utslag for aflatoksin B1 over LOQ, på 0,7 µg/kg og 0,8 µg/kg. Alle fullfôrene analysert i 2019 inneholdt konsentrasjoner av mykotoksiner under grenseverdien og de anbefalte referanseverdier. I 2019 ble det også analysert 4 insektsmel for mykotoksiner. Ingen av de undersøkte insektsmelene inneholdt mykotoksiner.

Fullfôr (40 prøver), vegetabiliske fôrmidler (9 prøver) og vegetabiliske oljer (7 prøver) ble også analysert for de mer fettløselige mykotoksinene beauvericin og enniatin A, A1, B, B1 (Tabell 3). Beauvericin og enniatin er forbindelser som blir produsert av muggsopp i slekten *Fusarium* (feltsopp). Det er så langt lite kunnskap om denne gruppe mykotoksiner, også med tanke på tilstedeværelse i norsk fiskefôr og fôrmidler, samt effekter på fisk [14]. Det er studier som har vist restnivåer av forbindelsene i oppdrettsfisk [15]. Enniatin og beauvericin har blitt undersøkt i fullfôr og vegetabiliske fôrmiddel i dette overvåkingsprogrammet de siste 4 årene.

Tabell 3. Gjennomsnittskonsentrasjoner og konsentrasjonsområde (min-maks verdier) for beauvericin og enniatin (µg/kg) i fullfôr, vegetabiliske fôrmiddel og vegetabilisk olje i 2019. Snittverdier er gitt der 20% eller mer av prøvesvarene er over LOQ. [Mean concentration and the minimum-maximum range of beauvericin and enniatin (µg/kg) in fish feed, plant protein and plant oil in 2018 (when 20% or more of the results are over LOQ)].

Prøver	Beauvericin (µg/kg)	EnniatinA (µg/kg)	EnniatinA1 (µg/kg)	EnniatinB (µg/kg)	EnniatinB1 (µg/kg)
Fullfôr					
Snitt 2019 (n=40)	18	<LOQ	<LOQ	23	16
Min-Maks	<10-19	<10	<10	<10-70	<10-19
Prøver over LOQ	2	0	0	39	3
Vegetabiliske fôrmiddel					
Snitt 2019 (n=9)	18	<LOQ	<LOQ	11	< LOQ
Min-Maks	<10-18	<10	<10	<10-11	<10
Prøver over LOQ	1	0	0	1	0
Vegetabiliske oljer					
Snitt 2019 (n=7)	<LOQ	<LOQ	16	90	28
Min-Maks	<10	<10	<10-16	16-240	14-63
Prøver over LOQ	0	0	1	7	6

Av fullfôrene som ble analysert i 2019 inneholdt 2 av prøvene beauvericin, 39 av prøvene enniatin B og 3 av prøvene enniatin B1 over LOQ, med konsentrasjoner opp mot 70 µg/kg for enniatin B (Tabell 3). Dette er færre prøver over LOQ sammenlignet med fullfôr analysert i 2018, der 30% av fullfôrene inneholdt formene av beauvericin og enniatin A, A1 og B1. Til forskjell fra 2018 var det målbare mengder av enniatin B i flere prøver enn i 2018 med påvisning av enniatin B i 39 av 40 fullfôrprøver. Som tidligere år, vises det at vegetabilsk olje kan inneholde relativt høye verdier av enniatin, med konsentrasjon opp mot 240 µg/kg (Tabell 3). Alle de vegetabiliske oljene analysert i 2019 inneholdt enniatin B over LOQ.

Basert på disse, og tidligere års analyser, kan det se ut som vegetabilsk olje kan være kilder til enniatin. Det er i dag ikke satt øvre grenseverdier eller referanseverdier for denne gruppe mykotoksiner innen EU. Det er behov for mer data på disse mykotoksinerne i fôrmidler og fiskefôr. Det er også behov for mer kunnskap om denne gruppen forbindelser [10]; om potensielle effekter på fiskehelse og om potensialet for overføring fra fôr til de spiselige delene av fisken.

2.4 - Uønskede stoffer, organiske

2.4.1 - Klorerte pesticider

Klorerte pesticider har til felles at de inneholder ett eller flere kloratomer i den kjemiske strukturen. De fleste av forbindelsene har vært i bruk i bekjempelse av insekter. Klorerte pesticider har lang nedbrytningstid, og blir derfor karakterisert som persistente organiske miljøgifter. De er fettløselige og oppkonsentreres i for eksempel marint fett. På tross av at mange av stoffene har vært forbudt å bruke over lengre tid, finnes de fortsatt i miljøet. I EU og Norge er det grenseverdier for flere av disse stoffene i fôr og fôrmidler [1]. I 2019 ble det analysert 40 fullfôr, 10 fiskemel og 11 fiskeoljer for klorerte pesticider. Se tabell 4 for oversikt. Resultatene viser generelt sett at fiskeoljer er mer konsentrert på klorerte pesticider enn fiskemel, noe som igjen reflekterer den fettløselige egenskapen til disse forbindelsene, og som også har blitt rapportert tidligere i dette programmet [16]. Alle fullfôrene, fiskemelene og fiskeoljene som ble undersøkt i 2019 inneholdt klorerte pesticider under de øvre grenseverdier fastsatt i EU (Tabell 4).

Tabell 4. Gjennomsnittskonsentrasjon og konsentrasjonsområde (min-maks verdier) av klorerte pesticider (µg/kg) i fullfôr i 2019. Summeringen er «upper bound» og molekylvektet¹⁾. Øvre grenseverdi er gitt i den siste raden (µg/kg). [Mean concentration and the minimum-maximum range of chlorinated pesticides in fish feed in 2019. Sum of pesticides is "upper bound" and molecular weighted¹⁾].

Prøver	Sum Dieldrin og Aldrin (µg/kg) ³⁾	Sum Toksafen (µg/kg)	Sum Klordan (µg/kg)	Sum Endosulfan (µg/kg)	HCB (µg/kg)	Sum HCH (µg/kg) ⁴⁾
Fullfôr						
Snitt 2019 (n=40)	1.3	2.4	1.5	1.1	1.4	0.03
Min-Maks	0.2-4.7	0.4-6.8	0.3-5.0	0.2-1.7	0.2-5.3	<LOQ - 0.34
Øvre grenseverdi ¹⁾	20 ²⁾	50	20	50	10	-
Fiskemel						
Snitt 2019 (n=10)	1.0	2.4	1.0	0.9	1.3	<LOQ
Min-Maks	0.2-1.7	1.3-6.9	0.5-2.2	0.8-0.9	0.6-2.9	-
Øvre grenseverdi ¹⁾	10 ²⁾	20	20	100.0	10	-
Fiskeoljer						
Snitt 2019 (n=11)	8.5	16.8	5.9	3.4	7.5	0.92

Min-Maks	0.6-15.0	4.9-60.0	1.5-17.0	3.0-4.6	1.2-20.8	<LOQ - 3.3
Øvre grenseverdi ¹⁾	100 ²⁾	200	50	100	200	-

1. Gjeldende grenser for pesticider på fôrområdet i Norge og EU. Øvre grenseverdier for sum pesticider er i henhold til förforskriften 2002/32/EC og «amendments» (senere tilførelser); med "molecular weight conversion factor" for summer.

2. Isolert eller sammen, uttrykt som dieldrin.

3. Dieldrin uttrykt som dieldrin alene. Alle resultater for aldrin er under LOQ.

4. Sum av alfa, beta og gamma heksaklorsykloheksan. Alle resultater var under grenseverdien for enkeltisomerene. Grenseverdiene er 20, 10 og 200 µg/kg for henholdsvis α-, β- og γ-HCH i förmidler og förblandinger, og 200, 100 og 2000 µg/kg for henholdsvis α-, β- og γ-HCH i fett og olje.

Dieldrin er et organoklorid som ble produsert som et plantevernmiddel. Dieldrin og aldrin er nært beslektet, der aldrin blir omdannet til dieldrin, som er den aktive forbindelsen. Ingen av prøvene analysert i 2019 hadde konsentrasjoner av aldrin over LOQ. Grenseverdien for dieldrin og aldrin i fullfôr og förmidler gjelder isolert eller sammen, uttrykt som aldrin på 10 µg/kg i förmidler og fôr og dieldrin på 20 µg/kg i fôr til fisk. For fiskeoljer er grenseverdien for dieldrin 100 µg/kg. For fullfôr, ble snittet av summen («upper bound») av dieldrin og aldrin 1,3 µg/kg, med variasjon fra 0,2 til 4,7 µg/kg. I fiskemel var snittverdien 1,0 µg/kg, med nivå fra 0,2 til 1,7 µg/kg, mens i fiskeolje var snittverdien 8,5 µg/kg med nivå fra 0,6 til 15,0 µg/kg.

Toksafen er en kompleks blanding av flere relativt like forbindelser. Grenseverdien i fullfôr på 50 µg/kg gjelder for summen («upper bound») av indikatorforbindelsene parlar 26, 50 og 62. I 2019 ble det funnet en snittverdi på sum toksafen på 2,4 µg/kg og med et konsentrasjonsområde fra 0,4 til 6,8 µg/kg. I fiskemel var snittverdien 2,4 µg/kg, med nivå fra 1,3 til 6,9 µg/kg, mens i fiskeolje var snittverdien 16,8 µg/kg med nivå fra 4,9 til 60,0 µg/kg.

Klordan har vært forbudt å bruke i EU, og flere andre land siden 1980-tallet. I 2019 ble de tre kjemiske formene; cis- og trans- klordan og oksyklordan analysert og resultater er gitt som sum klordan («upper bound») (Tabell 4). Cis-klordan er som regel den formen med flest resultater over LOQ og derfor den formen som teller mest i denne summeringen. Grenseverdien for klordan i fullfôr er 50 µg/kg. I fullfôr ble det i 2019 funnet en snittverdi for klordan på 1,5 µg/kg, med nivå fra 0,3 til 5,0 µg/kg. I fiskemel var snittverdien 1,0 µg/kg, med nivå fra 0,5 til 2,2 µg/kg, mens i fiskeolje var snittverdien 5,9 µg/kg med nivå fra 1,5 til 17,0 µg/kg.

I Europa er endosulfan ikke lenger i bruk, men stoffet brukes fremdeles i noen deler av verden. Grenseverdien for endosulfan er gitt for summen av alfa- og beta-isomerer og av endosulfansulfat, uttrykt som endosulfan, og er 50 µg/kg i fullfôr. I fullfôr ble det i 2019 funnet en snittverdi på endosulfan på 1,1 µg/kg, med et konsentrasjonsområde fra 0,2 µg/kg og 1,7 µg/kg. I fiskemel var snittverdien 0,9 µg/kg, med nivå fra 0,8 til 0,9 µg/kg, mens i fiskeolje var snittverdien 3,4 µg/kg med nivå fra 3,0 til 4,6 µg/kg.

Heksaklorbenzen (HCB) ble tidligere brukt som plantevernmiddel, men i dag er produksjon og forbruk forbudt i de fleste land. HCB kan også dannes også i forbrenningsprosesser når klor og karbon er til stede. I 2019 var snittverdien for HCB i fullfôr 1,4 µg/kg med nivå fra 0,2 til 5,3 µg/kg, som er under grenseverdien for HCB, på 10 µg/kg. I fiskemel var snittverdien 1,3 µg/kg, med nivå fra 0,6 til 2,9 µg/kg, mens i fiskeolje var snittverdien 7,5 µg/kg med nivå fra 1,2 til 20,8 µg/kg.

I tillegg ble det analysert for fire former av heksaklorsykloheksan (HCH) (alfa, beta, delta og gamma HCH). Det var kun 4 av 40 fullfôr som inneholdt formen beta-HCH, ett fullfôr som inneholdt gamma-HCH over LOQ, mens de andre formene var under LOQ. Alfa, beta og gamma HCH ble funnet i flere av fiskeoljene, men delta HCH ble ikke funnet over LOQ. Ingen fiskemel inneholdt HCH over LOQ. Alle resultater var under grenseverdien for enkeltisomerene.

Heptaklor er et plantevernmiddel som også ble utfaset i 1980-årene. Tre former av heptaklor ble analysert i fullfôr i 2019; heptaklor og heptaklor epoxid (cis og trans) (ikke inkludert i Tabell 4). Det var kun cis formen av heptaklor epoxid

som var over LOQ til metoden for 9 av 40 analyserte fullfôr i 2019. I fullfôr var snittet for sum heptaklor («upper bound») 0,2 µg/kg, med nivåer fra 0,02 til 0,34 µg/kg. Også i fiskemel og fiskeolje var det kun cis-heptaklor epoxid som hadde nivåer over LOQ. I fiskemel var snittverdien 0,1 µg/kg, med nivå fra 0,1 til 0,2 µg/kg, mens i fiskeolje var snittverdien 1,2 µg/kg med nivå fra 0,4 til 3,5 µg/kg. Alle verdier var under grenseverdien for heptaklor, som er 10 µg/kg i fôr og fôrmidler og 200 µg/kg i fiskeoljer, uttrykt som summen av heptaklor og heptakloreposid.

Tabell 5 Gjennomsnittskonsentrasjon og konsentrasjonsområde (min-maks verdier) av DDT-isomerer (µg/kg) i fullfôr i 2019. Summeringen er «upper bound» og molekylvektet¹⁾. [Mean concentration and the range (min-max concentration) of DDT isomers in fish feed in 2019. Sum DDT is determined as “upper bound” and molecular weighted¹⁾. The maximum levels are 50 µg/kg for feed and fish meal, and 500 µg/kg for fish oil].

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							
Snitt 2019 (n=40)	0.62	0.7	0.67	1.4	0.19	3.90	8
Min-Maks	<0.02-4.52	<0.1-2.6	<0.07-13.90	0.3-4.2	<0.02-3.52	<0.07-11.30	2-29
Øvre grenseverdi ¹⁾							50
Fiskemel							
Snitt 2019 (n=10)	0.19	0.51	0.20	1.1	0.08	3.1	5.8
Min-Maks	<0.07-0.76	<0.07-2.74	<0.07-0.55	0.3-3.1	<0.06-0.14	1.6-6.2	2.4-12.0
Øvre grenseverdi ¹⁾							50
Fiskeolje							
Snitt 2019 (n=11)	1.7	3.4	1.1	7	0.9	22	40
Min-Maks	0.2-7.2	0.4-7.6	<0.3-2.6	1-15	<0.2-4.2	5-43	9-73
Øvre grenseverdi ¹⁾							500

1. Gjeldende grenser for pesticider på fôrområdet i Norge og EU. Øvre grenseverdier for sum pesticider er i henhold til fôrforskriften 2002/32/EC og «amendments» (senere tilførelser); med “molecular weight conversion factor” for summer.

