



PROGRAM FOR OVERVÅKING AV FISKEFÔR

Årsrapport for prøver innsamlet i 2018

Veronika Sele, Monica Sanden, Marc Berntssen, Julia Storesund, Kai Kristoffer Lie, Marit Espe, Anne-Katrine Lundebye, Gro-Ingunn Hemre, Rune Waagbø and Robin Ørnstrud
(Institute of Marine Research)



Tittel (norsk og engelsk):

Program for overvåking av fiskefôr
Monitoring program for fish feed

Undertittel (norsk og engelsk):

Årsrapport for prøver innsamlet i 2018

Rapportserie:

Rapport fra Havforskningen
ISSN:1893-4536

År - Nr.:

30-2019

Dato:

05.07.2019

Forfatter(e):

Veronika Sele, Monica Sanden, Marc Berntssen, Julia Storesund, Kai Kristoffer Lie, Marit Espe, Anne-Katrine Lundebye, Gro-Ingunn Hemre, Rune Waagbø and Robin Ørnstrud (Institute of Marine Research)

Godkjent av: Forskningsdirektør(er): Gro-Ingunn Hemre
Programleder(e): Rune Waagbø

Distribusjon:

Åpen

Prosjektnr:

15219

Oppdragsgiver(e):

Mattilsynet, Statens tilsyn for fisk, dyr og næringsmidler

Oppdragsgivers referanse:

43389

Program:

Fiskeernæring

Faggruppe(r):

Trygt fôr

Antall sider:

47

Samarbeid med

Sammendrag (norsk):

Mattilsynet er oppdragsgiver for denne overvåkingen som er en del av Norges oppfølging av nasjonalt og internasjonalt regelverk på dyrefôr. Denne rapporten oppsummerer resultater fra det offentlige overvåknings- og kartleggingsprogrammet for fiskefôr, fôrmidler og premikser til fiskefôr for prøver som ankom i 2018. I Norge er det en egen forskrift for fôr; forskrift om fôrvarer, som har som formål «å sikre at fôret er trygt og dermed ikke er helseskadelig for mennesker eller dyr, eller gjør næringsmidler fra dyr uegnet for konsum. Fôret skal heller ikke ha skadevirkning på miljøet» [1]. Forskriften følger fôrlovgivningen i den Europeiske Unionen (EU), og blir jevnlig oppdatert i samsvar med forandringer i EUs fôrlovgivning. Formålet med dette overvåkingsprogrammet er å overvåke status på fôrområdet, framskaffe offentlig dokumentasjon om fiskefôr og kartlegge nye potensielle farer knyttet til fiskefôr.

I 2018 ble totalt 133 prøver analysert: 76 fullfôr, 9 fiskemel, 11 vegetabiliske fôrmidler, 10 vegetabiliske oljer, 10 fiskeoljer og 17 mineral- og vitaminpremikser. Analysene i dette programmet rapporteres fortløpende med elektronisk analysebevis til Mattilsynet, og ved funn av verdier som overstiger grenseverdiene har Mattilsynet blitt varslet gjennom et eget varslingsystem.

I likhet med tidligere år, ble det i 2018 analysert for uønskede stoffer i et utvalg av fullfôr og fôrmidler. I tillegg, ble det i 2018 programmet fokusert på analysert av næringsstoffer i fullfôr. Formålet var å fremskaffe mer data på nivåene av blant annet essensielle vitaminer, mineraler og fettsyrer i fullfôr. Årets analyser viste en tendens til flere utslag for uønskede mikrobiologiske parametere i fôr og fôrmidler. Det ble det gjort funn av bakterier i familien *Enterobacteriaceae* i et fiskemel i 2018. Nivået målt var over øvre grenseverdi for *Enterobacteriaceae*. I tillegg ble det registrert relativt høyt nivå av den samme bakterien i et vegetabilisk fôrmiddel i 2018. Det ble også rapportert funn av bakterier i slekten *Salmonella* i ett fullfôr analysert i 2018. Bakteriene var *Salmonella* altona, som ikke har blitt påvist i fullfôr tidligere i dette programmet. Det ble ikke påvist ulovlig PAP i form av bestanddeler fra drøvtyggere med lysmikroskopi eller DNA fra drøvtyggere med PCR metoden i noen av de undersøkte fiskemelene i 2018. I vitaminpremikser ble det funnet drøvtygger- DNA, men det ble ikke påvist animalske bestanddeler ved bruk av lysmikroskopi. Vi kan ikke avgjøre om dette stammer fra lovlig PAP (for eksempel melkeprotein) eller ulovlig PAP (gelatin fra drøvtyggere) [2]. Resultatene for 2018 viser ingen overskridelser i fullfôr eller fôrmidler for uønskede stoffer, verken for organiske eller uorganiske. Det ble registrert relativt høye nivåer av flere mykotoksiner i to vegetabiliske fôrmidler, begge maismel. Nivåene oversteg ikke den øvre grenseverdien for aflatoxin, men det ble påvist relativt høye nivåer av mykotoksinene fumonisiner, zearelanone og beauvericin i disse fôrmidlene. Flere fullfôr inneholdt mykotoksinet enniatin over kvantifiseringsgrensen, noe som også er sett tidligere år. Analyser av organofosfat pesticider i 2018 viste nivåer av klorpyrifos-metyl og pirimifos-metyl over kvantifiseringsgrensen i flere av de undersøkte fullfôrene. Det ble også registrert nivåer av malathion over kvantifiseringsgrensen i fire av ti vegetabiliske oljer. Det er første gang malathion har blitt registrert i dette overvåkingsprogrammet. Det er ikke fastsatt øvre grenseverdier («maximum residue limit», MRL) for malathion, klorpyrifos-metyl eller pirimifos-metyl i fullfôr eller fôrmidler i EU. Angående næringsstoffer, ble det i 2018 analysert for en rekke vitaminer, mineraler, samt fettsyreprofil og aminosyreprofil i fullfôr. I forhold til kjente behovsestimat for oppdrettslaks, tyder resultatene på at behovet for vitamin C, vitamin E, og vitamin K blir dekket gjennom fôret, mens det kan være noen utfordringer med lave nivåer av noen av B-vitaminene (spesielt folat og cobalamin). Flere av fullfôrene inneholdt mineralene selen, sink, molybden, samt vitamin D3 over de øverste tillatte innhold. Øvre grense for mineraler og vitamin D3 reguleres av lovgivningen for tilsetningsstoffer; og grense for største tillatte innhold gjelder for summen av tilsatt mengde og det som naturlig er tilstede i fôrmidlene. Grenseverdien gjelder bare dersom stoffene er tilsatt. Analyser av premikser i 2018 viste at flere tilsetningsstoffer som overskrider grenseverdien (selen, sink, molybden og vitamin D3) generelt inngår i premikser.

Det anbefales å overvåke og kartlegge norsk fiskefôr også i årene fremover, både i forhold til uønskede stoffer og ernæringskvalitet. Denne kartleggingen er særlig viktig med tanke på potensielle risikofaktorer som følge av endringer i fôrsammensetningen, og bruk av nye typer fôrmidler i fiskefôr.

Vi takker alle som har deltatt i gjennomføringen av prosjektet.

Sammendrag (engelsk):

The Norwegian Food Safety Authority has commissioned this monitoring program, which is part of the Norwegian implementation of national and international feed legislation. In this report, the results from the official monitoring program for fish feed, feed ingredients and premixes for 2018, are summarized and discussed. 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

The results presented includes data from 2018 on undesirable substances and nutrients in fish feed, feed ingredients and premixes. In 2018, a total of 133 samples were analysed including 76 complete feeds, 9 fish meals, 11 plant

proteins, 10 plant oils, 10 fish oils and 17 mineral- and vitamin-premixes. Analytical results are reported to the Norwegian Food Safety Authority on a continuous basis. Additionally, the Norwegian Food Safety Authority is notified of non-compliant findings. In the report, results under the limit of quantification are presented as «< LOQ». An «upper bound LOQ» [3], which is a standard procedure for calculating dioxins (CAC/RCP 62/20062) [4], is applied for calculating sum and average for organic contaminants in this report.

The focus of the monitoring program in 2018 was to analyse the nutrient composition in fish feed and feed ingredients. However, selected samples were also analysed for undesirable substances. In 2018, bacteria in the family Enterobacteriaceae was detected with a level over the maximum limit in one sample of fish meal. Also, a high level of Enterobacteriaceae was detected in a plant-based feed ingredient, however, there are no maximum limits established for this type of feed ingredient in the EU. Bacteria in the genus Salmonella was detected in one sample of complete feed analysed in 2018. The bacteria was Salmonella altona, which has not previously been detected in fish feed in this program. No traces of ruminant bones, or DNA from ruminant material, were detected in any of the fishmeal analysed in 2018. Residues of ruminant DNA were detected in three samples of vitamin premixes. However, the samples were negative when analysed for ruminant material using light microscopy. We cannot determine whether this is due to addition of legal PAP (e.g milk proteins) or unintended or illegal PAP (e.g gelatin from ruminant). None of the samples analysed in 2018 exceeded the established maximum level for organic and inorganic contaminants. However, high levels of mycotoxins were detected in two samples of plant proteins, both products of corn. The levels did not exceed the maximum limit for aflatoxin, but relative high levels of fumonisins, zearelanone and beauvericin was detected. Several of the feeds analysed contained levels of enniatin over the detection limit of 10 µg/kg. This is also in coherence with previous reports in this monitoring program. The results for organophosphate pesticides showed the presence of chlorpyrifos-methyl and pirimiphos-methyl in several of the complete feeds analysed. Also, malathion was detected with levels over the LOQ in four of ten plant oils analysed. This is the first time that malathion has been detected in samples analysed in this monitoring program. With regards to the nutrient composition of complete feed, analysis of a range of vitamins, minerals, as well as the fatty acid and amino acid profiles were performed. The results indicate that vitamin C, vitamin E and vitamin K levels in the complete feed meet the requirement of farmed salmon. The results indicate that there could be some challenges with low levels of some of the B-vitamins, particularly folic acid and cobalamine. Several of the complete feeds were above the maximum content with respect to the feed additives; zinc, molybdenum, selenium and vitamin D3. The maximum content for feed additives applies to the total sum of additives, from added sources and from what is naturally present in feed ingredients, but only when the substance is added. Results suggest that minerals and vitamins that exceed the maximum content (Zn, Mo, Se and vitamin D3) are generally included in premixes. To differentiate the supplemented form from the form naturally present in the feed is analytically challenging.

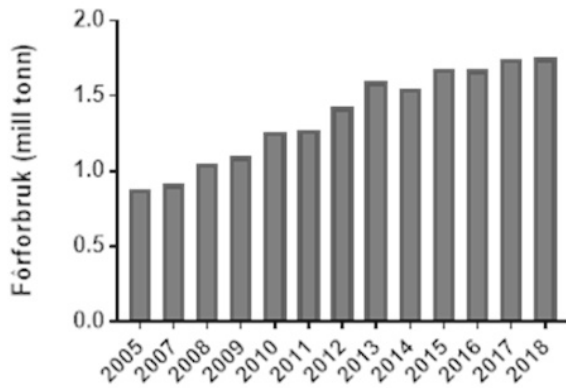
It is recommended to continue the surveillance of fish feed and feed ingredients in the years to come, both with regards to undesirable substances and nutritional quality, and this will be particularly important in view of changes in the feed composition with novel feed ingredients.

Innhold

1	Bakgrunn	6
1.1	Prøvegrunnlag	6
1.2	Metoder	7
1.3	Analyseoversikt	7
2	Resultater og diskusjon	9
2.1	Forbudte føremidler	9
2.1.1	<i>Prosessert animalsk protein (PAP) fra drøvtyggere</i>	9
2.2	Uønskede stoffer, mikrobiologiske parametere	9
2.2.1	<i>Salmonella</i>	9
2.2.2	<i>Enterobacteriaceae</i>	9
2.2.3	<i>Mykotoksiner</i>	10
2.3	Uønskede stoffer, organiske	12
2.3.1	<i>Klorerte pesticider</i>	12
2.3.2	<i>Organfosfat pesticidforbindelser og ugressmidlene glyfosat, AMPA og glufosinat</i>	15
2.3.3	<i>PCB og dioksiner (PCDD/PCDF)</i>	16
2.3.4	<i>Bromerte flammehemmere (PBDE, HBCD, TBBP-A)</i>	18
2.3.5	<i>Polyaromatiske hydrokarboner (PAH)</i>	20
2.3.6	<i>Perfluorerte forbindelser (PFAS)</i>	21
2.4	Uønskede stoff, uorganiske	21
2.4.1	<i>Arsen (As)</i>	21
2.4.2	<i>Kadmium (Cd)</i>	22
2.4.3	<i>Kvikksølv (Hg)</i>	23
2.4.4	<i>Bly (Pb)</i>	23
2.5	Tilsetningsstoff	23
2.5.1	<i>Antioksidanter</i>	23
2.5.2	<i>Mineraler</i>	25
2.5.3	<i>Jod</i>	28
2.6	Vitaminer	28
2.6.1	<i>Vitamin D₃</i>	28
2.6.2	<i>Vitamin E (α-tokoferol, γ-tokoferol og sum tokotrienoler)</i>	28
2.6.3	<i>Vitamin K</i>	29
2.6.4	<i>Vitamin C (askorbinsyre)</i>	30
2.6.5	<i>Vitamin B (Pantotensyre, Folat, Cobalamin)</i>	30
2.7	Områder med behov for mer bakgrunnsdata	30
2.7.1	<i>Vann, proteiner og fett</i>	30
2.7.2	<i>Fettsyresammensetning i fullfôr</i>	31
2.7.3	<i>Aminosyresammensetning i fullfôr</i>	32
2.7.4	<i>Makroelementer i fullfôr</i>	33
3	Konklusjon	35
4	Conclusion	37
5	Referanseliste	39
6	Metodebeskrivelser	43

1 - Bakgrunn

I 2018 ble det forbrukt i underkant av 1,8 millioner tonn fiskefôr i Norge (Kilde: Fiskeridirektoratet, Biomasseregisteret). Figur 1 viser utviklingen i fôrforbruk i Norge fra 2005 til 2018. Det var omtrent en fordobling i fôrforbruk mellom 2005 og 2013, mens de siste fem årene har det vært en mer moderatøkning i fôrforbruk.



Figur 1 Innrapportert fôrforbruk i Norge fra 2005 til 2018. Tallene er i millioner tonn. Kilde: Fiskeridirektoratet, Biomasseregisteret [Reported fish feed used in Norway from 2005 to 2018. Numbers are in million tons. Source: Directorate of Fisheries Biomass Statistics; <https://www.fiskeridir.no/Akvakultur/Statistikk-akvakultur/Biomassestatistikk>].

Overvåkings- og kartleggingsprogrammet (OK-programmet) «Program for overvåking av fiskefôr» startet opp i 1996, og har siden den gang målt fremmedstoffer og næringsstoffer i fôr og fôringredienser. 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, med tanke på endringer i fôrsammensetning og fôrmidler.

1.1 - Prøvegrunnlag

I dette programmet blir det tatt ut prøver fra ulike 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 2018 ble det samlet inn totalt 133 prøver fra ulike fiskefôrprodusenter i Norge (Cargill, BioMar AS, Skretting AS, MowiASA, Europharma AS).

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 [5].

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, inkludertvekstfôr, 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 vegetabilsk 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 [6]. I denne rapporten er fiskeolje, vegetabilsk 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 [6].

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 har utarbeidet en prøvetakningsplan som de aktuelle inspektørene har benyttet 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 prøvesplitting 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.

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 [7] (antioksidanter, mineraler og vitaminer), og fra regelverk knyttet til deklarerer (fett) [8]. I tillegg har vi analysert for polybromerte flammehemmere, polyaromatiske hydrokarboner, mykotoksiner, pesticidforbindelser, perfluorerte forbindelser, fettsyrer og aminosyrer i fullfôr og fôrmidler. Dette er stoffgrupper der man trenger bakgrunnskunnskap, og som det ikke er etablerte grenseverdier for.

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» [3] beregning og er standard prosedyre ved beregning av sum dioksininnhold (CAC/RCP 62/20062) [4]. 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 kapittel «Metodebeskrivelse».

1.3 - Analyseoversikt

Tabell 1. Analyseoversikt for prøver i 2018. [Parameters and number of samples analyzed in 2018].