DDT (diklor-difenyl-trikloretan) er lite nedbrytbart plantevernmiddel, og det er i dag forbud mot bruk av DDT i de fleste land. I 2019 ble det analysert 40 fullfôr, 10 fiskemel og 11 fiskeoljer for to isomere former av utgangsstoffet DDT (o,p- og p,p-) og av nedbrytingsproduktene DDE og DDD (Tabell 5). For fullfôr analysert i 2019 var snittet for sum DDT 8 µg/kg, med nivå fra 2 til 29 µg/kg. I fiskemel var snittverdien 5,8 µg/kg, med nivå fra 2,4 til 12,0 µg/kg, mens i fiskeolje var snittverdien 40 µg/kg med nivå fra 9 til 73 µg/kg. Resultatene viser at p,p-DDE isomeren er den formen som utgjør den største delen av sum DDT både i fullfôr, fiskemel og fiskeolje. Som også vist i tidligere rapporter [17], utgjør pp-DDE mer enn 50 % av sum DDT i fullfôrene og er dermed det mest dominerende formen av DDT. En høy ratio av total DDE i forhold til total DDT indikerer generelt gammelt utslipp av DDT, og at DDT har blitt konvertert til DDE [18].

For de klorerte pesticidene kan en generelt si at nivåene i fullfôr har vært stabile de siste årene, med unntak av HCB der det var et fullfôr som oversteg den øvre grensen i fôr i 2014 [19]. Flere av pesticidene i fullfôr er under LOQ, og variasjonene i nivåene kan derfor i noen tilfeller gjenspeile analytiske begrensninger siden vi rapporterer «upper bound LOQ». Fiskeoljer undersøkt i 2019 inneholder nivåer av klorerte pesticider i samme konsentrasjonsområde som sett ved tidligere undersøkelser [17].

2.4.2 - Organofosfat pesticidforbindelser og ugressmidlene glyfosat, AMPA og glufosinat

I 2019 ble 40 fullfôr, 10 vegetabiliske fôrmidler (soyaproteinkonsentrat, hvetegluten, maisgluten og solsikkepellet), 4 insektsmel og 9 vegetabiliske oljer analysert for organofosfat pesticidforbindelser (116 ulike forbindelser). Av disse forbindelsene var det kun pirimifos-metyl og malathion som ble funnet i konsentrasjoner over LOQ (10 µg/kg for begge forbindelser) i fullfôrene (Tabell 6). Pirimifos-metyl ble påvist i 22 av 40 fullfôr med konsentrasjoner fra 10 til 42 µg/kg, og malathion ble påvist i én prøve med konsentrasjon på 10 µg/kg. I insektsmel ble det funnet én prøve over LOQ, og for vegetabiliske oljer ble det funnet Pirimifos-metyl i 7 av de 9 prøvene og malathion i to prøver. Det ble ikke funnet nivåer over LOQ for klorpyrifos-metyl i noen av prøvene.

Tabell 6. Gjennomsnittskonsentrasjon og konsentrasjonsområde (min-maks verdier) av pirimifos-metyl, malathion, glyfosat, aminometyl-fosfonsyre (AMPA) og glufosinat (mg/kg) i fullfôr, vegetabiliske fôrmidler og vegetabiliske oljer i 2019. Snittverdier er gitt der 20% eller mer av prøvesvarene er over kvantifiseringsgrensen (LOQ). [Mean concentration (when 20% or more of the results are over LOQ) and the min-max concentrations of pirimiphos-methyl, malathion, glyphosate, amino-methyl-phospho acid (AMPA) and glufosinate (mg/kg) in fish feed, plant protein and plant oil in 2019].

Prøver	Pirimifos-metyl (mg/kg)	Malathion (mg/kg)	Glyfosat (mg/kg)	AMPA (mg/kg)	Glufosinat (mg/kg)
Fullfôr					
Snitt 2019 (n=40)	0.02	<LOQ	0.11	0.02	<LOQ
Min-Maks	<0.01-0.04	<0.01-0.01	0.03-0.20	<0.01-0.08	<0.01
Prøver over LOQ	22	1	40	29	0
Insektsmel					
Snitt 2019 (n=4)	<LOQ	<LOQ	0.03	<LOQ	<LOQ
Min-Maks	<0.01-0.01	<0.01	<0.01-0.05	<0.01-0.02	<0.01
Prøver over LOQ	1	0	3	1	0
Vegetabiliske fôrmidler					
Snitt 2019 (n=10)	<LOQ	<LOQ	0.24	0.04	<LOQ
Min-Maks	<0.01	<0.01	<0.01 -0.78	<0.01 -0.06	<0.01-0.02
Prøver over LOQ	0	0	8	6	1
Vegetabilisk olje					
Snitt 2019 (n=9)	0.04	0.03	-	-	-
Min-Maks	<0.02-0.07	<0.02-0.04	-	-	-
Prøver over LOQ	7	2	-	-	-

Årets og tidligere års undersøkelser tyder på at vegetabiliske oljer er hovedkilden til pirimifos-metyl og malathion i fullfôr. Det er fastsatt «maximum residue limit» (MRL) for pesticider i vegetabiliske næringsmidler eller matprodukter fra husdyr (unntatt oppdrettsfisk), men ikke for prosesserte planteprodukter som blir til fôrmidler. Vegetabiliske fôrmidler er ofte bearbeidet, og for bearbejdede produkter må det derfor korrigeres for fortykning/oppkonsentrering (prosesseringsfaktor) før man kan sammenlikne med MRL [20], men for de fleste fôrmidler brukt i fiskefôr er prosesseringsfaktorer ikke etablert ennå. Det er ikke MRL for organofosfat pesticider i fullfôr innen EU eller Norge.

I 2019 ble 40 fullfôr, 10 vegetabiliske fôrmidler og fire insektsmel analysert for glyfosat, nedbrytningsproduktet, aminometyl-fosfonsyre (AMPA) og glufosinat. Glyfosat ble funnet med konsentrasjoner over LOQ (0,01 mg/kg) i alle fullfôrene undersøkt, med konsentrasjoner fra 0,03 mg/kg til 0,20 mg/kg. Konsentrasjonene av AMPA i fullfôr i 2019 var noe lavere sammenlignet med glyfosat med en snittverdi på 0,02 mg/kg og med konsentrasjoner fra <0,01 mg/kg til 0,08

mg/kg. Av de vegetabiliske fôrmidlene, ble glyfosat funnet med konsentrasjoner over LOQ for 8 av 10 undersøkte prøver. Snittverdien i de vegetabiliske fôrmidlene var 0,24 mg/kg med konsentrasjoner fra <0,01 mg/kg til 0,78 mg/kg. I insektsmel ble glyfosat påvist i tre av fire prøver med snittverdi på 0,03 og variasjon fra <0,01 til 0,05 mg/kg. AMPA ble målt over LOQ i 6 av 10 vegetabiliske fôrmiddel, der konsentrasjonene varierte fra <0,01 mg/kg til 0,06 mg/kg. I insektsmel ble AMPA påvist i én av fire prøver. Det er ikke fastsatt MRL verdier for glyfosat eller AMPA i fullfôr eller fôrmidler. Innen EU er det gitt MRL verdier for glyfosat og AMPA i en rekke grønnsaker, frukt, bønner og nøtter [20]. MRL verdien for glyfosat i soyabønner er 20 mg/kg våt vekt. Det er ikke gitt MRL for prosesserte produkter. Derfor brukes prosesseringsfaktorer, der disse finnes, og man regner tilbake til det tilsvarende uproseserte produktet som det er fastsatt MRL for. For de fleste fôrmidler brukt i fiskefôr er prosesseringsfaktorer ikke etablert ennå. Én av de undersøkte vegetabiliske fôrmidlene inneholdt nivåer av glufosinat over LOQ (0,01 mg/kg).

2.4.3 - PCB og dioksiner (PCDD/PCDF)

Polyklorerte bifenyl (PCB) er en gruppe stoffer som kan teoretisk bestå av 209 ulike kjemiske former. PCB blir ofte delt inn i to hovedgrupper; 197 ikke-dioksinlignende PCB (i denne gruppen måler man vanligvis seks indikator PCBer; PCB6) og 12 dioksinlignende PCB (dl-PCB). Dioksinlignende-PCB har samme effekt som dioksiner. Når man snakker om dioksiner, henviser man til to grupper av klorerte hydrokarboner; 75 polyklorerte dibenzo-p-dioksin (PCDD) og polyklorerte dibenzofuraner (PCDF) der 10 former har dioksinlignende effekt. Siden disse har svært lik kjemisk struktur blir disse gruppene vanligvis behandlet som én gruppe (PCDD/F).

Det er etablerte grenseverdier for PCB i ulike fôrmidler og fôrblandinger [1] (Tabell 7). For ikke-dioksin lignende er det innført en grenseverdi på 40 µg/kg for fôrblending til fisk. Denne grensen gjelder for de seks indikator PCB (PCB6) som inkluderer PCB-28, PCB-52, PCB-101, PCB-138, PCB-153 og PCB-180. I 2019 ble det analysert 93 prøver av fullfôr, 10 fiskemel og 11 fiskeoljer for PCB6 (Tabell 7). For fullfôr varierte resultatene for sum PCB6 fra 2 til 18 µg/kg med et snitt på 4 µg/kg. Ingen av fôrene var over øvre grenseverdi for PCB6 som er 40 µg/kg i fullfôr. For fiskemelsprøvene var snittet for sum PCB6 5 µg/kg, med et konsentrasjonsområde fra 2 til 11 µg/kg. Dette er under grenseverdien for fiskemel som er 30 µg/kg. Snittet for sum PCB6 i de 10 fiskeoljene var 37 µg/kg med et konsentrasjonsområde fra 3 til 79 µg/kg. Dette er under grenseverdien for fiskeolje som er 175 µg/kg. Når det gjelder de ulike kongenerne i både fullfôr, fiskemel og fiskeolje er det PCB-153 og PCB-138 som utgjør den største andelen av sum PCB6 og alle prøvene hadde verdier over LOQ for disse kongenerne.

Tabell 7. Gjennomsnittskonsentrasjoner og konsentrasjonsområde (min-maks verdier) av kongenerne PCB-28, PCB-52, PCB-101, PCB-138, PCB-153 og PCB-180 og sum PCB6 (µg/kg) i fullfôr, fiskemel, fiskeolje og fiskeproteinkonsentrat i 2019. Sum PCB6 er «upper bound». Øvre grenseverdi er gitt under de analyserte verdiene (µg/kg). [Mean concentration and the range (min-max concentration) of PCB-28, PCB-52, PCB-101, PCB-138, PCB-153 and PCB-180 and sum PCB6 in fish feed, fish meal and fish oil for 2019. Sum PCB6 is determined as “upper bound”. The maximum levels are given in the rows below the results (µg/kg)].

Prøver	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 PCB6 (µg/kg)
Fullfôr							
Snitt 2019 (n=93)	0.18	0.38	0.70	0.94	1.7	0.42	4
Min-Maks	<0.07-0.77	<0.07-1.20	<0.07-3.00	0.09-4.00	0.2-7.5	<0.06-1.40	2-18
Prøver over LOQ	71	86	92	93	93	91	93
Øvre grenseverdi	-	-	-	-	-	-	40
Fiskemel							

Snitt 2019 (n=10)	0.15	0.4	0.9	1.2	2.2	0.3	5
Min-Maks	0.09-0.22	0.3-0.7	0.4-1.8	0.4-2.3	0.7-4.9	0.1-0.6	2-11
Prøver over LOQ	10	10	10	10	10	10	10
Øvre grenseverdi	-	-	-	-	-	-	30
Fiskeoljer							
Snitt 2019 (n=11)	1.2	3.1	5.9	7.6	15.4	4.2	37
Min-Maks	<0.2-1.7	<0.3-5.9	0.5-13.0	0.4-14.0	0.9-34.0	0.2-10.0	3-79
Prøver over LOQ	8	10	11	11	11	11	11
Øvre grenseverdi	-	-	-	-	-	-	175

I 2019 ble det analysert 93 prøver av fullfôr, 10 fiskemel og 11 fiskeoljer for dioksiner og dioksin-lignende (dl)-PCB (Tabell 8). For dl-PCB inngår 12 planare PCB-kongener (non-orto PCB; PCB-77, 81, 126, 169, og mono-orto PCB; PCB-105, 114, 118, 123, 156, 157, 167, 189). Konsentrasjonene for både dl-PCB og dioksiner (summen av PCDD og PCDF) blir uttrykt i toksisitetsekvivalenter ved bruk av TEF faktorer (WHO toksisitetsekvivalensfaktor, 2005) [21, 22]. Det vil si at konsentrasjonen for de ulike kongenere blir multiplisert med sine respektive 2005 TEF verdier, og summen av dioksiner og dl-PCB oppgis som sum totale toksikologiske ekvivalenter (sum TEQ).

For dioksiner (sum av 17 former for PCDD/PCDF) varierte innholdet i fullfôr analysert i 2019 fra 0,3 til 0,6 ng TEQ/kg, med et snitt på 0,4 ng TEQ/kg (Tabell 8). Grenseverdien for dioksiner i fiskefôr er på 1,75 ng TEQ/kg, og dermed er alle analyseresultatene i 2019 under grenseverdien. Det var heller ingen av de analyserte fullfôrene som hadde konsentrasjoner av dioksiner (sum PCDD/PCDF) over tiltaksgrensen som er på 1,25 ng TEQ/kg. Fullfôrene analysert i 2019 hadde en snittverdi av sum dl-PCB på 0,34 TEQ/kg med variasjon fra 0,05 til 1,30 ng TEQ/kg. For summen av dioksiner og dl-PCB (sum TEQ) inneholdt fullfôr et snitt på 0,7 ng TEQ/kg, med nivåer fra 0,3 til 1,8 ng TEQ/kg. Ingen av fullfôrene var over grenseverdien på 5,5 ng TEQ/kg.