Parameter	Antall analyser 2018
I. Forbudte fôrmidler	
Prosesserte animalske protein (PAP) fra drøvtyggere	19
II. Uønskede stoff, mikrobiologi	
<i>Salmonella</i>	76

<i>Enterobacteriaceae</i>	96
Mykotoksiner	41
III. Uønskede stoff, organiske	
Klorerte pesticider	39
Organfosfat pesticider	41
Glyfosat og AMPA	31
Polyklorerte bifenyler (PCB)	39
Dioksiner (PCDD/PCDF) og dioksinlignende-PCB (dl-PCB)	39
Polybromerte difenyleter (PBDE)	39
Bromerte flammehemmere (HBCD og TBBP-A)	39
Polyaromatiske hydrokarboner (PAH)	41
Perfluorerte forbindelser (PFAS)	20
IV. Uønskede stoff, uorganiske	
Arsen (As), kadmium (Cd), bly (Pb), kvikksølv (Hg)	106
V. Tilsetningsstoff	
Butylhydroksyanisol (BHA)	86
Butylhydroksytoluen (BHT)	76
Ethoxyquin (EQ) og Ethoxyquin dimer (EQDM)	96
VI. Essensielle næringsstoff med grenseverdi	
Mineraler (Fe, Zn, Cu, Mn, Co, Se, Mo)	106
Vitamin D3	86
Jod	30
VII. Vitaminer	
Vitamin E, Vitamin C, Vitamin K, B-vitaminer	76
VII. Stoff der man trenger bakgrunnskunnskap	
Totalfett	29
Tørrstoff	76
Fettsyrer	20
Aminosyrer	20
Makroelementer	76

2 - Resultater og diskusjon

2.1 - Forbudte fôrmidler

2.1.1 - 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 [9] er sentral her og formålet med denne er å forebygge, ha kontroll med og utrydde overførbare (transmissible) spongiforme encefalopatii (TSE). TSE er en fellesbetegnelse på hjernesykdommer som er karakterisert ved et svampeaktig utseende under mikroskop. Kugalskap (bovine spongiform encefalopati; BSE); er hjernesykdommensom 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. Men PAP fra drøvtyggere (storfe, sau og geit) er det derimot ikke lov å bruke. Lysmikroskopi og PCR («polymerase chainreaction») 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 og PCR-metoden brukes for å bestemme om DNA av drøvtyggerarter er tilstede. NIFES ble nasjonalt referanselaboratorium (NRL) for PAP-PCR-metoden i 2012, og Havforskningsinstituttet (HI) har i dag denne funksjonen.

I 2018 ble 9 fiskemel og 10 vitaminpremikser 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. Det ble registrert positivt utslag for drøvtygger DNA ved bruk av PCR metoden for 3 av 10 vitaminpremikser undersøkt i 2018. Av de undersøkte fiskemelene ble det ikke funnet innhold av DNA fra drøvtyggerarter. PCR-metodikken er svært sensitiv for påvisning av drøvtygger-DNA, og grunnen til positivt utslag i vitaminpremiksene kan skyldes utilsiktet forurensing, melkeprodukter (lovlig PAP) 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 lysmikroskopimetoden, 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/peptididentifikasjon. 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.

2.2 - Uønskede stoffer, mikrobiologiske parametere

2.2.1 - *Salmonella*

I 2018 ble 76 fullfôr 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 2018 var det ett fullfôr som fikk utslag for *Salmonella*. Verifisering ved Veterinærinstituttet i Oslo viste at isolatet var *Salmonella* Altona, en sjelden serovariant i Norge som vi ikke tidligere har påvist i fiskefor.

2.2.2 - *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 2018 ble det analysert 76 fullfôr, 9 fiskemel og 9 vegetabiliske fôrmiddel for bakterier i familien *Enterobacteriaceae*. Biproduktforskriften [10] har krav om at antallet bakterier i familien *Enterobacteriaceae* skal være under 300 km/g i fôrmidler av animalsk opphav (fiskemel). Det er

ingen grenseverdier for *Enterobacteriaceae* i fullfôr eller i vegetabilsk fôrmiddel. Av fullfôrene analysert var det 9 av 76 prøver som fikk utslag over påvisningsgrensen for metoden (10 kim/g). Snittverdien var 54 kim/g, og variasjon mellom 20 og 120 kim/g. Av de 9 analyserte fiskemelene fikk 2 prøver utslag over påvisningsgrensen, der den ene prøven hadde et høyt utslagsnivå; 2 200 kim/g. Den andre prøven hadde et nivå på 120 kim/g. Av de vegetabilske fôrmidlene fikk 3 av 11 prøver utslag for *Enterobacteriaceae*, med nivåer for to prøver på 130 og 249 kim/g. Også her fikk den ene prøven utslag på 2 200 kim/g. Fôrmidlene som fikk utslag over 300 kim/g ble rapportert til Mattilsynet. Årets analyser viser en tendens til flere utslag for uønskede mikrobiologiske parametere i fôr og fôrmidler, og bør derfor være i fokus fremover.

2.2.3 - Mykotoksiner

Mykotoksiner er giftstoffer som er produsert av muggsopp, og kan infisere avling før høsting (felt mykotoksiner) eller etter høsting i landbruksprodukter som er lagret (lagringsmykotoksiner). Det er et økende fokus på mykotoksiner i mat og fôr i EU, og den Europeiske myndighet for næringsmiddeltrygghet (European Food Safety Authority; EFSA) har belyst at det er globale utfordringer med mykotoksiner. Det forventes at mykotoksiner vil utgjøre en økende risiko i fremtiden i takt med høyere forbruk av vegetabilske råvarer og et våtere og varmere klima. Den norske vitenskapskomiteen (VKM) har utført en risikovurdering av mykotoksiner, der det også ble belyst at det er behov for mer kunnskap og data på denne gruppen uønskede stoffer [11].

I 2018 ble 20 prøver av fullfôr, 11 prøver av vegetabilske fôrmidler (hvete og soya) og 9 prøver av fiskemel analysert for 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* felt sopp som produserer DON, beauvericin, enniatiner, fumonisiner, HT-2 toxin, moniliformin, nivalenol, T-2 toxin og zearalenon, mens lagringssoppene *Penicillium* og *Aspergillus* produserer ochraA. Også aflatoksiner kan produseres av noen arter sopp i slekten *Aspergillus*. Aflatoxin er påvist kreftfremkallende, og innen EU er det fastsatt øvre grenseverdi for aflatoxin B1 på 10 µg/kg i fullfôr og 20 µg/kg i fôrmidler. For noen av de andre mykotoksinene er det gitt referanseverdier [12, 13]. Det er også utarbeidet norske anbefalte grenseverdier som Mattilsynet forholder seg til [13]. Dette er i påvente av bedre datagrunnlag og analysemetoder før ytterlige regelverkstiltak iverksettes.

Gjennomsnittsverdier og konsentrasjonsområde for mykotoksiner i fullfôr og vegetabilsk fôrmiddel analysert i 2018 er vist i Tabell 2. Det ble ikke funnet nivåer av aflatoxin B1 over øvre grenseverdi i noen av de analyserte fullfôrene, men tre vegetabilske fôrmidler fikk utslag for aflatoxin over LOQ, på 1.8 µg/kg, 6.7 µg/kg og 15.5 µg/kg. De samme prøvene hadde også relativt høye konsentrasjoner av andre mykotoksiner, deriblant DON, Fum B1 og B2 og Zea. De to fôrmidlene som hadde høyest nivå av aflatoxin hadde også nivå av Zea ved referanseverdien (2200 µg/kg) og over referanseverdien (4300 µg/kg). To av de tre prøvene hadde også nivå av OchraA over LOQ.

Alle fullfôrene analysert i 2018 inneholdt konsentrasjoner av mykotoksiner under de anbefalte referanseverdier, eller nyere vurderinger (av DON og OTA) i Atlantisk laks [15]. Nivåene var også under de nivåer som ble rapportert av VKM som helseskadelig når de finnes i fôr til Atlantisk laks [11]. Det var totalt 8 av 20 undersøkte fullfôr som hadde nivå av mykotoksiner over LOQ, der 5 prøver inneholdt flere forbindelser (DON, Fum B1 og B2 og Zea). I 2018 ble det også analysert 9 fiskemel for mykotoksiner. Ingen av de undersøkte fiskemelene inneholdt mykotoksiner.

Tabell 2. Gjennomsnittskonsentrasjoner og konsentrasjonsområde (min-maks verdier) for mykotoksiner (µg/kg) i fullfôr og vegetabilske fôrmiddel i 2018. HT-2 (<10 µg/kg) og T2 (<10 µg/kg) er ikke gitt siden ingen prøver hadde verdier over kvantifiseringsgrensen (LOQ)¹. Snittverdier er gitt der 20% eller mer av prøvesvarene er over LOQ. Siste rad viser anbefalt referanseverdi eller anbefalt grenseverdi for mykotoksiner i fullfôr og fôrmidler. [Meanconcentration and the minimum-maximum range of mycotoxins (µg/kg) in fish feed and plant protein analysed in 2018 (when 20% or more of the results are over LOQ). The recommended guidance values or recommended maximum limit for mycotoxin residues in feed and feed ingredients are given in the rows below the results (mg/kg)].