Fiskemel analysert i 2019 viste et snittinnhold av dioksiner (sum av PCDD/PCDF) på 0,4 ng TEQ/kg med nivå fra 0,3 til 0,6 ng TEQ/kg, og et snitt av dl-PCB på 0,5 ng TEQ/kg med nivå fra 0,2 til 1,1 ng TEQ/kg (Tabell 8). Sum TEQ i fiskemel viste et snitt på 0,9 ng TEQ/kg med et konsentrasjonsområde fra 0,5 til 1,7 ng TEQ/kg. Verken sum PCDD/PCDF eller sum TEQ for fiskemel var over grenseverdiene på henholdsvis 1,25 ng TEQ/kg og 4,0 ng TEQ/kg.

Fiskeoljer analysert i 2019 inneholdt et snitt av dioksiner (sum av PCDD/PCDF) på 1,6 ng TEQ/kg med nivå fra 0,9 til 3,2 ng TEQ/kg (Tabell 8). Dette er under grenseverdien på 5,0 ng TEQ/kg. For sum dl-PCB var snittet i fiskeoljene var 2,4 ng TEQ/kg, og med konsentrasjonsområde fra 0,4 til 5,1 ng TEQ/kg. Sum TEQ i fiskeolje var 4,0 ng TEQ/kg med nivå fra 1 til 8 ng TEQ/kg i 2019 (Tabell 8). Dette er også under den øvre grenseverdien som er på 20,0 ng TEQ/kg.

Det pågår for tiden diskusjoner i EU om å redusere øvre grenseverdier for dioksin og sum dioksin og dl-PCB i både fôr og mat som følge av at EFSA har innført en kraftig reduksjon av tolerabelt ukentlig inntak for disse stoffene [23].

Tabell 8 Gjennomsnittskonsentrasjoner og konsentrasjonsområde (min-maks verdier) av sum dioksiner (sum PCDD og PCDF), sum dl-PCB og sum totale toksikologiske ekvivalenter (sum TEQ) i fullfôr, fiskemel og fiskeolje i 2019. Summen er «upper bound», og gitt i ng TEQ/kg¹). Alle prøver var over LOQ for metoden. Øvre grenseverdier er gitt under de analyserte verdiene (ng TEQ/kg). [Mean concentration and the range (min-max concentration) of sum dioxins (PCDD and PCDF), sum dl-PCB and sum dioxins and dlPCB

(sum TEQ) in fish feed, fishmeal and fish oil in 2019. All samples were above the LOQ of the method. Sum is «upper bound» and in ng TEQ/kg. The maximum levels are given in the rows below the results (ng TEQ/kg).

Prøver	Sum PCDD/PCDF (ngTEQ/kg)	Sum dl-PCB (ngTEQ/kg) ²⁾	Sum TEQ (ngTEQ/kg) ³⁾
Fullfôr			
Snitt 2019 (n=93)	0.4	0.34	0.7
Min-Maks	0.3-0.6	0.05-1.30	0.3-1.8
Øvre grenseverdi fullfôr ¹⁾	1,75		5,5
Fiskemel			
Snitt 2019 (n=10)	0.4	0.5	0.9
Min-Maks	0.3-0.6	0.2-1.1	0.5-1.7
Øvre grenseverdi fiskemel ¹⁾	1,25		4,0
Fiskeoljer			
Snitt 2019 (n=11)	1.6	2.4	4
Min-Maks	0.9-3.2	0.4-5.1	1-8
Øvre grenseverdi fiskeolje ¹⁾	5,0		20,0

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

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

3. Summen av dioksiner og dl-PCB oppgis som sum totale toksikologiske ekvivalenter (sum TEQ) med WHO toksisitetsekvivalensfaktor fra 2005.

2.4.4 - Bromerte flammehemmere (PBDE, HBCD, TBBP-A)

Bromerte flammehemmere er betegnelsen på en gruppe organiske stoffer som er brannhemmende, og som anvendes i en rekke produkter, som elektriske artikler, tekstiler og bygningsmaterialer. Det er fem hovedklasser av (poly)bromerte flammehemmere: polybromerte difenyletere (PBDE), heksabromsyklododekan (HBCD) tetrabromobisfenol A (TBBP-A), polybromerte bifenyler (PBB) og andre bromerte flammehemmere [24]. I 2019 ble det analysert for sum PBDE7 i 93 fullfôr, 10 fiskemel og 11 fiskeoljer (Tabell 9 og 10). Det er ikke fastsatt grenseverdier for bromerte flammehemmere i fullfôr eller fôrmidler nasjonalt eller i EU.

Tabell 9 Gjennomsnittskonsentrasjoner og konsentrasjonsområde (min-maks verdier) av polybromerte flammehemmere, PBDE kongenere (µg/kg) i fullfôr, fiskemel og fiskeolje i 2019. Summen er «upper bound». [Mean concentration and range (min-max concentration) of PBDE (µg/kg) congeners in fish feed, fishmeal and fish oil in 2019. The sums are «upper bound»].

Prøver	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 PBDE7 (µg/kg)
Fullfôr								
Snitt 2019 (n=93)	0.02	0.25	0.065	0.05	0.04	0.03	< LOQ	0.47
Min-Maks	<0.004-0.04	<0.05-0.85	<0.007-0.250	<0.007-0.250	<0.007-0.220	<0.01-0.06	<0.02-0.06	0.09-1.70
Prøver over LOQ	76	92	87	81	79	16	0	93
Fiskemel								
Snitt 2019 (n=10)	0.012	0.22	0.06	0.05	0.04	0.02	< LOQ	0.4

Min-Maks	0.008-0.017	0.15-0.33	0.03-0.09	0.03-0.13	0.02-0.08	0.01-0.03	<0.016- <0.048	0.3-0.7
Prøver over LOQ	10	10	10	10	10	2	0	10
Fiskeolje								
Snitt 2019 (n=11)	0.15	2.4	1.1	0.3	0.43	0.12	< LOQ	4.1
Min-Maks	0.03-0.45	0.3-5.6	0.2-1.2	0.1-0.6	<0.062-0.88	<0.056-0.19	<0.056-<0.19	0.8-9.0
Prøver over LOQ	11	11	11	11	9	8	0	11

Det finnes 209 ulike kjemiske former (kongener) av PBDE, som skilles etter antallet og plasseringen av brom i ringstrukturen. Det oppgis her resultater for PBDE kongenerne 28, 47, 99, 100, 153, 154 og 183 og summen («upper bound») for PBDE7 (se Tabell 9). Snittverdien for PBDE7 var 0,47 µg/kg, med nivå fra 0,09 µg/kg til 1,70 µg/kg. Som også vist tidligere år, er det formen PBDE-47 som er den mest dominerende formen av sum PBDE7 i fullfôr. For fiskemel var snittverdien for sum PBDE7 0,4 µg/kg og med et konsentrasjonsområde på 0,3 µg/kg til 0,7 µg/kg. For fiskeoljer var nivåene noe høyere enn for fullfôr og fiskemel, dette gjenspeiler den fettløselige egenskapen til disse forbindelsene. Snittverdien for fiskeoljene analysert i 2019 var 4,1 µg/kg med nivå fra 0,8 µg/kg til 9,0 µg/kg. Også for fiskeolje og fiskemel er PBDE-47 den dominerende kongeneren.

I 2019 ble det analysert 93 fullfôr, 10 fiskemel, fire insektmel og 11 fiskeoljer for for TBBP-A og tre HBCD kongener (α, β og γ) (Tabell 10). Snittverdien for summen av de tre HBCD kongenerne var 0,12 µg/kg for fullfôr, 0,08 µg/kg for fiskemel, 2,0 for insektmel og 0,98 µg/kg for fiskeolje med maksverdier på henholdsvis 0,51 µg/kg, 0,17 µg/kg, 5,01 og 2,46 µg/kg. Den dominerende HBCD kongeneren i både fullfôr, fiskeolje og fiskemel var α-HBCD, som utgjør typisk mellom 50 og 95% av sum HBCD. I insektmel var γ-HBCD den dominerende kongeneren. I 2018 inneholdt ingen av prøvene TBBP-A i konsentrasjoner over LOQ, men i 2019 ble det funnet TBBP-A i både fullfôr og fiskemel med gjennomsnittskonsentrasjoner på hhv 0,63 og 0,21 µg/kg.

Tabell 10 Gjennomsnittskonsentrasjoner og konsentrasjonsområde (min-maks verdier) av HBCD kongenerne α, β og γ og TBBP-A (µg/kg) i fullfôr, fiskemel og fiskeolje i 2019. Summen er «upper bound». [Mean concentration and the range (min-max concentration) of HBCD congeners and TBBP-A (µg/kg) in fish feed, fishmeal and fish oil in 2019. The sums are “upper bound”].

Prøver	α-HBCD (µg/kg)	β-HBCD (µg/kg)	γ-HBCD (µg/kg)	Sum HBCD (µg/kg)	TBBP-A (µg/kg)
Fullfôr					
Snitt 2019 (n=93)	0.11	0.01	0.04	0.12	0.63
Min-Maks	<0.01-0.51	<0.006-0.016	<0.006-0.124	0.02-0.51	< 0.04-2.04
Prøver over LOQ	91	18	32	-	23
Fiskemel					
Snitt 2019 (n=10)	0.08	<LOQ	<LOQ	0.08	0.21
Min-Maks	0.02-0.17	<0.006	<0.006	0.02-0.17	<0.04-0.28
Prøver over LOQ	10	-	-	-	2
Insektmel					
Snitt 2019 (n=4)	0.155	0.133	1.71	2.00	<LOQ
Min-Maks	<0.007-0.378	<0.007-0.324	<0.007-4.30	<0.007-5.01	<0.04-0.05
Prøver over LOQ	3	3	3	-	1

Fiskeolje					
Snitt 2019 (n=11)	0.98	<LOQ	<LOQ	0.98	<LOQ
Min-Maks	<0.03-2.46	<0.07	<0.03	<0.03-2.46	<0.2
Prøver over LOQ	9	-	-	9	-

2.4.5 - Prosesskontaminanter (PAH og glycidol-estere)

I 2019 ble 40 fullfôr, 10 vegetabiliske fôrmidler og 9 vegetabiliske oljer analysert for 16 Polysykliske aromatiske hydrokarboner (PAH) forbindelser (Tabell 11). Til nå foreligger det ingen grenseverdier for PAH, verken for fullfôr eller fôrmidler. Sum PAH4 er summen av PAH-forbindelsene: benzo(a)pyren, benzo(a)antracen, chrysen og benzo(b)fluoranten. I motsetning til en del andre organiske miljøgifter, er vegetabiliske oljer sett på som en mer betydelig kilde for PAH enn fiskeoljer [25]. Dette kan skyldes at PAH ofte dannes ved høye temperaturer som f.eks. ved prosessering av vegetabiliske ingredienser. Det har også blitt vist at fiskeolje kan være en kilde til PAH [26], avhengig av hvor oljen kommer fra. PAH4 som blir overvåket er de såkalte «tunge PAH» som er mest potensielt giftig, mens under varmebehandling av vegetabiliske ingredienser blir ofte de lettere PAH dannet (f.eks fluoranten, naftalen, antracen, fenantren) disse er ikke inkludert i denne overvåkingen.

Tabell 11 Konsentrasjonsområde (min-maks verdier) for PAH forbindelser¹⁾ (µg/kg) i fullfôr, vegetabiliske fôrmidler og vegetabiliske oljer i 2019. Antall prøver over LOQ viser antall prøver som var over kvantifiseringsgrensen for den enkelte analytt. Sum PAH4 er «upper bound». [PAH concentration range (min-max, µg/kg) and number of samples over LOQ in fish feed, plant protein and plant oil in 2019].

PAH-forbindelser	Fullfôr (n=40)		Vegetabiliske fôrmidler (n=10)		Vegetabiliske oljer (n=9)	
	Min-maks (µg/kg)	Prøver over LOQ	Min-maks (µg/kg)	Prøver over LOQ	Min-maks (µg/kg)	Prøver over LOQ
Benzo(a)antracen	<0.3-1.1	34	<0.07-1.40	6	<0.5-3.7	8
Chrysen	<0.3-1.3	35	<0.07-1.60	6	<0.5-3.8	8
Benzo(b)fluoranten	<0.3-0.8	29	<0.07-0.70	3	<0.5-2.9	8
Benzo(a)pyren	<0.3-1.0	30	<0.07-1.10	3	<0.5-2.3	8
Benzo(k)fluoranten	<0.2-0.4	6	<0.07-0.40	3	<0.5-1.5	1
Benzo(j)fluoranten	<0.2-0.4	7	<0.07-0.40	3	<0.5-1.5	1
Benzo(c)fluoren	<0.2-<0.4	-	<0.07-0.20	1	<0.5-<0.8	-
Benzo(g,h,i)perylene	<0.3-1.0	28	<0.07-0.90	3	<0.5-2.2	8
Indeno(1,2,3-cd)pyren	<0.3-0.6	16	<0.07-0.50	3	<0.5-1.6	6
Cyclopenta(c,d)pyren	<0.2-1.7	25	<0.07-2.00	2	<0.5-2.5	6
Dibenzo(a,h)antracen	<0.2-<0.4	-	<0.07-0.09	1	<0.5-<0.8	-
Snitt Σ PAH4 ²⁾	2	-	1.1	-	6	-
(Min-maks)	1-4	-	0.3-5.0	-	2-13	-

1. Det ble i tillegg analysert for dibenzo(a,l)pyren, dibenzo(a,i)pyren, dibenzo(a,h)pyren, dibenzo(a,e)pyren og 5-metylchrysen. Ingen prøver inneholdt konsentrasjoner over LOQ.

2. Summen av benzo[a]pyren, benzo[a]antracen, chrysen og benzo[b]fluoranten, gitt som «upper bound».

Av fullfôrene undersøkt i 2019 inneholdt 85% av prøvene benzo(a)antracen og chrysen, og 75% av prøvene inneholdt

benzo(b)fluoranten og benzo(a)pyren over LOQ for metoden (Tabell 11). Sum PAH4 for fullfôrene analysert i 2019 var 2 µg/kg. Gjennomsnittsverdien for Sum PAH4 er på samme nivå som rapportert i de tre siste årene. Flere av fullfôrene undersøkt i 2019 hadde også nivåer av benzo(g,h,i)perylene (70%), cyclopenta(c,d)pyren (63%) og Indeno(1,2,3-c,d)pyren (40%) over LOQ-verdiene. Nivåene for disse forbindelsene ligger fra <0,2 til 1,7 µg/kg. PAH kan bli produsert ved varmetørking av oljebønner. De tyngre PAH forbindelser (benzo(a)pyren, benzo(a)antracen, chrysen, benzofluoranten) finner man vanligvis i lave konsentrasjoner i planteoljer sammenlignet med PAH forbindelsene som fluoranten, naftalen, antracen og fenantren [27].