Prøver	AflatoxinB1 (µg/kg)	DON (µg/kg)	FumB1 (µg/kg)	FumB2 (µg/kg)	OchraA (µg/kg)	Zea (µg/kg)
--------	---------------------	-------------	---------------	---------------	----------------	-------------

Fullfôr						
Snitt 2018 (n=20)	< LOQ	41	< LOQ	< LOQ	< LOQ	50
Min-Maks	<1	<20-57	<20-300	<20-110	<1	<10-69
Prøver over LOQ	n.d.	20%	10%	10%	n.d.	30%
Anbefalt referanseverdi ¹⁾	10 ²⁾	2 000 ³⁾	10000 ⁴⁾	10000 ⁴⁾	1 000 ⁵⁾	1 000 ⁵⁾
Vegetabilskefôrmiddel						
Snitt 2018 (n=11)	8	578	6506	3405	< LOQ	1948
Min-Maks	<1-15.5	<20-950	<20-12000	<20-7500	<1-4.4	<10-4300
Prøver over LOQ	27%	36%	36%	36%	18%	36%
Anbefalt referanseverdi ¹⁾	20 ²⁾	8000-12 000	60000 ⁶⁾	60000 ⁶⁾	250	2000-3 000

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

2. For aflatoxin er det satt 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 FumB1 og FumB2 tilsammen er 10 000 µg/kg -fullfôr.

5. De norske anbefalte grenseverdier for sopp og mykotoksiner i fôrvarer (Mattilsynet, 13.mars 2019).

6. Anbefalte referanseverdi for FumB1 og FumB2 tilsammen er 60 000 µg/kg -fôrmiddel.

n.d.= ikke funnet («not detected»).

Fullfôrene (20 prøver), vegetabilskefôrmidler (11 prøver) og vegetabilsk olje (10 prøver) ble også analysert for de mer fettløselige mykotoksinene beauvericin og enniatin A, A1, B, B1 i 2018 (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. Det er studier som har vist restnivåer av forbindelsene i oppdrettsfisk [16]. En niatinog beauvericin har blitt undersøkt i fullfôr og vegetabilskefôrmiddel i dette overvåkingsprogrammet de siste 3 årene. Av fullfôrene som ble analysert i 2018 inneholdt 30% av prøvene enniatin og beauvericin over LOQ, med konsentrasjoner opp mot 250 µg/kg for enniatin B (Tabell 3). Dette er færre prøver over LOQ sammenlignet med fullfôr analysert i 2017, der 95% av fullfôrene inneholdt enniatin B og 68% inneholdt beauvericin [17]. Som tidligere år, vises det at vegetabilsk olje kan inneholde relativt høye verdier av enniatin, med konsentrasjon opp mot 450 µg/kg (Tabell 3). Alle de vegetabilsk oljene analysert i 2018 inneholdt enniatin B over LOQ. Av vegetabilskefôrmiddel inneholdt 4 av 10 prøver enniatin og/eller beauvericin. To av disse fôrmidlene var spesifisert å være maisgluten og hvetegluten, som også tidligere år ha vist å kunne inneholde disse mykotoksinene.

Tabell 3. Gjennomsnittskonsentrasjoner og konsentrasjonsområde (min-maks verdier) for beauvericin og enniatin (µg/kg) i fullfôr, vegetabilskefôrmiddel og vegetabilsk olje i 2018. 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 2018 (n=20)	19	11	16	75	22

Min-Maks	<10-25	<10-11	<10-16	<10-250	<10-54
Prøver over LOQ	30%	30%	30%	30%	30%
Vegetabiliske førmiddel					
Snitt 2018 (n=11)	1016¹⁾	< LOQ	< LOQ	< LOQ	< LOQ
Min-Maks	<10-2400 ¹⁾	<10	<10-15	<10-100	<10-48
Prøver over LOQ	27%	n.d.	9%	18%	9%
Vegetabiliske oljer					
Snitt 2018 (n=10)	18	26	23	235	58
Min-Maks	<10-24	<10-38	<10-29	<10-450	<10-110
Prøver over LOQ	40%	30%	60%	100%	90%

1. Den ene prøven ble reanalysert, og det var stor variasjon i resultatene (pga av homogenitet).

n.d.= ikke funnet («not detected»).

Basert på disse, og tidligere års analyser, kan det se ut som vegetabilisk olje kan være kilder til enniatin, og at hvete og maisgluten kan være kilder for beauvericin og enniatin i norsk fiskefôr. 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 førmidler og fiskefôr. Det er også behov for mer kunnskap om denne gruppen forbindelser; om potensielle effekter på fiskehelse og om potensialet for overføring fra fôr til de spiselige delene av fisken.

2.3 - Uønskede stoffer, organiske

2.3.1 - 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 førmidler [1, 18]. I 2018 ble det analysert 20 fullfôr, 9 fiskemel og 10 fiskeoljer for klorerte pesticider. Se tabell 4 for oversikt. Det er flere år siden det sist ble analysert for klorerte pesticider i fiskeoljer og fiskemel i dette programmet [19]. 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 [20]. Fullfôrene, fiskemelene og fiskeoljene inneholdt klorerte pesticider under de øvre grenseverdier fastsatt i EU (Tabell 4).

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 2018 hadde konsentrasjoner av aldrin over LOQ. Grenseverdien for dieldrin og aldrin i fullfôr og førmidler gjelder isolert eller sammen, uttrykt som aldrin på 10 µg/kg i førmidler 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 1,1 µg/kg, med variasjon fra 0,3 til 2,0 µg/kg. I fiskemel var snittverdien 4,8 µg/kg, med nivå fra 1,3 til 7,6 µg/kg, mens i fiskeolje var snittverdien 23,4 µg/kg med nivå fra 4,8 til 56,8 µg/kg [19].

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 2018 ble 20 fullfôr analysert for toksafen og det ble funnet en snittverdi på sum toksafen på 3,1 µg/kg og med et konsentrasjonsområde fra 0,6 til 5,8 µg/kg. I fiskemel var snittverdien 4,8 µg/kg, med nivå fra 1,3 til 7,6 µg/kg, mens i fiskeolje var snittverdien 23,4 µg/kg med nivå

fra 4,8 til 56,8 µg/kg. Tidligere analyser av toksafen i fiskeoljer har vist nivåer fra < LOQ til 92 µg/kg [19].

Klordan har vært forbudt å bruke i EU, og flere andre land siden 1980-tallet. I 2018 ble de tre kjemiske formene; cis- og trans- klordan og oksyklordan analysert i fullfôr, fiskemel og fiskeolje. 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 2018 funnet en snittverdi for klordan på 1,1 µg/kg, med nivå fra 0,6 til 1,6 µg/kg. I fiskemel var snittverdien 1,6 µg/kg, med nivå fra 0,5 til 2,6 µg/kg, mens i fiskeolje var snittverdien 6,7 µg/kg med nivå fra 1,2 til 16,3 µg/kg. Tidligere analyser av klordan i fiskeoljer har vist nivåer fra < LOQ til 28 µg/kg [19].

Tabell 4. Gjennomsnittskonsentrasjon og konsentrasjonsområde (min-maks verdier) av klorerte pesticider (µg/kg) i fullfôr i 2018. Summeringen er «upper bound» og molekylvektet¹⁾. Øvre grenseverdi er gitt i den siste raden (µg/kg). [Meanconcentration and the minimum-maximum range of chlorinated pesticides in fish feed in 2018. 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)
Fullfôr					
Snitt 2018 (n=20)	1,1	3,1	1,1	1,6	1,1
Min-Maks	0,3-2,0	1,4-5,8	0,6-1,6	0,9-1,8	<0,5-2,0
Øvre grenseverdi ¹⁾	20 ²⁾	50	20	50	10
Fiskemel					
Snitt 2018 (n=9)	1,3	4,8	1,6	1,0	2,4
Min-Maks	0,2-2,0	1,3-7,6	0,5-2,6	0,8-2,5	1,2-3,3
Øvre grenseverdi ¹⁾	10 ²⁾	20	20	100	10
Fiskeolje					
Snitt 2018 (n=10)	10,1	23,4	6,7	3,1	10,0
Min-Maks	1,5-21,0	4,8-56,8	1,2-16,3	3,0-3,2	1,6-23,1
Øvre grenseverdi ¹⁾	100 ²⁾	200	50	100	200

1. Gjeldendegrenser 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.

2. Isolerteller sammen, uttrykt som dieldrin.

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

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 2018 funnet en snittverdi på endosulfan på 1,6 µg/kg, med et konsentrasjonsområde fra 0,9 µg/kg og 1,8 µg/kg. I fiskemel var snittverdien 1,0 µg/kg, med nivå fra 0,8 til 2,5 µg/kg, mens i fiskeolje var snittverdien 3,1 µg/kg med nivå fra 3,0 til 3,2 µg/kg. Tidligere analyser av endosulfan i fiskeoljer har vist nivåer fra < LOQ til 3,1 µg/kg [19].