Av vegetabiliske fôrmidler analysert i 2019 inneholdt 60% av prøvene benzo(a)antracen og chrysen, og 30% av prøvene inneholdt benzo(b)fluoranten og benzo(a)pyren over LOQ for metoden (Tabell 11). Snitt sum PAH4 for vegetabiliske fôrmidler var 1,1 µg/kg i 2019. I vegetabiliske oljer analysert i 2019 ble benzo(a)antracen, chrysen, benzofluoranten og benzo(a)pyren funnet med nivå over LOQ i 90% av prøver analysert, med nivå fra <0.5 til 3,8 µg/kg. Snitt sum PAH4 for vegetabiliske oljer var 6 µg/kg i 2019. De siste 5 årene har snittet for sum PAH4 variert mellom 8,8 og 3,5 µg/kg i vegetabiliske oljer.

Ved prosessering av planteoljer med høy temperatur kan andre prosesskontaminanter som glycidol, 2-MCDP og 3-MCDP også oppstå. Disse stoffene kan finnes i ulike matvarer og har grenseverdier for glycidol og 3-MCDP i mat til humant konsum, der f.eks. grenseverdien for glycidol i vegetabilisk olje til human konsum/matprodukter er 1000 µg/kg (EC 1881/2006). Lite data er tilgjengelig for innhold av disse prosesskontaminantene i fôrblandinger og fôrmidler. I 2019 ble 20 fullfôrprøver og 9 vegetabiliske oljer analysert for glycidol, 2-MCDP og 3-MCDP. Alle fôrprøvene hadde kvantifiserbare konsentrasjoner av glycidol med en snittkonsentrasjon på 15 µg/kg og en variasjon fra 3-26 µg/kg. For 3-MCDP var 14 av prøvene over LOQ med en snittkonsentrasjon på 22 µg/kg og en variasjon fra <10-52 µg/kg.

Tabell 12 Gjennomsnittskonsentrasjoner og konsentrasjonsområde (min-maks verdier) for glycidol, 2-MCDP og 3-MCDP i fullfôr og vegetabiliske oljer i 2019. Summen er «upper bound». [Mean concentration and the range (min-max concentration) of glycidol, 2-MCDP og 3-MCDP (µg/kg) in fish feed and vegetable oil in 2019. The sums are “upper bound”].

Prøver	Glycidol (µg/kg)	Sum 2-MCPD (µg/kg)	Sum 3-MCPD (µg/kg)
Fullfôr			
Snitt 2019 (n=20)	15	< LOQ	22
Min-Maks	3-26	<10-15	<10-52
Prøver over LOQ	20	1	14
Vegetabiliske oljer			
Snitt 2019 (n=9)	< LOD	< LOQ	< LOQ
Min-Maks	-	<100	<100
Prøver over LOQ	-	0	0

2.4.6 - Perfluorerte forbindelser (PFAS)

Perfluorerte forbindelser (PFAS), slik som perfluorooktansulfonate (PFOS) og perfluorooktansyre (PFOA), er en gruppe forbindelser som inneholder flere fluor-atomer. Forbindelsene har blitt brukt i både industrielle sammenhenger og i produkter som f.eks. som impregneringsmidler for tøy og tepper, oljebestandige middel til matpapir, brannskum og i gruve- og olje-utvinning og som overflatemiddel. PFAS har fått økende oppmerksomhet som uønskede forbindelser i mat og har vært inkludert i fôrovervåkingen siden 2017, men ingen av prøvene undersøkt i 2017 og 2018 inneholdt konsentrasjoner over LOQ. EFSA har publisert en risikovurdering av PFAS i forhold til folkehelse [28]. I den første av to risikovurderinger ble det konkludert med at et flertall av populasjonen har en høyere eksponering av PFOS og PFOA enn de foreslåtte TWI. Videre arbeid med PFAS er forsinket pga COVID-19 tiltakene våren 2020. Det er lite kunnskap om utbredelsen av PFAS i fôr og i fôrråvarer, og EFSA etterspør data på disse forbindelser i mat. I 2019 økte antall

analytter i analysemetoden fra 14 til 18 forbindelser, og 40 fôrprøver, fire insektsmel og 10 fiskemel ble analysert. Ingen av fôrprøvene eller insektsmelene inneholdt konsentrasjoner over LOQ, men én prøve av fiskemel hadde målbare konsentrasjoner av PFOS, PFNA og PFDA (hhv 5, 0,8 og 0,4 ng/g) og én prøve hadde målbar konsentrasjon av PFOA (1,6 ng/g).

2.5 - Uønskede stoffer, uorganiske

Mineraler og tungmetaller er beskrevet to steder i denne rapporten. De som blir omtalt i den første delen er de grunnstoffene som primært er uønsket, som omfatter bl.a. arsen og tungmetallene kadmium, kvikksølv og bly. For noen metaller og mineraler er det viktig å kunne dokumentere hvilke kjemiske former grunnstoffet foreligger i. I 2019 ble 93 fullfôr, 10 fiskemel, 4 insektsmel, 10 vegetabiliske fôrmiddel og 8 mineralpremikser analysert for totalt innhold av arsen, kadmium, kvikksølv og bly. I tillegg ble uorganisk arsen og metylkvikksølv analysert i 20 av fôrprøvene (Tabell 13), disse formene regnes som de mest toksiske kjemiske formene av arsen og kvikksølv. I EU og Norge er det grenseverdier arsen og tungmetaller i fôr og fôrmidler [1]

Resultatene for arsen i fullfôr viste et snitt på 2,1 mg/kg, med konsentrasjoner fra 0,9 til 4,8 mg/kg. For uorganisk arsen var gjennomsnittsverdien 0,06 mg/kg med en variasjon fra 0,02 til 0,11. Dette er under den fastsatte øvre grenseverdien for total arsen på 10 mg/kg og på 2 mg/kg for uorganisk arsen. I fiskemel var snittinnholdet av arsen på 7 mg/kg, med en variasjon fra 4 til 9 mg/kg. Den øvre grenseverdien for arsen i fiskemel er 25 mg/kg, og nivåene er dermed under denne grensen. Vegetabiliske fôrmidler og mineralpremiksene inneholdt relativt lave nivå av arsen med gjennomsnittskonsentrasjoner på hhv ~0,02 mg/kg og 0,3 mg/kg i prøvene analysert i 2019. Insektsmel hadde et snittinnhold på 0,2 mg/kg, med en variasjon fra 0,04 til 0,71 mg/kg. Forskning har vist at insekter kan akkumulere og overskride grenseverdien på As hvis de inntar As rike substrat som f.eks. tang [29].

Tabell 13 Gjennomsnittskonsentrasjoner og konsentrasjonsområde (min-maks verdier) av arsen, uorganisk arsen kadmium, kvikksølv, metylkvikksølv og bly i fullfôr, fiskemel, insektsmel, vegetabiliske fôrmiddel og mineralpremikser i 2019 (mg/kg). Øvre grenseverdier er gitt under de analyserte verdiene (mg/kg). [Mean concentration and the range (min-max concentration) of total arsenic, inorganic arsenic, cadmium, total mercury, methyl mercury and lead in fish feed, fish meal, insect meal, plant protein and mineral premixes in 2019 (mg/kg). The maximum levels are given in the rows below the results (mg/kg)]

Prøver	Arsen (mg/kg)	Uorganisk As (mg/kg)	Kadmium (mg/kg)	Kvikksølv (mg/kg)	Metylkvikksølv (mg/kg)	Bly (mg/kg)
Fullfôr						
Snitt 2019 (n=93)	2.1	0.06 ¹⁾	0.14	0.02	0.017 ¹⁾	0.05
Min-Maks	0.9-4.8	0.02-0.11	0.04-0.34	<0.01-0.07	<0.003-0.043	<0.02-0.12
Grenseverdi	10	2	1	0.2		5
Prøver over LOQ	93	20	93	74	18	69
Fiskemel						
Snitt 2019 (n=10)	7		0.2	0.11		0.06
Min-Maks	4-9		0.1-0.4	0.06-0.18		<0.02-0.11
Grenseverdi	25		2	0.5		10
Prøver over LOQ	10		10	10		8
Insektsmel						
Snitt 2019 (n=4)	0.2		0.5	0.008		0.12
Min-Maks	0.04-0.71		0.3-0.6	<0.005-0.011		0.07-0.15

Grenseverdi	2		2	0.1		10
Prøver over LOQ	4		4	3		4
Vegetabilske fôrmiddel						
Snitt 2019 (n=10)	0.018		0.016	<LOQ		0.03
Min-Maks	<0.009-0.034		0.007-0.049	<0.004		0.02-0.05
Grenseverdi	2		1	0.1		10
Prøver over LOQ	8		10	0		6
Mineralpremikser						
Snitt 2019 (n=8)	0.3		0.96	0.08		2.6
Min-Maks	0.2-0.5		0.08-1.9	<0.05-0.09		0.3-5.1
Grenseverdi	-		15	-		200
Prøver over LOQ	8		8	2		8

1. N=20.

Resultatene for kadmium viste et gjennomsnitt på 0,14 mg/kg fullfôr, med nivåer fra 0,04 mg/kg til 0,34 mg/kg. Grenseverdien for kadmium i fullfôr til fisk er på 1 mg/kg og ingen av prøvene oversteg denne grenseverdien. I fiskemel var snittet for kadmium på 0,2 mg/kg, med nivåer fra 0,1 til 0,4 mg/kg. I insektsmel var snittverdien 0,5 mg/kg med nivåer fra 0,3 til 0,6 mg/kg. For de vegetabilske fôrmidlene var snittverdien for kadmium på ~0,02 mg/kg med nivåer fra 0,007 til 0,04 mg/kg. I 2019 var snittverdien var 0,96 mg/kg med nivåer fra 0,08 til 1,9 mg/kg. Dette er under den øvre grenseverdien for kadmium i premikser som er på 15 mg/kg. Mineralpremikser og insektsmel ser ut til å være de største bidragsyterne av kadmium til fullfôr, men ingen prøver viste overskridelser av grenseverdier.

Analyser av kvikksølv i 2019 viste at fullfôr inneholdt konsentrasjoner fra under LOQ (<0,01 mg/kg) til 0,07 mg/kg med en gjennomsnittsverdi på 0,02 mg/kg fullfôr. Ingen av fullfôrene oversteg den øvre grenseverdien på 0,2 mg/kg. For metylkvikksølv var snittverdien 0,017 mg/kg. Andelen av metylkvikksølv ift totalinnholdet av kvikksølv i hver enkeltprøve var gjennomsnittlig 77% metylkvikksølv. Fiskemel hadde et gjennomsnitt på 0,11 mg/kg og varierte fra 0,06 til 0,18 mg/kg. Den øvre grenseverdien for kvikksølv i fiskemel er på 0,5 mg/kg. Insektsmel og vegetabilske fôrmidler inneholdt lite kvikksølv med et gjennomsnitt på 0,008 mg/kg for insektsmel og ingen observasjoner over LOQ for vegetabilske fôrmidler. I mineralpremiksene var to prøver over LOQ med en snittverdi på 0,08 mg/kg.

Analyser av bly i 2019 viste at fullfôr hadde en gjennomsnittskonsentrasjon på 0,05 mg/kg, med variasjon fra under LOQ (<0,02 mg/kg) til 0,12 mg/kg. Dette er under øvre grenseverdi for bly i fullfôr som er 5 mg/kg. Fiskemel nivåer av bly med en snittkonsentrasjon på 0,06 mg/kg, med den minste konsentrasjon under LOQ og den høyeste konsentrasjon på 0,11 mg/kg. Vegetabilske fôrmiddel hadde et snitt av bly på 0,03 mg/kg med et konsentrasjonsområde på <0,02 mg/kg til 0,06 mg/kg. Dette er under grenseverdien på 10 mg/kg. I insektsmel var konsentrasjonen noe høyere med en gjennomsnittsverdi på 0,12 mg/kg og en variasjon fra 0,07 til 0,15 mg/kg. I mineralpremiksene undersøkt i 2019 ble det funnet en snittkonsentrasjon for bly på 2,6 mg/kg med et konsentrasjonsområde fra 0,3 mg/kg til 5,1 mg/kg. Alle premiksene var under øvre grenseverdien som er 200 mg/kg for bly i mineralpremikser.

2.6 - Tilsetningsstoff

Tilsetningsstoffer er gruppert i kategorier og funksjonelle grupper, der antioksidanter, mineraler og vitaminer og fargestoffer er aktuelle funksjonelle grupper. For noen tilsetningsstoffer, for eksempel vitaminer og mineraler vil det være bidrag fra fôrmidlene. Det er etablert grenseverdier for største tillatte innhold for visse tilsetningsstoffer.

Regelverket [4] om tilsetningsstoffer slår ikke inn med mindre stoffet er tilsatt. Det er analytiske utfordringer med å skille mellom det som er tilsatt og det som er naturlig form av i fullfôrene.

2.6.1 - Antioksidanter

I Norge og EU er det tillatt å bruke flere syntetiske antioksidanter i fiskefôr, blant annet propylgallat, oktylgallat, butylhydroksyanisol (BHA), butylhydroksytoluen (BHT), ethoxyquin (EQ), askorbinsyre (vitamin C) og tokoferol (vitamin E). Syntetiske antioksidanter blir tilsatt både i fôrråstoff og i fullfôr for å unngå harskning og for å forbedre holdbarheten av fullfôr og fôrmidler. I 2019 ble det analysert 93 fullfôr, 10 fiskemel og 10 vegetabiliske fôrmidler for én eller flere av følgende syntetiske antioksidantene; BHA, BHT og EQ og ethoxyquin dimer (EQDM) (Tabell 13). I 2019 ble det også analysert fullfôr (n=93) og fiskemel (n=10) for antioksidanten propylgallat.

EQ, BHT & BHA

Ethoxyquin (EQ) er en syntetisk antioksidant som blir benyttet i fiskemel, og som spesielt blir benyttet dersom det skal transporteres med båt (www.unece.org) [38]. Det er den internasjonale maritime organisasjonen IMO som har satt et krav om at antioksidanter må tilsettes før transport med båt for å beskytte mot oksidasjon, og forhindre selvantennelse og i verste fall eksplosjon under transport. I EU var EQ autorisert til bruk som et tilsetningsstoff i fôr til alle dyr (oppdrett). Denne autorisasjonen ble trukket tilbake (suspendert) [30], og EQ skal fases ut som tilsetningsstoff innen 2020. Innen utfasingen er fullført gjelder de etablerte grenseverdiene for syntetiske antioksidanter der summen av EQ, butylhydroksytoluen (BHT) og butylhydroksyanisol (BHA) skal være under 150 mg/kg fôr. Hovedsakelig har EQ vært benyttet i fiskemel og andre marine mel, mens BHT blir benyttet i marine oljer. BHA blir derimot i liten grad brukt i fiskefôr. Fôr kan også tilsettes andre antioksidanter for å forhindre harskning, og det endelige fullfôret får da en blanding av ulike antioksidanter.

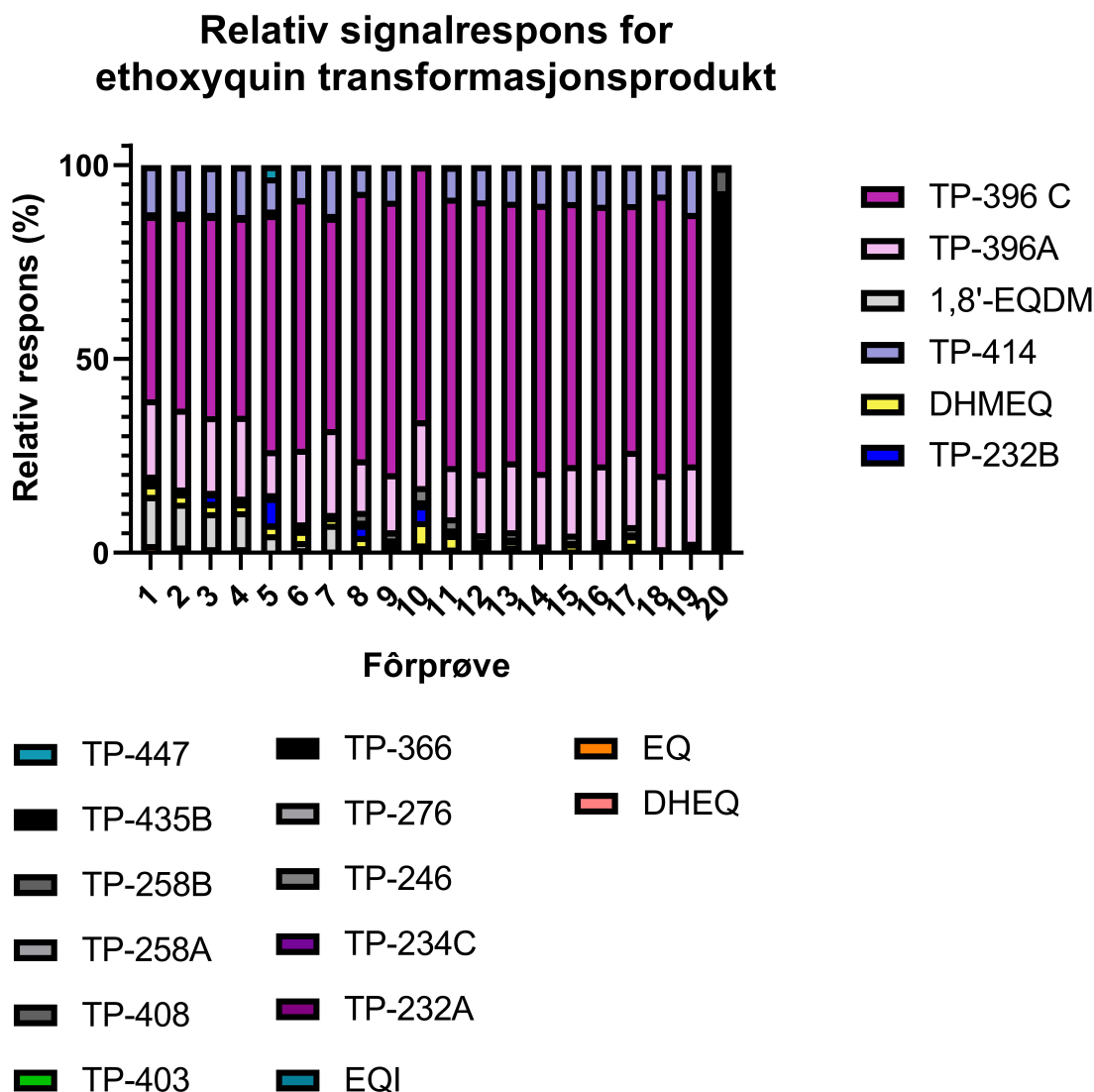
I 2019 ble det analysert 93 fullfôr for de tre syntetiske antioksidantene EQ, BHT og BHA. Som i tidligere år gir vi data på sum antioksidanter som er summen av BHA, BHT og EQ («upper bound»). Konsentrasjonen av EQ i fullfôr varierte fra <0,009 mg/kg til 7 mg/kg, med en snittverdi på 0,6 mg/kg i 2019 (Tabell 14). Konsentrasjonene av EQ i 2019 var betydelig lavere enn resultatene for fullfôr i 2016, 2017 og 2018, der gjennomsnittskonsentrasjonene var hhv 11,6, 6,7 og 8,4 mg/kg. Det samme bildet kan man se for fiskemel, gjennomsnittskonsentrasjonen i 2018 var 32,6 mg/kg mens i 2019 var den redusert til 0,18 mg/kg. EQ var over LOQ for de fleste fôr i både 2018 og 2019 (hhv 97% og 91%). Resultatene viser at EQ fremdeles er tilstede i de fleste fullfôr, men at konsentrasjonene av EQ i fullfôr minker. Konsentrasjonen av BHT i fullfôr varierte fra 3 mg/kg til 38,0 mg/kg, med en snittverdi på 14,0 mg/kg i 2019. Resultatene er på samme nivå som resultatene viste for fullfôr analysert i 2017 og 2018, med snittverdier av BHT på henholdsvis 14,8 og 14,0 mg/kg. I 2019 var gjennomsnittskonsentrasjonene for BHA i fullfôr på 8,0 mg/kg, med konsentrasjoner fra 6 til 41 mg/kg. Dette var også et relativt likt nivå som i 2017 og 2018, med snittverdier av BHA på henholdsvis 7,4 og 7,6 mg/kg. Konsentrasjonen av sum antioksidanter i fullfôr varierte fra 4 til 62 mg/kg, med et gjennomsnitt på 22 mg/kg i 2019 (Tabell 13). Det var ingen fullfôr som var over grenseverdien på 150 mg/kg. I 2019 ble det analysert 93 fullfôr for propylgallat. Av disse prøvene var alle under metodens LOQ (<10 mg/kg) utenom to prøver med konsentrasjoner på 10,1 and 10,3 mg/kg. Den høyeste tillatte innholdet av propylgallat i fullfôr er 100 mg/kg. Fiskemel ble også analysert for propylgallat, men ingen av de 10 undersøkte fiskemelene hadde konsentrasjoner av propylgallat over LOQ. Resultatene for antioksidanter kan tyde på at konsentrasjonen av EQ minsker i fullfôr, men at dette ikke kompenseres for gjennom økte konsentrasjoner av BHT, BHA eller propylgallat. I vegetabiliske fôringredienser var én prøve over LOQ for EQ, på lik linje med i 2018.

Tabell 14 Gjennomsnittskonsentrasjoner og konsentrasjonsområde (min-maks verdier) av ethoxyquin (EQ), butylhydroksyanisol (BHA) og butylhydroksytoluen (BHT) (mg/kg) i fullfôr, fiskemel og vegetabiliske fôrmiddel i 2019. Det høyeste tillatte innhold av EQ, BHA og BHT, alene eller for sum antioksidanter (EQ + BHA +BHT) er 150 mg/kg. Sum er gitt som «upper bound» LOQ. [Concentration of ethoxyquin (EQ), butylated hydroxyanisole (BHA) and butylated hydroxytoluene (BHT) (mg/kg) analysed in fish feed, fishmeal, fish oil and plant protein in 2019. Mean values are given with minimum and maximum values. The maximum content for EQ + BHA + BHT in feed, alone or combined is 150 mg/kg].

Prøver	EQ (mg/kg)	EQDM (mg/kg)	BHA (mg/kg)	BHT (mg/kg)	Sum Antioksidanter (mg/kg)
Fullfôr					
Snitt 2019 (n=93)	0.6	0.66	8	14	22
Min-Maks	<0.009-7	<0.07-1.90	6-41	3-38	4-62
Prøver over LOQ	85	13	84	93	-
Fiskemel					
Snitt 2019 (n=10)	0.18	< LOQ	n.a.	n.a.	0.124 2)
Min-Maks	<0.009-0.680	-	-	-	<0.009-0.680
Prøver over LOQ	7	0	-	-	
Vegetabiliske fôrmidler					
Snitt 2019 (n=10)	< LOQ	< LOQ	n.a.	n.a.	n.a.
Min-Maks	<0.009-0.010	-	-	-	-
Prøver over LOQ	1	0	-	-	-

n.a. = ikke analysert (not analysed).

EQ kan omdannes til en rekke transformasjonsprodukter. I fôr kan EQ omdannes til mer enn 16 ulike produkter [31]. Den mest kjente produktet er EQ dimer (1,82-EQDM) som er vanligvis den mest dominerende av transformasjonsproduktene dannet av EQ i fiskefôr [32]. Produktet har også blitt målt i fiskefilet [33]. En nylig studie viste at minst 24 ulike transformasjonsprodukter av EQ blir dannet i laksefilet når oppdrettslaks ble gitt fiskefôr som inneholdt EQ [34]. Studien viste videre at EQDM var den mest dominerende formen i fileten. EQDM omfattes ikke av regelverket. I 2019 ble det likevel analysert for EQDM i 93 fullfôr, 10 fiskemel og 10 vegetabiliske fôrmidler. Konsentrasjonene var fra <0,07 til 1,9 mg/kg, med en gjennomsnittverdi på 0,66 mg/kg. I tillegg ble 20 fôrprøver screenet for andre transformasjonsprodukt av EQ (UHPLC-TWIMS-QTOFMS, [34]) etter 6-12 måneder lagring på -20 °C etter at de var analysert for EQ og EQDM. Prøvene som ble valgt hadde EQ konsentrasjoner fra 7 – 0,7 mg EQ/kg rangert fra høyest til lavest i Figur 2. Resultatene indikerer derfor hvilke EQ transformasjonsprodukt som kan oppstå etter lang tids lagring. Resultatene er vist som relativ signalrespons, det vil si hvor stor andel hvert transformasjonsprodukt utgjør av den totale signalresponsen til alle EQ transformasjonsprodukt i hver enkelt prøve. Totalt ble 19 ulike transformasjonsprodukt påvist i de 20 prøvene og EQ utgjorde mellom 0-2% av den totale signalresponsen i de fleste prøvene, mens EQDM utgjorde mellom 0-13%. Selv om relativ signalrespons skal tolkes med forsiktighet tyder resultatene på at mange ulike transformasjonsprodukter av EQ kan være til stede i fôr selv om det er lave eller ikke-påvisbare konsentrasjoner av EQ eller EQDM i prøven.



Figur 2. Transformasjonsprodukt av ethoxyquin (EQ) i prøver av fiskefôr med EQ konsentrasjoner mellom 7 og 0.7 mg/kg (rangert fra høyest; 1 til lavest; 20). EQ- ethoxyquin, 1,8 EQDM- ethoxyquin dimer, DHEQ-dihydro ethoxyquin, EQI-ethoxyquin quinone imine, DHMEQ-dehydromethylethoxyquin, TP-transformasjonsprodukt. [*Transformation products of ethoxyquin (EQ) in fish feed samples with EQ concentrations ranging from 7 – 0,7 mg/kg (from highest; 1 to lowest; 20). EQ- ethoxyquin, 1,8 EQDM- ethoxyquin dimer, DHEQ-dihydro ethoxyquin, EQI-ethoxyquin quinone imine, DHMEQ-dehydromethylethoxyquin, TP-transformation product*].

2.6.2 - Mineraler

I 2019 ble 93 fullfôr, 10 fiskemel, fire insektmel, 10 vegetabiliske fôrmidler og 8 mineralpremikser analysert for de essensielle mineralene jern, sink, kobber, mangan, kobolt, molybden og selen.

Jern (Fe)

I fiskefôr blir jern tilsatt gjennom mineralpremikser, men fôringrediensene inneholder også mye jern. Konsentrasjonene av jern i fullfôr varierte fra 58 til 260 mg/kg med en gjennomsnittsverdi på 158 mg/kg. Ingen av fullfôrene var over grenseverdien på 750 mg/kg (Tabell 15). I 2019 ble også 10 fiskemel analysert for jern. Konsentrasjonene i fiskemel

varierte fra 100 til 380 mg/kg, med et gjennomsnitt på 163 mg/kg. De fire insektsmelene hadde en variasjon fra 190-380 mg/kg med en snittkonsentrasjon på 263 mg/kg. De vegetabiliske fôrmidlene varierte i konsentrasjoner fra 38 til 210 mg/kg med et gjennomsnitt på 137 mg/kg. I mineralpremiksene var gjennomsnittverdien for på 19 506 mg/kg med variasjon fra 510 til 41 000 mg/kg.

Tabell 15 Gjennomsnittskonsentrasjoner og konsentrasjonsområde (min-maks verdier) av jern, sink, mangan, kobber, kobolt, molybden og selen i fullfôr, insektsmel, vegetabiliske fôrmidler og premikser i 2019. Det høyeste tillate innhold er gitt under de analyserte verdiene og er gitt i mg/kg¹. [Concentrations of Fe, Zn, Mn, Cu, Co, Mo and Se (mg/kg) in fish feed, insect meal, plant based feed ingredients and premixes in 2019. Mean values are given with minimum and maximum values. The maximum content for each element is given below the analyzed values in mg/kg].