Heptaklor er et plantevernmiddel som også ble utfaset i 1980-årene. Tre former av heptaklor ble analysert i fullfôr i

2018; 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 7 av 20 analyserte fullfôr i 2018. I fullfôr var snittet for sum heptaklor («upper bound») 0,7 µg/kg, med nivåer fra 0,4 til 0,8 µg/kg. Også i fiskemel og fiskeolje var det kun cis-heptaklor epoxid som hadde nivåer over LOQ. I fiskemel var snittverdien 0,6 µg/kg, med nivå fra 0,4 til 1,0 µg/kg, mens i fiskeolje var snittverdien 2,4 µg/kg med nivå fra 1,7 til 4,3 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.

Heksaklorbenzen (HCB) ble tidligere brukt som plantevernmiddel, men i dag er produksjon og forbruk forbudt i de fleste land. I 2019 var snittverdien for HCB i fullfôr 1,1 µg/kg med nivå fra <0,5 til 2,0 µg/kg. Ingen av de analyserte fullfôrene hadde verdier over grenseverdien for HCB, som er 10 µg/kg. I fiskemel var snittverdien 4,8 µg/kg, med nivå fra 1,2 til 3,3 µg/kg, mens i fiskeolje var snittverdien 10,0 µg/kg med nivå fra 1,6 til 23,1 µg/kg. I tillegg ble det analysert for fire former av heksaklorsykloheksan (HCH) (alfa, beta, delta og gamma). Det var kun to av 20 fullfôr som inneholdt formen beta-HCH, mens de andre formene var under LOQ. Alle fiskoljer analysert inneholdt beta-HCH, mens 7 og 4 prøver inneholdt forholdsvis beta- og gamma-HCH. Ingen fiskemel inneholdt HCH over LOQ. Tidligere analyser av HCB i fiskeoljer har vist nivåer fra 0,4 til 20 µg/kg [19].

Tabell 5. Gjennomsnittskonsentrasjon og konsentrasjonsområde (min-maksverdier) av DDT-isomerer (µg/kg) i fullfôr i 2018. Summeringen er «upper bound» og molekylvektet¹⁾. Øvre grenseverdi er gitt i den siste raden (µg/kg). [Meanconcentration and the range (min-max concentration) of DDT isomers in fish feed in 2018. Sum DDT is determined as “upper bound” and molecular weighted¹⁾. The maximum levels are given in the rows below the results (mg/kg)]

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 2018 (n=20)	0,2	0,5	0,2	1,0	0,1	2,5	4,9
Min-Maks	<0,1-0,3	0,1-1,0	<0,1-0,3	0,2-2,3	<0,1-0,2	0,9-4,8	1,7-9,3
Øvre grenseverdi ¹⁾							50
Fiskemel							
Snitt 2018 (n=9)	0,3	0,5	0,4	1,1	0,2	3,7	6,8
Min-Maks	<0,1-0,6	<0,1-0,9	<0,1-0,8	<0,1-2,1	<0,1-0,3	0,3-7,5	0,6-13,3
Øvre grenseverdi ¹⁾							50
Fiskeolje							
Snitt 2018 (n=10)	1,2	3,3	0,5	8,4	0,5	22,1	40,5
Min-Maks	<0,2-3,5	<0,2-11,5	<0,2-3,8	<0,6-27,1	<0,2-1,3	<0,6-27,1	4,6-114,2
Øvre grenseverdi ¹⁾							500

1. Gjeldendegrenser 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 2018 ble det analysert 20 fullfôr, 9 fiskemel og 10 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 2018 var snittet for sum DDT 4,9

µg/kg, med nivå fra 1,7 til 9,3 µg/kg. I fiskemel var snittverdien 6,8 µg/kg, med nivå fra 0,6 til 13,3 µg/kg, mens i fiskeolje var snittverdien 40,5 µg/kg med nivå fra 4,6 til 114,2 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 [21], 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 [22].

For de klorerte pesticidene kan en generelt si at nivåene i fullfôr har vært stabile de siste 5 årene, med unntak av HCB der det var et fullfôr som oversteg den øvre grensen i fôr i 2014 [21]. Flere av pesticidene i fullfôr er under LOQ, og variasjonene i nivåene kan derfor i noen tilfeller gjenspeile analytiske egenskaper siden vi rapporterer «upper bound LOQ». Fiskeoljer undersøkt i 2018 inneholdt nivåer av klorerte pesticider i samme konsentrasjonsområde som sett i tidligere undersøkelser [19].

2.3.2 - Organofosfat pesticidforbindelser og ugressmidlene glyfosat, AMPA og glufosinat

I 2018 ble 20 fullfôr, 11 vegetabiliske fôrmidler (soyaproteinkonsentrat, hvetegluten, maisgluten og solsikkepellet) og 10 vegetabiliske oljer analysert for organofosfat pesticidforbindelser (116 ulike forbindelser). Av disse forbindelsene var det kun klorpyrifos-metyl og pirimifos-metyl som ble funnet i konsentrasjoner over LOQ (10 µg/kg for begge forbindelser) i fullfôrene (Tabell 6). Klorpyrifos-metyl ble funnet i 3 av 20 undersøkte prøver, med konsentrasjoner fra 13 til 30 µg/kg, og pirimifos-metyl ble påvist i 11 av 20 fullfôr med konsentrasjoner fra 10 til 19 µg/kg. Ett av fullfôrene inneholdt både klorpyrifos-metyl og pirimifos-metyl.

I de vegetabiliske fôrmidlene ble ingen av pesticidene funnet med nivåer over LOQ, heller ikke klorpyrifos-metyl og pirimifos-metyl. I de vegetabiliske oljene ble pirimifos-metyl funnet med nivåer over LOQ i 8 av 10 prøver undersøkt, med snittkonsentrasjon på 50 µg/kg, og nivåer fra 20 µg/kg til 100 µg/kg. Klorpyrifos-metyl ble ikke funnet i disse prøvene. Årets og tidligere års undersøkelser tyder på at vegetabiliske oljer er hovedkilden til pirimifos-metyl i fullfôr. I tillegg ble organofosfat pesticidet malathion funnet med konsentrasjoner over LOQ (20 µg/kg) i 4 av 10 undersøkte vegetabiliske oljer i 2018. Nivåene av malathion var mellom 30 og 58 µg/kg i disse prøvene. Malathion har også blitt registrert i vegetabiliske ingredienser, inkludert vegetabiliske oljer i en tidligere studie av pesticider i fôrråvarer [23]. Malathion ble ikke funnet i fullfôrprøver i den samme studien [23]. Dette er første gang Malathion har blitt målt i fôrmidler i dette overvåkingsprogrammet. Det er fastsatt «maximum residue limit» (MRL) for pesticider i vegetabiliske næringsmidler (https://ec.europa.eu/food/plant/pesticides/max_residue_levels_en). Vegetabiliske fôrmidler er ofte bearbeidet, og for bearbejdede produkter må det derfor korrigeres for fortykning/oppkonsentrering (prosesseringsfaktor) før man kan sammenlikne med MRL. Det er ikke MRL for organofosfat pesticider i fullfôr innen EU eller Norge.

Tabell 6. Gjennomsnittskonsentrasjon og konsentrasjonsområde (min-maksverdier) av klorpyrifos-metyl, pirimifos-metyl, glyfosat, amino-metyl-fosfonsyre (AMPA) og glufosinat (mg/kg) i fullfôr, vegetabiliske fôrmiddel og vegetabiliske oljer i 2018. Snittverdier er gitt der 20% eller mer av prøve svarene er over kvantifiseringsgrensen (LOQ).

[Meanconcentration (when 20% or more of the results are over LOQ) and the min-max concentrations of chlorpyrifos-methyl, pirimiphos-methyl, glyphosate, amino-methyl-phospho acid (AMPA) and gluphosinate (mg/kg) in fish feed, plant protein and plant oil in 2018].

Prøver	Klorpyrifos-metyl (mg/kg)	Pirimifos-metyl (mg/kg)	Glyfosat (mg/kg)	AMPA (mg/kg)	Glufosinat (mg/kg)
Fullfôr					
Snitt 2018 (n=20)	< LOQ	0,014	0,11	0,02	< LOQ
Min-Maks	<0,01-0,03	<0,01-0,019	0,03-0,20	0,01-0,06	<0,01
Prøver over LOQ	15%	55%	100%	95%	n.d.