Prøver	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							
Snitt 2019 (n=93)	158	172	10	45	0.14	1.9	0.6
Min-Maks	58-260	110-300	4-17	16-74	0.06-0.46	0.5-3.7	0.3-1.5
Prøver over LOQ	93	93	93	93	93	93	93
Grenseverdi	750	180	25	100	1	2.5	0.5
Fiskemel							
Snitt 2019 (n=10)	163	84	3.3	8	0.05	0.21	2.4
Min-Maks	100-380	60-120	2.8-3.7	5-15	0.03-0.08	<0.09-0.35	1.7-3.2
Prøver over LOQ	10	10	10	10	10	6	10
Insektsmel							
Snitt 2019 (n=4)	263	153	14	368	0.04	0.7	0.2
Min-Maks	190-380	150-160	11-17	250-430	0.03-0.07	0.6-1.0	0.1-0.4
Prøver over LOQ	4	4	4	4	4	4	4
Vegetabiliske fôrmiddel							
Snitt 2019 (n=10)	137	51	9	27	0.13	5.8	0.40
Min-Maks	38-210	14-85	3-14	5-41	<0.02-0.29	0.5-14.0	<0.009-1.40
Prøver over LOQ	10	10	10	10	8	10	10
Mineral- premikser							
Snitt 2019 (n=8)	19 506	72 725	3 180	20 525	16	< LOQ	9.8
Min-Maks	510-41 000	800-120 000	23-6 500	1 300-46 000	2-41	<0.9-1.7	0.2-63.0
Prøver over LOQ	8	8	8	8	8	1	8

1. Grenseverdien gjelder for summen av det naturlig forekommende og tilsatt mengde i fôrvaren, men bare hvis stoffet er tilsatt. Forskrift om merking og omsetning og Forskrift om tilsetningsstoffer til bruk i fôrvarer [7].

Sink (Zn)

På samme måte som for jern er sink naturlig tilstede i fôringrediensene. Det blir også tilsatt sink i forholdsvis store mengder via mineralpremiksen. Resultatene for sink i fullfôr i 2019 viser at konsentrasjonene varierte fra 110 mg/kg til

300 mg/kg, med en gjennomsnittsverdi på 172 mg/kg. I EU og Norge ble grensen for høyeste tillatte innhold for sink nedjustert fra 200 til 180 mg/kg i 2016. Det var 23 fullfôr som oversteg grenseverdien for sink i 2019. I fiskemel varierte nivåene av sink fra 60 til 120 mg/kg, med et gjennomsnitt på 84 mg/kg. I insektsmel varierte nivåene mellom 150-160 mg/kg med en snittverdi på 153 mg/kg. De vegetabiliske fôrmidlene analysert i 2019 hadde en gjennomsnittsverdi på 51 mg/kg med nivå fra 14 mg/kg til 85 mg/kg. Premikser analysert for sink i 2019 hadde en snittkonsentrasjon på 72 725 mg/kg med konsentrasjoner fra 800 til 120 000 mg/kg.

Kobber (Cu)

Analysene av kobber i fullfôr viste en snittverdi på 10 mg/kg med et konsentrasjonsområde fra 4 til 17 mg/kg. Ingen fôr oversteg grenseverdien på 25 mg/kg. I fiskemel analysert i 2019 varierte nivåene av kobber fra 2,8 til 3,7 mg/kg, med et gjennomsnitt på 3,3 mg/kg. I insektsmel varierte nivåene mellom 11 til 17 mg/kg med en snittverdi på 14 mg/kg. I de vegetabiliske fôrmidlene varierte kobberkonsentrasjonen fra 3 til 14 mg/kg med et gjennomsnitt på 9 mg/kg. I 2019 varierte innholdet av kobber i mineralpremikser mellom 23 og 6 500 mg/kg, med en snittkonsentrasjon på 3 180 mg/kg.

Mangan (Mn)

Manganinnholdet i fullfôrene analysert i 2019 varierte fra 16 til 74 mg/kg, og med en gjennomsnittsverdi på 45 mg/kg. Alle fôrene undersøkt var under det høyeste tillatte innhold som er på 100 mg/kg. Manganinnholdet i fiskemel varierte fra 5 til 15 mg/kg, med et gjennomsnittsnivå på 8 mg/kg. I insektsmel var snittkonsentrasjonen 368 mg/kg med en variasjon fra 250 til 430 mg/kg, noe som gjør insektsmel til en rik kilde for mangan. I de vegetabiliske fôrmidlene varierte manganinnholdet fra 5 til 41 mg/kg med en gjennomsnittsverdi på 27 mg/kg. I mineralpremiksene var nivåer av mangan fra 300 til 46 000 mg/kg, med et gjennomsnittsnivå på 25 525 mg/kg.

Kobolt (Co)

Kobolt er en essensiell bestanddel i vitaminet B12 (kobalamin). Det foreligger fremdeles lite behovsdata for kobolt hos fisk. Analyser utført i 2019 viste at fullfôr inneholdt nivåer av kobolt fra 0,06 til 0,46 mg/kg med en gjennomsnittsverdi på 0,14 mg/kg. Alle fôrene var under det høyeste tillatte innhold på 1 mg/kg, som gjelder hvis kobolt tilsettes. Insektsmel hadde en snittverdi på 0,05 mg/kg med en variasjon fra 0,03 til 0,07 mg/kg. Fiskemel hadde generelt lave nivåer av kobolt, med nivåer fra 0,03 til 0,08 mg/kg, og et gjennomsnittsnivå på 0,05 mg/kg. Koboltkonsentrasjonen i vegetabiliske fôrmidler var generelt høyere enn i fiske- og insektsmel med en snittverdi på 0,13 mg/kg. I mineralpremiksene var nivåene av kobolt fra 2 til 41 mg/kg, med et gjennomsnittsnivå på 16 mg/kg.

Molybden (Mo)

Molybdeninnholdet i fullfôr varierte fra 0,5 til 3,7 mg/kg med en gjennomsnittsverdi på 1,9 mg/kg. Det høyeste tillatte innhold for molybden er på 2,5 mg/kg, og ni av fôrene oversteg denne verdien. Fiskemel hadde nivåer av molybden fra LOQ til 0,35 mg/kg, og med et gjennomsnittsnivå på 0,21 mg/kg. Insektsmel inneholdt i gjennomsnitt 0,7 mg/kg med en variasjon fra 0,6-1,0 mg/kg. De vegetabiliske fôrmidlene inneholdt i gjennomsnitt 5,8 mg/kg, med nivåer fra 0,5 til 14,0 mg/kg. Mineralpremiksene hadde bare én av prøvene over LOQ, denne var på 1,7 mg/kg.

Selen (Se)

Resultater fra 2019 viser at fullfôr inneholdt selen fra 0,3 til 1,5 mg/kg med en gjennomsnittsverdi på 0,6 mg/kg. Det er fastsatt en øvre grenseverdi for selen på 0,5 mg/kg i fullfôr. Flere av prøvene (45 av 93 prøver) hadde høyere konsentrasjon enn det høyeste tillatte innhold, som gjelder om selen er tilsatt fullfôret. Fiskemel er den viktigste kilden til selen i fôret, resultatene viser at konsentrasjonene av selen i fiskemel varierer fra 1,7 til 3,2 mg/kg, med et gjennomsnitt på 2,4 mg/kg. I insektsmel var snittkonsentrasjonen 0,2 mg/kg med en variasjon fra 0,1 til 0,4 mg/kg. I de vegetabiliske fôrmidlene undersøkt i 2019 var gjennomsnittsverdien for selen på 0,4 mg/kg med et konsentrasjonsområde fra <0,01-1,40 mg/kg.

Resultater fra mineralpremiksene viste nivåer av selen fra 0,2 til 63 mg/kg, og gjennomsnittskonsentrasjonen av selen i

premikser var på 9,8 mg/kg. Dette samsvarer også med resultatene for 2016 - 2018, og viser at selen generelt inngår i premikser.

I 2019 var det flere fullfôr som hadde innhold av mineralene sink, selen og molybden over det høyeste tillatte innhold. Regelverket om tilsetningsstoffer slår bare inn når stoffet er tilsatt [4]. Med unntak av molybden tyder resultater fra 2019 og tidligere år på at disse mineralene blir tilsatt til fullfôr gjennom premikser. For noen mineraler, som for eksempel selen, er det mulig å bestemme ulike kjemiske former tilstede i fiskefôret [35]. Det er likevel ikke mulig å bestemme med dagens analyser om mineraler er tilsatt eller om bidraget kommer fra fôrmidlene når den kjemiske formen som tilsettes er lik den som er naturlig tilstede i fôrmidlene.

2.6.3 - Fluor

I 2019 ble det analysert 20 fullfôr og 10 fiskemel for fluor. Fluor regnes ikke som et essensielt element for fisk, men enkelte marine fôringredienser kan inneholde høye konsentrasjoner. Gjennomsnittskonsentrasjonen for fullfôr var 46 mg/kg med variasjon fra 24 til 130 mg/kg. For fiskemel var snittkonsentrasjonen 44 mg/kg med en variasjon fra 12 til 160 mg/kg. For fluor er det en øvre grenseverdi på 150 mg/kg i fullfôr, mens for fôrmidler av animalsk opprinnelse er grenseverdien 500 mg/kg. Det var ingen av de undersøkte prøvene i 2019 som var over disse grenseverdiene.

2.7 - Vitaminer

2.7.1 - Vitamin D₃

Vitamin D er et essensielt vitamin for fisk som er tillatt å tilsette i fullfôr. Grenseverdien for vitamin D₃ i fullfôr var på 0,075 mg/kg (3000 I.E./kg) men ble endret til 1,5 mg/kg (60 000 I.E./kg) for salmonider i 2019 (EC 2019/849). I 2019 ble 93 fullfôr og 10 vitaminpremikser analysert for vitamin D₃. Snittverdien for vitamin D₃ i fullfôr var 0,12 mg/kg med et konsentrasjonsområde fra 0,02 til 0,49 mg/kg. Flertallet av de analyserte fôrene i 2018 (67 av 76 prøver) hadde et høyere innhold av vitamin D₃ enn den øvre grenseverdien, men med innføring av ny grenseverdi for salmonider er alle de undersøkte fullfôrene i 2019 innenfor grenseverdien. Snittverdien for vitamin D₃ i vitaminpremikser var på 24 mg/kg med variasjon fra <LOQ (0,01 mg/kg) til 34 mg/kg.

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

Vitamin E er et essensielt vitamin for fisk og er tillatt å tilsette i fullfôr. Vitaminet tilsettes i stabile former, f.eks. som α -tocopheryl acetat, som er beskyttet mot oksidasjon under produksjon og lagring av fôret. Vitamin E er et samlebegrep for to grupper av fettløselige forbindelser, tokoferolene (α , β , γ , δ) og tokotrienolene (α , β , γ , δ). I 2019 ble 93 fullfôr og 10 fiskemel analysert for 8 ulike isomere former av vitamin E. Det rapporteres her α -tokoferol, γ -tokoferol og sum tokotrienoler («upper bound» av fire isomere former) siden disse utgjør den største andelen i et fullfôr. Snittverdien for α -tokoferol var på 281 mg/kg, og med variasjon fra 142 mg/kg til 480 mg/kg (Tabell 16). Det er ingen øvre grenseverdi for vitamin E i fullfôr. Minimumsbehovet for vitamin E hos Atlantisk laks er satt til 60 mg α -tokoferyl acetate per kg tørrfôr ved startfôring [36], men avhengig av andre komponenter i fôret og oppdrettsbetingelsene, samt at immunforsvaret stimuleres ved høyt inntak av vitamin E kan behovet være opp mot 150 mg/kg [37]. Snittverdien på γ -tokoferol, som i hovedsak kan tilskrives naturlig innhold fra planteoljer var 75 mg/kg med variasjon fra 11 mg/kg til 123 mg/kg, mens snittverdien for sum tokotrienoler var 18 mg/kg med nivåer fra 3 mg/kg til 48 mg/kg. Gjennomsnittsnivåene av α -tokoferol, γ -tokoferol og sum tokotrienoler er noe lavere sammenlignet med fullfôrene undersøkt i 2018.

Tabell 16 Innhold av vitamin E i fullfôr i 2019. Verdiene er gitt som snittverdier i mg/kg med minimums- og maksimumsverdier. [Concentrations of vitamin E (mg/kg) in fish feed in 2019. Mean values are given with minimum and maximum values].

Prøver	α-tokoferol (mg/kg)	γ-tokoferol (mg/kg)	Sum tokoferoler (mg/kg) ¹⁾	Sum tokotrienoler (mg/kg) ²⁾
Fullfôr				
Snitt 2019 (n=93)	281	75	362	18
Min-Maks	142-480	11-123	184-552	3-48
Fiskemel				
Snitt 2019 (n=10)	20	26	60	0.63
Min-Maks	12-43	6-51	25-100	<0.04-3.43

1. Summen av alfa-, beta-, delta- og gamma-tokoferol.

2. Summen av alfa-, beta-, delta- og gamma-tokotrienol.

2.8 - Områder med behov for mer bakgrunnsdata

2.8.1 - Vanninnhold, fett og fettsyresammensetning

I 2019 ble tørrstoffinnhold i 93 fullfôr bestemt. Snittverdien på tørrstoff i fullfôrene var 93% med variasjon fra 90% til 96%. Grenseverdier for uønskede stoffer i fôrvarer inkludert fullfôr er satt for et vanninnhold på 12% (tørrstoff på 88%). Ingen av konsentrasjonene i rapporten er korrigert for tørrstoffinnholdet. Ved en eventuell korrigering for tørrstoffinnhold vil de rapporterte konsentrasjonene bli noe nedjustert siden ingen fullfôr har et tørrstoffinnhold under 88%. I 2019 ble det analysert 93 fullfôr for fettinnhold og variasjonen var fra 19 til 40% fett og med et gjennomsnitt på 32%. Fettinnholdet i et fiskefôr vil variere mellom fôrtyper. Det ble også bestemt fettinnhold i 10 prøver av fiskemel. Fettinnholdet i disse prøvene var mellom 7 og 12%.

Fettsyresammensetningen i et fullfôr bestemmes av råvarene i fôret. Dette ble tydelig ved overgangen fra marine fôrmidler som fiskemel og fiskeolje til plantebaserte fôrmidler. Bruken av plantebaserte råvarer påvirker både nivået av både mettet og umettet fett. Det er også viktig å se på om fisken får dekket sitt minimumsbehov av de typisk marine og essensielle fettsyrene EPA og DHA ved høyere andel vegetabiliske fôrmidler i fullfôret.

I 2019 ble 20 fullfôr analysert for fettsyresammensetning (Tabell 16). Snitt for sum av EPA og DHA i fullfôrene var 24,4 mg/g. Minimumsverdien for sum EPA og DHA var 17,8 mg/g (5,5% av totale fettsyrer) som er over antatt minimumsbehov hos laks i sjøvann for vekst (>2,7% av totale fettsyrer) [38, 39]. Tabell 16 viser at snitt n-3/n-6 forholdet var 1,2 med minimumsverdi på 0,9.