Vegetabilsk fôrmiddel					
Snitt 2018 (n=11)	< LOQ	< LOQ	0,16	0,03	< LOQ
Min-Maks	<0,01	<0,01	<0,01-0,48	<0,01-0,07	<0,01
Prøver over LOQ	n.d.	n.d.	55%	45%	n.d.
Vegetabilsk olje					
Snitt 2018 (n=10)	< LOQ	0,04	n.a.	n.a.	n.a.
Min-Maks	<0,02	<0,02-0,10			
Prøver over LOQ	n.d.	80%			

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

n.d.= ikke funnet (not detected).

Glyfosat er det mest brukte ugressmiddelet både i Norge og globalt. I 2018 ble 20 fullfôr og 11 vegetabiliske fôrmidler analysert for glyfosat og nedbrytningsproduktet, amino-metyl-fosfonsyre (AMPA). 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 2018 var noe lavere sammenlignet med glyfosat med en snittverdi på 0,02 mg/kg og med konsentrasjoner fra <0,01 mg/kg til 0,06 mg/kg. Av de vegetabiliske fôrmidlene, ble glyfosat funnet med konsentrasjoner over LOQ for 6 av 11 undersøkte prøver. Snittverdien i de vegetabiliske fôrmidlene var 0,3 mg/kg med konsentrasjoner fra <0,01 mg/kg til 0,5 mg/kg. AMPA ble målt over LOQ i 5 av 11 vegetabiliske fôrmiddel, der konsentrasjonene varierte fra <0,01 mg/kg til 0,05 mg/kg. 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 [24]. MRL verdien for glyfosat i soyabønner er 20 mg/kg våt vekt. Det er ikke gitt MRL for prosesserte produkter. Derfor bruker Mattilsynet spesielle prosesseringsfaktorer, der disse finnes, og regner tilbake til det tilsvarende uprosesserte produktet som det er fastsatt MRL for.

Glufosinat er et bredspektret herbicid (ugressmiddel) som brukes for å kontrollere ugress. Det ble analysert for glufosinat i 20 fullfôr og i 11 vegetabiliske fôrmidler i 2018. Ingen av de undersøkte prøvene inneholdt nivåer av glufosinat over LOQ (0,01 mg/kg), og dette stemmer med resultater fra tidligere år.

2.3.3 - PCB og dioksiner (PCDD/PCDF)

PCB (polyklorerte bifenyler) er en gruppe stoffer som kan teoretisk bestå av hele 209 ulike kjemiske former. PCB blir ofte delt inn i to hovedgrupper; Ikke-dioksinlignende PCB (i denne inngår PCB6) og dioksinlignende PCB (dl-PCB). Dioksinlignende-PCB har samme effekt som dioksiner. Når man snakker om dioksiner henviser man til to grupper av klorerte hydrokarboner; polyklorerte dibenzo-p-dioksin (PCDD) og polyklorerte dibenzofuraner (PCDF). Siden disse har svært lik kjemisk struktur blir disse gruppene vanligvis behandlet som én gruppe.

Det er etablerte grenseverdier for PCB i ulike fôrmidler og fôrblandinger [1]. 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. Dette er nøkkelkongener som det er mye av og som forteller noe om kildene til PCB. Det ble analysert 20 prøver av fullfôr, 9 prøver av fiskemel og 10 prøver av fiskeoljer for PCB6 i 2018 (Tabell 7). For fullfôr varierte resultatene for sum PCB6 fra 0,9 til 5,9 µg/kg med et snitt på 3,0 µg/kg. Dette er noe lavere enn resultatene for 2017, der snittet var 5,5 µg/kg. Ingen av fôrene var over øvre grenseverdi for PCB6 som er 40 µg/kg i fullfôr. For de 9 fiskemelsprøvene analysert i 2018 var snittet for sum PCB6 4,7 µg/kg, med et konsentrasjonsområde fra 0,6 til 8,7 µg/kg. Dette er under grenseverdien for fiskemel som er 30 µg/kg. Snittet for sum PCB6 i de 10 fiskeoljene analysert i 2018 var 26,7 µg/kg med et konsentrasjonsområde fra 2,5 til 74,0 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.

I 2018 ble det analysert 20 prøver av fullfôr, 9 fiskemel og 10 fiskeoljer for dioksiner og dioksin-lignende (dl)-PCB (Tabell 7). 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) [25, 26]. Det vil si at konsentrasjonen for de ulike kongenerne blir multiplisert med sine respektive 2005 TEF verdier, og summen av dioksiner og dl-PCB oppgis som sum totale toksikologiske ekvivalenter (sum TEQ).

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 2018. Sum PCB₆ er «upper bound». Øvre grenseverdi er gitt under de analyserte verdiene (µg/kg). [Meanconcentration 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 2018. 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 PCB ₆ (µg/kg)
Fullfôr							
Snitt 2018 (n=20)	0,1	0,3	0,5	0,7	1,2	0,3	3,0
Min–Maks	<0,1-0,2	<0,1-0,5	0,1-1,0	0,2-1,4	0,3-2,2	0,1-0,6	0,9-5,9
Øvre grenseverdi fullfôr							40
Fiskemel							
Snitt 2018 (n=9)	0,1	0,4	0,8	1,1	1,8	0,4	4,7
Min–Maks	<0,1-0,2	<0,1-0,7	0,1-1,4	0,1-2,1	0,2-3,5	0,1-0,8	0,6-8,7
Øvre grenseverdi fiskemel							30
Fiskeolje							
Snitt 2018 (n=10)	0,8	2,5	4,4	6,0	10,4	2,4	26,7
Min–Maks	<0,3-1,6	0,3-4,3	0,3-12,0	0,5-19,0	0,8-30,0	0,3-6,1	2,5-74,0
Øvre grenseverdi fiskeolje							175

For dioksiner (sum av 17 former for PCDD/PCDF) varierte innholdet i fullfôr analysert i 2018 fra 0,21 til 0,52 ng TEQ/kg, med et snitt på 0,33 ng TEQ/kg (Tabell 8). Grenseverdien for dioksiner i fiskefôr er på 1,75 ng TEQ/kg, og dermed er alle analyseresultatene i 2018 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 2018 hadde en snittverdi av sum dl-PCB på 0,3 TEQ/kg med variasjon fra 0,08 til 1,2 ng TEQ/kg. For summen av dioksiner og dl-PCB (sum TEQ) inneholdt fullfôr et snitt på 0,6 ng TEQ/kg, med nivåer fra 0,3 til 1,7 ng TEQ/kg. Ingen av fullfôrene var over grenseverdien på 5,5 ng TEQ/kg. Resultatene for 2018 viser noe lavere snitt enn resultater fra dette programmet i 2017 og 2016, der snittet for sum TEQ i fullfôr var henholdsvis 0,74 ng TEQ/kg og 0,82 ng TEQ/kg [17, 27].

Fiskemel analysert i 2018 viste et snittinnhold av dioksiner (sum av PCDD/PCDF) på 0,3 ng TEQ/kg med nivå fra 0,35 til 0,42 ng TEQ/kg, og et snitt av dl-PCB på 0,5 ng TEQ/kg med nivå fra 0,1 til 0,8 ng TEQ/kg (Tabell 8). Sum TEQ i fiskemel viste et snitt på 0,8 ng TEQ/kg med et konsentrasjonsområde fra 0,4 til 1,2 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 2018 inneholdt et snitt av dioksiner (sum av PCDD/PCDF) på 1,4 ng TEQ/kg med nivå fra 0,4 til 2,3 ng TEQ/kg (Tabell 8). Dette er under grenseverdien på 5,0 ng TEQ/kg. For sum dl-PCB var snittet i fiskeoljene var 2,35 ng TEQ/kg, og med konsentrasjonsområde fra 0,4 til 5,5 ng TEQ/kg. Sum TEQ i fiskeolje var 3,7 ng TEQ/kg med nivå fra 1,1 til 7,4 ng TEQ/kg i 2018 (Tabell 8). Dette er også under den øvre grenseverdien som er på 20,0 ng TEQ/kg.

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 2018. Summen er «upper bound», og gitt i ng TEQ/kg¹⁾. Øvre grenseverdier er gitt under de analyserte verdiene (ng TEQ/kg). [Meanconcentration 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 2018. Sum is «upperbound» 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 ²⁾ (ngTEQ/kg)	SumTEQ ³⁾ (ngTEQ/kg)
Fullfôr			
Snitt 2018 (n=20)	0,33	0,3	0,6
Min-Maks	0,21–0,52	0,08-1,2	0,3-1,7
Grenseverdi fullfôr	1,75		5,5
Fiskemel			
Snitt 2018 (n=9)	0,33	0,5	0,8
Min-Maks	0,26-0,42	0,08-0,8	0,4-1,2
Grenseverdi fiskemel, biprodukt (-olje)	1,25		4,0
Fiskeolje			
Snitt 2018 (n=10)	1,4	2,4	3,7
Min-Maks	0,4-2,3	0,4-5,5	1,1-7,4
Grenseverdi fiskeolje	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)s

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

2.3.4 - 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: tetrabromobisfenol A (TBBP-A), heksabromsyklododekan (HBCD), polybromerte difenyletere (PBDE), polybromerte bifenyl (PBB) og andre bromerte flammehemmere [28]. HBCD og TBBP-A blir brukt forholdsvis mye i Asia sammenlignet med Europa og Amerika. I EU er det restriksjoner, eller forbud mot å bruke noen typer bromerte flammehemmere. Siden forbindelsene er persistente, finnes de likevel i miljøet. Nasjonalt har Miljødirektoratet laget en handlingsplan for å redusere utslipp av bromerte flammehemmere [29]. I 2018 ble det analysert for sum PBDE7, sum HBCD (α , β og γ) og TBBP-A i 20 fullfôr, 9 fiskemel og 10 fiskeolje (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 ($\mu\text{g}/\text{kg}$) i fullfôr, fiskemel og fiskeolje i 2018. Summen er «upper bound».

[Meanconcentration and the range (min-max concentration) of PBDE ($\mu\text{g}/\text{kg}$) congeners in fish feed, fishmeal and fish oil in 2018. The sums are «upper bound»].

Prøver	PBDE-28 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	PBDE-47 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	PBDE-100 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	PBDE-99 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	PBDE-154 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	PBDE-153 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	PBDE-183 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	Sum PBDE ₇ ($\mu\text{g}/\text{kg}$)
Fullfôr								
Snitt 2018 (n=20)	0,01	0,21	0,05	0,03	0,03	0,01	< LOQ	0,38
Min-Maks	<0,01-0,03	0,04-0,45	0,01-0,10	0,01-0,05	<0,01-0,05	<0,01-0,01	<0,02-<0,05	0,12-0,73
Fiskemel								
Snitt 2018 (n=9)	0,02	0,27	0,06	0,05	0,07	0,02	< LOQ	0,52
Min-Maks	<0,01-0,03	0,02-0,54	0,04-0,15	<0,01-0,10	<0,01-0,14	<0,01-0,03	<0,02-<0,05	0,06-1,00
Fiskeolje								
Snitt 2018 (n=10)	0,10	1,50	0,33	0,23	0,27	0,07	< LOQ	2,67
Min-Maks	<0,03-0,30	0,11-3,30	0,03-0,69	0,03-0,60	0,03-0,67	<0,03-0,13	<0,07-<0,29	0,34-5,00

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 0,38 $\mu\text{g}/\text{kg}$, med nivå fra 0,12 $\mu\text{g}/\text{kg}$ til 0,73 $\mu\text{g}/\text{kg}$. Som også vist tidligere år, er det formen PBDE-47 som er den mest dominerende formen av sum PBDE₇ i fullfôr (utgjør 30-60%). For fiskemel var snittverdien for sum PBDE₇ 0,5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ og med et konsentrasjonsområde på 0,06 $\mu\text{g}/\text{kg}$ til 1,00 $\mu\text{g}/\text{kg}$. For fiskeoljer var nivåene noe høyere enn for fullfôr og fiskemel, dette gjenspeiler den fettløselige egenskapen til disse forbindelsene. Snittverdien for fiskeoljene analysert i 2018 var 2,67 $\mu\text{g}/\text{kg}$ med nivå fra 0,34 $\mu\text{g}/\text{kg}$ til 5,00 $\mu\text{g}/\text{kg}$. Også for fiskeolje og fiskemel er PBDE-47 den dominerende kongeneren som står for henholdsvis 24-66% og 34-56% av sum PBDE.

I 2018 ble det analysert 76 fullfôr, 9 fiskemel og 10 fiskeoljer for TBBP-A og tre HBCD kongenerne (α , β og γ) (Tabell 10). Snittverdien for summen av de tre HBCD kongenerne var 0,11 $\mu\text{g}/\text{kg}$ for fullfôr, 0,13 $\mu\text{g}/\text{kg}$ for fiskemel og 0,97 $\mu\text{g}/\text{kg}$ for fiskeolje med maksverdier på henholdsvis 0,21 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 0,24 $\mu\text{g}/\text{kg}$ og 2,68 $\mu\text{g}/\text{kg}$. Den dominerende HBCD kongeneren i både fullfôr, fiskeolje og fiskemel var α -HBCD, som utgjør typisk mellom 50 og 95% av sum HBCD. Ingen av prøvene inneholdt TBBP-A i konsentrasjoner over LOQ.

Tabell 10. Gjennomsnittskonsentrasjoner og konsentrasjonsområde (min-maks verdier) av HBCD kongenerne og TBBP-A ($\mu\text{g}/\text{kg}$) i fullfôr, fiskemel og fiskeolje i 2018. Summener «upper bound». [Meanconcentration and the range (min-max concentration) of HBCD congeners and TBBP-A ($\mu\text{g}/\text{kg}$) in fish feed, fishmeal and fishoil in 2018. The sums are «upper bound»].

Prøver	α -HBCD ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	β -HBCD ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	γ -HBCD ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	Sum HBCD ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	TBBP-A ($\mu\text{g}/\text{kg}$)
Fullfôr					
Snitt 2018 (n=20)	0,09	0,01	0,01	0,11	< LOQ
Min-Maks	0,03-0,17	<0,01-0,06	<0,01-0,03	0,05-0,21	<0,04-<0,1
Fiskemel					
Snitt 2018 (n=9)	0,12	< LOQ	< LOQ¹	0,13	< LOQ

Min–Maks	<0,01-0,23	<0,01	<0,01-0,007	0,02-0,24	<0,10
Fiskeolje					
Snitt2018 (n=10)	0,90	< LOQ¹	0,04	0,97	< LOQ
Min–Maks	0,05-2,57	<0,01-0,03	<0,03-0,08	0,09-2,68	<0,04-<0,49

1. Alle prøver under LOQ, med unntak av én prøve.

2.3.5 - Polyaromatiske hydrokarboner (PAH)

I 2018 ble 20 fullfôr, 11 vegetabiliske fôrmidler og 10 vegetabiliske oljer analysert for 16 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 [30]. 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 [31], 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.

Av fullfôrene undersøkt i 2018 inneholdt 90% av prøvene benzo(a)antracen og chrysen, og 70% av prøvene inneholdt benzo(b)fluoranten og benzo(a)pyren over LOQ til metoden (Tabell 11). For fullfôrene var snittet («upper bound») for benzo(a)pyren 0,34 µg/kg, benzo(a)antracen 0,49 µg/kg, chrysen 0,59 µg/kg og benzo(b)fluoranten 0,35 µg/kg. Sum PAH₄ for fullfôrene analysert i 2018 var 1,8 µg/kg. Gjennomsnittsverdien for Sum PAH₄ er på samme nivå som rapportert i 2017 og 2018.

Tabell 11. Konsentrasjonsområde (min-maks verdier) for PAH-forbindelser (µg/kg) i fullfôr, vegetabiliske fôrmidler og vegetabiliske oljer i 2018 ¹⁾. Antall prøver over LOQ (%) viser prosentvis antall prøver som var over kvantifiseringsgrensen for den enkelte analytt. Sum PAH₄ ²⁾ er «upper bound». [PAH's concentration range (min-max, µg/kg) in fish feed, plant protein and plant oil in 2018. The number of samples with concentrations over LOQ's for the respective PAH's are given in relation to the total number of samples analyzed (%)].