Fullfôrene inneholdt fra 0,6 mg/g til 2,9 mg/g arakidonsyre (20:4n-6). Noen studier har vist at høye nivå av arakidonsyre i fôret kan være gunstig i perioder med stress slik som blant annet overgangen fra ferskvann til sjøvann [40]. Det vil dermed være gunstig å skille mellom ulike typer fôr når vi ser på fettsyresammensetningen. Erukasyre (22:1n-9) er en langkjedet fettsyre som kan forekomme i høye konsentrasjoner i frø fra arter i familien Brassicaceae (raps). I tillegg kan marine fôrmidler inneholde høye konsentrasjoner av erukasyre. I 2019 var snittverdien for erukasyre i fullfôr 2,3 mg/kg med variasjon fra 0,6 til 4,8 mg/kg, noe som er i det samme konsentrasjonsområdet som prøver undersøkt i 2017 og 2018. EFSA har vurdert risiko for dyrehelse og human helse ved tilstedeværelse av erukasyre i fôr og mat [41]. Det ble konkludert med at det var for få data tilgjengelig til å utføre en risikovurdering for fisk, og at det er behov for mer kunnskap om innholdet av erukasyre i fiskefôr og hvilke effekter dette kan ha på fiskehelse.

Tabell 17 Fettsyresammensetningen i fullfôr analysert i 2019 (mg/g ww, gjennomsnitt, og med min-maks verdier, n=20 fullfôr).
[Concentration of fatty acids in fish feed (mg/kg, n=20) analysed in 2019. Mean values are given with minimum and maximum values].

Fettsyrer i fullfôr (n=20)	Gjennomsnitt (mg/g)	Min (mg/g)	Maks (mg/g)
14:0	8.1	5.9	12.2
16:0	29.2	24.2	40.5

18:0	9.9	5.9	12.6
Sum mettede fettsyrer	52.5	43.8	71.6
18:1 n-9	124.9	81.0	155.3
22:1 n-9 (erukasyre)	2.3	0.6	4.8
Sum enumettede fettsyrer	165.5	119.0	206.0
18:2 n-6	46.3	30.7	61.1
20:4 n-6 (arakidonsyre)	1.1	0.6	2.9
Sum n-6	48.2	33.7	65.9
18:3 n-3	25.4	18.3	42.8
20:5 n-3 (EPA)	12.4	8.0	20.7
22:6 n-3 (DHA)	12.0	7.0	20.6
Sum EPA og DHA	24.4	17.8	40.6
Sum n-3	56.3	47.1	85.1
Sum flerumettet fett	105.4	89.6	153.0
Sum fettsyrer	328.7	291.0	422.0
Ratio n-3/n-6	1.2	0.9	2.1
Σ EPA and DHA % av totale fettsyrer	7.5	5.5	13.5

2.8.2 - Naturlige plantegifter

Planter kan inneholde gifter som ofte er involvert i plantenes immunforsvar mot mikroorganismer og insekter. Glukosinolater, cyanogene glukosider (som kan omdannes til blåsyre) og alkaloider som teobromin er stoffer som er naturlig forekommende i planter og som har grenseverdier i fôr, men som tidligere ikke har blitt analysert i dette programmet. I 2019 ble 20 fullfôr og 10 vegetabiliske fôrmiddel analysert for blåsyre, sum glukosinolater og teobromin, men ingen av prøvene inneholdt konsentrasjoner over påvisningsgrensene som var 10 mg/kg for blåsyre og teobromin, samt 0,1 µmol/g for sum glukosinolater.

3 - Konklusjon

Kartlegging og overvåking gjennomføres for å overvåke status på fôrområdet, framskaffe offentlig dokumentasjon om fiskefôr og kartlegge nye potensielle farer knyttet til fiskefôr. I 2019 ble totalt 154 prøver analysert: 93 fullfôr, 10 fiskemel, 4 insektmel, 10 vegetabiliske fôrmidler, 9 vegetabiliske oljer, 11 fiskeoljer og 17 mineral- og vitamin-premikser. Prøvene ble analysert for en rekke uønskede stoffer og næringsstoffer.

Det er mange ulike stoffgrupper som kan representere en risiko på fôrområdet, men erfaringen dette overvåkingsprogrammet har gitt viser generelt at det er få overskridelser av etablerte grenseverdier. For de stoffgruppene som ikke har en etablert grenseverdi vil dette programmet bidra med bakgrunnsdata gjennom den årlige rapporteringen til EFSA. EFSA samler data på uønskede stoffer i mat og fôr fra alle EU land, og disse blir videre grunnlagsdata for risikovurderinger. Resultatene fra dette programmet tyder på at tilstanden på fôrområdet er god og at ingen av farene er kritiske. Det kan imidlertid stilles spørsmål ved om dataene er representative med tanke på antallet prøver som tas i forhold til produksjonsvolumet; i 2019 ble det tatt 93 fôrprøver, mens fôrforbruket var på 1.85 millioner tonn. Tidsseriene for de ulike stoffgruppene viser imidlertid at dataene er konsistente over tid, noe som tyder på at prøvene er representative og gir et godt bilde av tilstanden på fôrområdet.

4 - 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. In 2019, a total of 154 samples were analysed including 93 complete feeds, 10 fishmeals, 4 insect meals, 10 plant proteins, 9 plant oils, 11 fish oils and 17 mineral- and vitamin-premixes.

There is a range of undesirable substances in fish feed that can potentially represent a risk. However, this annual monitoring program, which has been ongoing since 2000, show that there are generally few samples that contain levels of undesirable substances which exceed the established maximum limits. This program also provides data to the European Food Safety Authority (EFSA) on the levels of undesirable substances which do not have maximum limits. EFSA collects data on undesirable substances in food and feed from the EU and associated countries, and these data form the basis of risk assessments. The results from this program suggest that on a general basis, none of the risk factors seem critical to feed safety. It can, however, be questioned if the number of samples are representative in terms of the annual production volume of fish feed; in 2019, 93 samples of fish feed were analysed, whereas the feed consumption volume was 1.85 million tonnes. Nevertheless, the time-series from this program show consistent data over time, suggesting that the samples provide a representative overview of the levels of undesirable substances in fish feed and feed ingredients.

5 - Metodebeskrivelser

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

<p>Vitamin D₃, Metode 036*</p>	<p>Vitamin D₃ analyseres ved forsåping av prøve, prøven ekstraheres og renses på en preparativ kolonne, prinsipp for separasjon er omvendt fase HPLC, og UV-deteksjon 254 nm abs. 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).</p> <p><i>Akkreditert metode.</i></p>
<p>Vitamin E, tokoferol og isomerer Metode 251*</p>	<p>Tokoferoler. Prøven forsåpes, og ekstraheres. De ulike tokoferolformene separeres vha HPLC, og bestemmes ved fluorescens. CEN (Comité Européen de Normalisation), prEN 12822 (1999), Foodstuffs – Determination of vitamin E by high performance liquid chromatography - Measurement of tocopherols.</p> <p>Referanse: 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.</p> <p><i>Akkreditert metode.</i></p>
<p>Fettsyrer, absolutte mengder, Metode 041*</p>	<p>Fett ekstraheres fra prøvehomogenat, filtreres, dampes inn, forsåpes og metyleres før selve analysen vha gasskromatografi (GLC), bestemmelse ved flammeionisasjonsdeteksjon.</p> <p>Referanse: 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><i>Akkreditert metode.</i></p>
<p>Fett etter syrehydrolyse, Metode 083*</p>	<p>Homogenat av prøven pre-ekstraheres med petroleumbensin på soxtec, dampes inn, hydrolyseres i HCl, og syren filtreres av. Tørket prøve ekstraheres, og inndampingsrest veies. Sum av de to inndampingsvektene utgjør % fettinnhold. Referanser: EU kommisjonenes direktiv 84/4 EØF, De europeiske Fellesskapers Tidende, nr L 15/28, 18.1.84, metode B. Kommissionens direktiv 98/64/EF, De europeiske Fellesskapers Tidende, nr L257/23, 19.9.98, del B Tecator application note AN 301, "Solvent Extraction using the Soxtec System".</p> <p><i>Akkreditert metode.</i></p>
<p>Ruminant DNA Metode 408</p>	<p>DNA renses fra prøvehomogenatet vha Wizard® Magnetic DNA Purification System for Food" kit, som benytter magnetkule-basert teknologi (MagneSil® Paramagnetic Particles) for å binde DNA til seg. Renset DNA amplifiseres vha DNA polymerase og identifiseres vha gjenkjenning av gitt primer, her ruminant spesifikk primere (real-time PCR).</p> <p>Pakningsvedlegg for GoTaq Hot Start DNA polymerase fra Promega. 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</p> <p><i>Ikke akkreditert metode.</i></p>

<p>Ethoxyquin, Metode 229</p>	<p>Ethoxyquin og ethoxyquin dimer stabiliseres i prøven ved tilsetning av EDTA eller askorbinsyre, og hydrolyseres ved tilsetning av etanol, NaCl og NaOH. Det uforsåpbare ekstraheres med heksan, 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.</p> <p>Metoden er beskrevet i: 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 feeds. J. Sci. Food Agric., Vol. 80, 2000, 10-16.</p> <p><i>Ikke akkreditert metode.</i></p>
<p>Ethoxyquin screening</p>	<p>Prøven ekstraheres i acetonitril/vann/formic acid (75:24:1, v/v/v) sentrifugeres og supernatanten fortynnes med 0.1% formic acid i vann (v/v). Prøven injiseres på en UHPLC-TWIMS-QTOFMS som beskrevet i Negreira N., Regueiro J., Valdernesnes S., Berntssen M.H.G., & Ørnstrud R. (2017) Comprehensive characterization of ethoxyquin transformation products in fish feed by traveling-wave ion mobility spectrometry coupled to quadrupole time-of-flight mass spectrometry. Analytica Chimica Acta 965, 72-82</p> <p><i>Ikke akkreditert metode.</i></p>
<p>BHT, Metode 250*</p>	<p>BHT (buthylhydroxytoluen) i prøven beskyttes mot oksidasjon 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.</p> <p>Metoden er beskrevet i: 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.</p> <p><i>Akkreditert metode.</i></p>
<p>BHA, Metode 294*</p>	<p>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.</p> <p>Metoden er beskrevet i: 1) 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. 2) 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><i>Akkreditert metode.</i></p>
<p>Vanninnhold Metode 377*</p>	<p>Prøven homogeniseres, veies, fryses, og vannet trekkes ut ved vakuum ved at is går over direkte til damp. Metoden følger NMKL-prosedyre nr 3, 4, 5 og 9.</p> <p><i>Akkreditert metode.</i></p>

<p>Multielementer Metode 197*</p>	<p>Prøven dekomponeres ved hjelp av konsentrert syre og ultrawave system. Induktivt koplet plasma massespektrometer (ICP-MS) blir benyttet til kvantifisering av følgende metaller og elementer: jern, kobber, sink, selen, mangan, molybden, kobolt, arsen, tinn, kadmium, kvikksølv og bly. Rhodium ble benyttet som intern standard og gull ble brukt som stabilisator for kvikksølvbestemmelsen.</p> <p><i>Akkreditert metode*.</i></p> <p>*Ikke akkreditert for V, Mn, Fe, Co, Mo, Ag, Cr, Ni</p>
<p>Dioksiner, PCB, furaner og PBDE, Metode 292*</p>	<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-octaklorerte 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 kalibreringskurve. Metoden følger NMKL-prosedyre nr 3, 4, 5 og 9. Metoden er videreutviklet og tilpasset fra:</p> <p>United States Environmental Protection Agency metode 1613: "Tetra- through Octa Chlorinated Dioxins and Furans by Isotope Dilution HRGC/HRMS", EPA no 821-B-94-005, October 1994. Metode 1668 rev. A: "Chlorinated Biphenyl Congeners in Water, Soil, Sediment and Tissue by HRGC/HRMS.": EPA no. 821-R-00-002 December 1999.</p> <p><i>Akkreditert metode.</i></p> <p>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. 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.</p> <p>SANCO/3116/99-rev1 European Commission, Simplified method for the determination of polychlorinated biphenyls (PCBs) in food and feedingstuffs samples by GC/MS – Working document</p> <p>Dionex; Application Note ASE 322; Selective Extraction of PCBs From Fish Tissue Using Accelerated Solvent Extraction (ASE). Dionex Corporation: Sunnyvale, CA, 1996.</p> <p><i>Akkreditert metode.</i></p>
<p>Enterobacteriaceae Metode 383*</p>	<p>Prøven homogeniseres og fra ulike fortyngninger overføres en kjent mengde til et avmerket område på en 3M™ petrifilm™, som er belagt med et selektivt næringsmedium (modifisert fioletrød-gallesalt-glukoseagar) med tetrazolium som indikator for vekst. Etter inkubering ved 37°C i 24 timer, leses resultatene og oppgis som antall bakterier i familien Enterobacteriaceae/g. Metoden er i samsvar med 3M™ Petrifilm™ Enterobacteriaceae Count Plate, AFNOR 3M-01/6-09/97.</p> <p><i>Akkreditert metode.</i></p>

<p>Salmonella (rapid), Metode 422*</p>	<p>Metoden er basert på Bio-Rad Rapid` <i>Salmonella</i> 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 <i>Salmonella</i> bakterier, blir isolatet sendt til det nasjonale referanselaboratoriet for nærmere karakterisering, inkludert serovariantbestemmelse.</p> <p><i>Akkreditert metode.</i></p>
<p>Klorerte pesticider (30) *</p>	<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. Akkrediteringsnummer D-PL-14629-01-00). For mer informasjon kontakt Eurofins GfA Lab Service GmbH (Hamburg).</p> <p><i>Akkreditert metode.</i></p>
<p>PAH (16) Polyaromatiske hydrokarboner*</p>	<p>Metoden bestemmer de 16 EFSA PAH'ene (EU 208/2005). Prøven ble ekstrahert med organiske løsemidler vha ASE (accelerated solvent ekstraktro). Fatted ble fjernet, og ekstraktene videre rensset på SPE kolonner. Til slutt ble de ulike PAH-forbindelsene bestemt med GC-MS analyse. Metoden følger NMKL-prosedyre nr 3, 4, 5 og 9, og NIFES valideringsdokument.</p> <p>Metoden er beskrevet i: V. Varlet, T. Serot, F. Monteau, B. Le Bizec, C. Prost. (2007). Determination of PAH profiles by GC-MS/MS in salmon muscle meat processerd with four cold smoking techniques. Food Addit. Contam., 24(7).744-757</p> <p><i>Akkreditert metode.</i></p>
<p>HBCD og TBBPA*</p>	<p>Metoden bestemmer alfa, beta og gamma hexabromocyclododecane (HBCD), samt sum HBCD med LC-MS-MS. Tetrabromobisphenol-A (TBBPA) blir bestemt med LRMS. Metodene er akkreditert (akkrediteringsnummer D-PL-14629-01-00). Flytende LOQ. For mer informasjon kontakt Eurofins GfA lab Service GmbH (Hamburg).</p> <p><i>Akkreditert metode.</i></p>
<p>Glyfosat og AMPA *</p>	<p>Metoden bestemmer de 16 EFSA PAH'ene (EU 208/2005). Prøven ble ekstrahert med organiske løsemidler vha ASE (accelerated solvent ekstraktro). Fatted ble fjernet, og ekstraktene videre rensset på SPE kolonner. Til slutt ble de ulike PAH-forbindelsene bestemt med GC-MS analyse. Metoden følger NMKL-prosedyre nr 3, 4, 5 og 9, og NIFES valideringsdokument.</p> <p>Metoden er beskrevet i: V. Varlet, T. Serot, F. Monteau, B. Le Bizec, C. Prost. (2007). Determination of PAH profiles by GC-MS/MS in salmon muscle meat processerd with four cold smoking techniques. Food Addit. Contam., 24(7).744-757</p> <p><i>Akkreditert metode.</i></p>
<p>Organfosfat pesticidforbindelser*</p>	<p>Pesticidene blir bestemt med GC-FPD. 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).</p> <p><i>Akkreditert metode.</i></p>

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. Akkrediteringsnummer D-PL-14602-01-00. For mer informasjon kontakt eurofins WEJ Contaminants GmbH (Hamburg). <i>Akkreditert metode.</i>
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. For mer informasjon kontakt eurofins WEJ Contaminants GmbH (Hamburg). <i>Akkreditert metode</i> (akkrediteringsnummer D-PL-14602-01-00).
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. For mer informasjon kontakt eurofins WEJ Contaminants GmbH (Hamburg). <i>Akkreditert metode</i> (akkrediteringsnummer D-PL-14602-01-00).
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/H ₂ O, SPE Clean-up. For mer informasjon kontakt eurofins WEJ Contaminants GmbH (Hamburg). <i>Akkreditert metode</i> (akkrediteringsnummer D-PL-14602-01-00).
PFAS	Metoden er validert for bestemmelse av PFAS i fiskefôr, og metoden er akkreditert for følgende analytter: PFOS, PFHpA, PFOA, PFNA, PFDA, PFUdA, PFDoDA og PFTrDA. I tillegg måles PFDS, PFHpA, N-EtFOSA, N-MeFOSA og N-MeFOSE Prøvehomogenatet ekstraheres med metanol i ultralydbad. Etter sentrifugering dekanteres supernatanten over i en sprøyte og filtreres gjennom 0,45 µm nylonfilter før vann tilsettes etterfulgt av opprensing på ASPEC. Ekstraktet fra ASPEC renses videre opp ved filtrering gjennom 3K ultrafilter. Prøvene analyseres til slutt på LCMS/MS og kvantifiseres ved hjelp av internstandard Metoden er beskrevet i: N. Yamashita, K. Kannan, S. Taniyasu et al.(2004) Environ. Sci. Technol. 38(21): 5522. <i>Akkreditert metode.</i>
Blåsyre	Blåsyre blir analysert med LC-MS/MS. For mer informasjon kontakt Eurofins LUFA Speyer (Tyskland). Fast LOQ 10 mg/kg. <i>Ikke akkreditert metode.</i>
Glukosinolater	Ekstraksjon med varm methanol, behandling med sulfatase, og deretter analyseres med LC-UV. For mer informasjon kontakt Fødevarestyrelsen (Danmark). Fast LOQ 0,1 µmol/g. Akkreditert metode (akkrediteringsnummer D-PL-14602-01-00).
Glycidylestere	Glycidylestere blir analysert med GC-MS/MS. Analyse av fri, total 3-MCPD og total 2-MCPD etter hydrolyse av estere, der 3-MCPD substanser som glycidol er inkludert. For mer informasjon kontakt Eurofins WEJ Contaminants GmbH (Hamburg). Fast LOQ er 10 µg/kg for fiskefôr og 100 µg/kg for vegetabiliske oljer. Akkreditert metode (akkrediteringsnummer D-PL-14602-01-00).

Teobromin	Teobromin blir analysert med LC-MS/MS. For mer informasjon kontakt Eurofins Laboratoire Chemtox SAS (Frankrike). Fast LOQ 10 mg/kg. <i>Ikke akkreditert metode.</i>
-----------	---

6 - Referanseliste

1. FOR-2002-11-07-1290: Forskrift om fôrvarer. <https://lovdata.no/dokument/SF/forskrift/2002-11-07-1290?q=forforskriften>
2. https://www.mattilsynet.no/dyr_og_dyrehold/for/insekter_til_bruk_i_for.25298
3. https://lovdata.no/dokument/SF/forskrift/2002-11-07-1290#KAPITTEL_1
4. FOR-2005-04-12-319: Forskrift om tilsetningsstoffer til bruk i fôrvarer. <https://lovdata.no/dokument/SF/forskrift/2005-04-12-319>
5. FOR-2011-04-02-360: Forskrift om merking og omsetning av fôrvarer. <https://lovdata.no/dokument/SF/forskrift/2011-04-02-360>
3. Wenzl, T., Haedrich, J., Schaechtele, A. Robouch, P., Stroka, J., Guidance document on the estimation of LOD and LOQ for measurements in the field of contaminants in feed and food. EUR 28099, Publications Office of the European Union, Luxembourg, 2016. <https://ec.europa.eu/jrc/en/publication/guidance-document-estimation-lod-and-loq-measurements-field-contaminants-feed-and-food>
7. Code of practice for the prevention and reduction of dioxin and dioxin-like PCB contamination in foods and feeds. Codex Alimentarius List of Standards.
3. Forskrift om forebygging av, kontroll med og utryddelse av overførbare spongiforme encefalopatii (TSE). <https://lovdata.no/dokument/SF/forskrift/2004-03-30-595>
3. Forskrift om animalske biprodukter som ikke er beregnet på konsum. <https://lovdata.no/dokument/SF/forskrift/2016-09-14-1064>
3. VKM, 2013. Risk assessment of mycotoxins in cereal grain in Norway, Opinion of the Scientific Steering Committee of the Norwegian Scientific Committee for Food Safety. VKM Report 2013:21. <https://vkm.no/download/18.2994e95b15cc545071615a36/1510054265635/Risk%20assessment%20of%20mycotoxins>
1. Commission Recommendation 2006/576/EC on the presence of DON, Zea, OchrA, T-2 and HT-2 and Fum in products intended for animal feeding.
2. Commission Recommendation 2013/165/EU on the presence of T-2 and HT-2 toxin in cereals and cereal products. Official Journal of the European Union L91/12.
3. Statens tilsyn for planter, fisk, dyr og næringsmidler. Anbefalte grenseverdier for sopp og mykotoksiner. Utarbeidet av Veterinærinstituttet. Mattilsynet, 13.mars 2019. https://www.mattilsynet.no/dyr_og_dyrehold/for/anbefalte_grenseverdier_for_innhold_av_muggsopp_og_mykotoksiner
4. Bernhoft, A., Hogasen, H.R., Rosenlund, G., Moldal, T., Grove, S., Berntssen, M.H.G., Thoresen, S.I., Alexander, J., 2018. Effects of dietary deoxynivalenol or ochratoxin A on performance and selected health indices in Atlantic salmon (*Salmo solar*). Food Chem. Toxicol. 121, 374-386. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.fct.2018.08.079>
5. Tolosa J, Font G, Manãs 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. DOI: <https://doi.org/10.1021/jf5036838>
3. Sele V., Sanden M., Berntssen M. H. G., Lunestad B.-T., Espe M., Lie K. K., Amlund H., Lundebye A-K, Hemre G-I, Waagbø R. & Ørnstrud R (2018) Program for overvåking av fiskefôr Årsrapport for prøver innsamlet i 2017 Mattilsynets overvåkningsprogram. Rapport fra Havforskningsinstituttet Nr 25-2018 ISSN 1893-4536. <https://www.hi.no/en/hi/nettrapporter/rapport-fra-havforskningen-2019-30>
7. Fiskefôrrapportene for årene 2005-2011. Tilgjengelig gjennom: https://www.mattilsynet.no/dyr_og_dyrehold/for/overvaakings_og_kartleggingsprogrammer_for_for.34571
3. Måge, A., Julsaahn, K., Espe, M. & Lunestad, B.T. Årsrapport 2008 og 2009. Overvåkningsprogram for fôrvarer til fisk og andre akvatiske dyr. Nasjonalt institutt for ernærings- og sjømatforskning. 2010, Bergen. P. 69. https://www.mattilsynet.no/dyr_og_dyrehold/for/overvakingsprogram_fiskefor_2008_og_2009.9757/binary/Overvaking
3. Sanden, M., Hemre, G.-H., Måge, A., Lunestad, B.T., Espe, M., Lundebye, A.-K., Ørnstrud, R. (2014). Program for overvåking av fiskefôr. Årsrapport 2013. Nasjonalt institutt for ernærings- og sjømatforskning. https://www.mattilsynet.no/dyr_og_dyrehold/for/overvaakingsprogram_fiskefor_2013.16731/binary/Overv%C3%A5king

2. EU Pesticide database, European Commission (EC): <http://ec.europa.eu/food/plant/pesticides/eu-pesticides-database/public/?event=activesubstance.selection&language=EN>
1. 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.
2. Van den Berg, M., et al., (2006) 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.
3. <http://www.efsa.europa.eu/en/topics/topic/dioxins-and-pcbs>
4. <https://www.efsa.europa.eu/en/topics/topic/brominated-flame-retardants>.
5. Berntssen MHG, Julshamn K, Lundebye AK. (2010). Chemical contaminants in aquafeeds and Atlantic salmon (*Salmo salar*) following the use of traditional- versus alternative feed ingredients. *Chemosphere* 78: 637-646. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2009.12.021>
3. Nacher-Mestre J, Serrano R, Benedito-Palos L, Navarro JC, Lopez FJ, Kaushik S, et al. 2010. Bioaccumulation of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons in Gilthead Sea Bream (*Sparus aurata* L.) Exposed to Long Term Feeding Trials with Different Experimental Diets. *Archives of Environmental Contamination and Toxicology* 59(1): 137-146.
7. Berntssen, M.H.G., Ørnsrud, R., Hamre, K., Lie, K.K. (2015) Polyaromatic hydrocarbons in aquafeeds, source, effects and potential implications for vitamin status of farmed fish species: a review. *Aquaculture Nutrition*. 21(3): p. 257-273.
3. Panel on Contaminants in the Food Chain, E., 2018. Risk to human health related to the presence of perfluorooctane sulfonic acid and perfluorooctanoic acid in food. EFSA. <https://efsa.onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.2903/j.efsa.2018.5194>.
3. Irene Biancarosa, Veronika Sele, Ikram Belghit, Robin Ørnsrud, Erik-Jan Lock & Heidi Amlund (2019) Replacing fish meal with insect meal in the diet of Atlantic salmon (*Salmo salar*) does not impact the amount of contaminants in the feed and it lowers accumulation of arsenic in the fillet, *Food Additives & Contaminants: Part A*, 36:8, 1191-1205 DOI: <https://doi.org/10.1080/19440049.2019.1619938>
2. Regulation (EC) No 2017/962. Commission implementing regulation (EU) 2017/962 of 7 June 2017 suspending the authorisation of ethoxyquin as a feed additive for all animal species and categories. *Official Journal of the European Union* L145/13.
1. Negreira, N., Regueriso, J., Valdarsens, S., Berntssen, M.H.G., Ørnsrud, R. (2017) Comprehensive characterization of ethoxyquin transformation products in fish feed by traveling-wave ion mobility spectrometry coupled to quadrupole time-of flight mass spectrometry. *Analytica Chimica Acta* 965;72-82. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.03.054>
2. He, P. & Ackman, R.G., 2000. HPLC determination of ethoxyquin and its major oxidation products in fresh and stored fish meals and fish feeds. *Journal of the science of food and agriculture* 80;10-16. DOI: [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1097-0010\(200010\)80:1<10::AID-JSFA478>3.0.CO;2-T](https://doi.org/10.1002/(SICI)1097-0010(200010)80:1<10::AID-JSFA478>3.0.CO;2-T)
3. Lundebye, A.-K. et al., 2010. Levels of synthetic antioxidants (ethoxyquin, butylated hydroxytoluene and butylated hydroxyanisole) in fish feed and commercially farmed fish. *Food additives & contaminants. Part A, Chemistry, analysis, control, exposure & risk assessment*, 27(12), pp.1652–1657. DOI: <https://doi.org/10.1080/19440049.2010.508195>
4. Merel, S. et al., 2019. Identification of ethoxyquin and its transformation products in salmon after controlled dietary exposure via fish feed. *Food chemistry*, 289, pp.259–268. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.03.054>
5. Sele, V. et al., 2018. Selenium and selenium species in feeds and muscle tissue of Atlantic salmon. *Journal of trace elements in medicine and biology: organ of the Society for Minerals and Trace Elements*, 47, pp.124–133. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jtemb.2018.02.005>
3. 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. DOI: [https://doi.org/10.1016/0300-9629\(95\)00065-F](https://doi.org/10.1016/0300-9629(95)00065-F)
7. 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* 4:e2688; DOI:

<https://doi.org/10.7717/peerj.2688>

3. 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. DOI: <https://doi.org/10.1017/jns.2016.10>
3. 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. DOI: <https://doi.org/10.1017/S0007114516000945>
3. Bell, J. G. & Sargent, J. R. (2003). Arachidonic acid in aquaculture feeds: current status and future opportunities. *Aquaculture*, 218, 491-499. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0044-8486\(02\)00370-8](https://doi.org/10.1016/S0044-8486(02)00370-8)
1. EFSA, 2016. Erucic acid in feed and food. Panel on Contaminants in the Food Chain. *European Food Safety Authority Journal* 14(11):4593 [173 pp.].



HAVFORSKNINGSINSTITUTTET

Postboks 1870 Nordnes
5817 Bergen
E-post: post@hi.no
www.hi.no