PAH-forbindelser	Fullfôr 2018 (n=20)		Vegetabiliske fôrmidler 2018 (n=11)		Vegetabiliske oljer 2018 (n=10)	
	Min-maks (µg/kg)	Prøver over LOQ (%)	Min-maks (µg/kg)	Prøver over LOQ (%)	Min-maks (µg/kg)	Prøver over LOQ (%)
Benzo(a)antracen	<0,3-0,8	90	<0,07-2,0	64	<0,8-4,0	90
Chrysen	<0,3-0,9	90	<0,07-0,7	64	0,3-5,0	100
Benzo(b)fluoranten	<0,2-0,5	70	<0,07-1,4	45	<0,8-2,6	90
Benzo(a)pyren	<0,3-0,6	70	<0,07-1,1	45	<0,8-2,9	80
Benzo(k)fluoranten	<0,2-<0,3	<i>n.d.</i>	<0,07-0,7	36	<0,7-1,2	40
Benzo(j)fluoranten	<0,2-<0,3	<i>n.d.</i>	<0,07-0,7	36	<0,7-1,5	50
Benzo(c)fluoren	<0,2-<0,3	<i>n.d.</i>	<0,07-0,2	27	<0,7-0,8	10
Benzo(g,h,i)perylene	<0,3-0,5	50	<0,07-0,8	45	<0,8-3,0	90
Indeno(1,2,3-cd)pyren	<0,2-0,3	20	<0,07-0,4	67	<0,7-1,8	70
Cyclopenta(c,d)pyren	<0,2-1,2	55	<0,07-0,08	9	<0,7-5,0	60
Dibenzo(a,h)antracen	<0,2-<1,5	<i>n.d.</i>	<0,07-0,2	9	<0,4-<3,5	<i>n.d.</i>

Snitt Σ PAH4 ²⁾	1,8	1,7	6,5
(min-maks)	1,2-2,8	0,3-6,7	1-14,5

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».

n.d.= ikke funnet («not detected»).

Flere av fullfôrene undersøkt i 2018 hadde også nivåer av benzo(g,h,i)perylene (50%), cyclopenta(c,d)pyren (55%) og Indeno(1,2,3-c,d)pyrene (20%) over LOQ-verdiene. Nivåene for disse forbindelsene ligger fra <0,2 til 1,2 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 [32].

Av vegetabiliske fôrmidler analysert i 2018 inneholdt 64% av prøvene benzo(a)antracen og chrysen, og 45% av prøvene inneholdt benzo(b)fluoranten og benzo(a)pyren over LOQ til metoden (Tabell 11). På samme måte som tidligere år var det et maisglutenmel som hadde de høyeste konsentrasjonene av benzo(a)pyren, benzo(a)antracen, chrysen og benzo(b)fluoranten, med en sum PAH4 på 6,7 µg/kg. Det var også to andre vegetabiliske fôrmidler (maismel og maisglutenmel) med Sum PAH4 på henholdsvis 3,8 og 4,6 µg/kg. Snitt sum PAH4 for vegetabiliske fôrmidler var 1,7 µg/kg i 2018.

I vegetabiliske oljer analysert i 2018 ble chrysen funnet med nivå over LOQ i alle prøver analysert, med nivå fra 0,3 til 5,0 µg/kg. Også de andre indikatorkomponentene, benzo(a)antracen og benzo(b)fluoranten og benzo(a)pyren ble funnet i nivåer over LOQ for en stor del av de vegetabiliske oljene (80 -90%) analysert i 2018 (Tabell 11). Snitt sum PAH4 for vegetabiliske oljer var 6,5 µg/kg i 2018. De siste 4 årene har snittet for sum PAH4 variert mellom 8,8 og 3,5 µg/kg i vegetabiliske oljer.

2.3.6 - Perfluorerte forbindelser (PFAS)

Perfluorerte forbindelser (PFAS), slik som er 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. 2017 var det første året der PFAS ble undersøkt i fullfôr. I 2018 ble også 20 fullfôr analysert for 15 ulike PFAS forbindelser². I likhet med 2017 analysene, var det ingen av fôrprøvene som inneholdt nivå av PFAS over LOQ. Det er lite kunnskap om utbredelsen av PFAS i fôr og i fôrråvarer, og EFSA etterspør data på disse forbindelser i mat.

EFSA arbeider nå med en risikovurdering av PFAS i forhold til folkehelse [34]. 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 [35]. Risikovurderingen vil videre sette søkelys på mulige risikoer for folkehelse knyttet til andre PFAS enn PFOS og PFOA.

2.4 - Uønskede stoff, 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 2018 var det fokus på næringsstoffer, og da ble det ikke utført analyser av kjemiske former, kun total konsentrasjon av grunnstoffene. I 2018 ble 20 fullfôr, 9 fiskemel, 11 vegetabiliske fôrmiddel, 10 vegetabiliske oljer og 10 mineralpremikser analysert for totalt innhold av arsen, kadmium, kvikksølv og bly (Tabell 12).

2.4.1 - Arsen (As)

Resultatene for arsen i fullfôr viste et snitt på 2,4 mg/kg, med konsentrasjoner fra 1,0 til 7,1 mg/kg. Dette er under den fastsatte øvre grenseverdien for arsen på 10 mg/kg. I fiskemel var snittinnholdet av arsen på 7,3 mg/kg, med en variasjon fra 2,6 til 12 mg/kg. Den øvre grenseverdien for arsen i fiskemel er 25 mg/kg, og nivåene er dermed under denne grensen. Som også vist tidligere år, inneholdt de vegetabiliske fôringrediensene, både fôrmidler og oljer relativt lave nivå av arsen (Tabell 12). Gjennomsnittskonsentrasjonen i vegetabiliske fôrmidler og oljer var henholdsvis 0,05 mg/kg og 0,01 mg/kg i prøvene analysert i 2018. Marine råvarer har generelt høyere nivå av arsen enn plantebaserte fôrmidler [35, 36], og også fiskeoljer kan ha høye nivåer av arsen i form av lipidløselige arsenolipider [37]. I 2018 ble 10 mineralpremikser analysert for arsen og snittverdien var 0,38 mg/kg, med nivå opp til 0,73 mg/kg, og dermed relativt lave nivå av arsen (Tabell 12). Det er ikke fastsatt grenseverdi for arsen i premikser.

2.4.2 - Kadmium (Cd)

Resultatene for kadmium viste et gjennomsnitt på 0,16 mg/kg fullfôr, med nivåer fra under LOQ (< 0,01 mg/kg) til 0,56 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 0,44 mg/kg, med nivåer fra 0,15 til 0,5 mg/kg. For de vegetabiliske fôrmidlene var snittverdien for kadmium på 0,02 mg/kg med nivåer fra <0,01 til 0,09 mg/kg. Det var ingen av de vegetabiliske oljene som hadde konsentrasjon av kadmium over LOQ til metoden (0,005 mg/kg). Mineralpremikser og tilsetningsstoffer kan bidra med kadmium til fullfôr. I 2018 analyserte vi 10 mineralpremikser, og snittverdien var 0,77 mg/kg med nivåer fra 0,05 til 2 mg/kg. Dette er under den øvre grenseverdien for kadmium i premikser som er på 15 mg/kg.

Tabell 12. Gjennomsnittskonsentrasjoner og konsentrasjonsområde (min-maks verdier) av arsen (As), kadmium (Cd), kvikksølv (Hg) og bly (Pb) i fullfôr, vegetabiliske fôrmiddel og mineralpremikser i 2018 (mg/kg). Øvre grenseverdier er gitt under de analyserte verdiene (mg/kg)¹⁾. [Mean concentration and the range (min-max concentration) of total arsenic (As), cadmium (Cd), total mercury (Hg) and lead (Pb) in fish feed, plant protein, plant oil and mineral premixes in 2018 (mg/kg). The maximum levels are given in the rows below the results (mg/kg)]

Prøver	Arsen (As) (mg/kg)	Kadmium (Cd) (mg/kg)	Kvikksølv (Hg) (mg/kg)	Bly (Pb) (mg/kg)
Fullfôr				
Snitt 2018 (n=76)	2,4	0,16	0,03	0,04
Min-Maks	1,0-7,1	<0,05-0,56	<0,01-0,10	<0,02-0,13
Grenseverdi	10	1,0	0,2	5
Fiskemel				
Snitt 2018 (n=9)	7,3	0,44	0,13	0,08
Min-Maks	2,6-12,0	0,15-1,5	0,02-0,19	<0,02-0,13
Grenseverdi	25	2,0	0,5	10
Vegetabilisk fôrmiddel				
Snitt 2018 (n=11)	0,05	0,02	< LOQ	0,04
Min-Maks	<0,09-0,1	<0,01-0,09	<0,004-<0,04	<0,02-0,06
Grenseverdi	2	1,0	0,1	10
Vegetabilisk olje				
Snitt 2018 (n=10)	0,01 ²⁾	< LOQ	< LOQ	< LOQ ³⁾
Min-Maks	<0,009-0,019	<0,004-<0,005	<0,004-<0,005	<0,02-0,04
Grenseverdi	2	1,0	0,1	10
Mineralpremikser				

Snitt 2018 (n=10)	0,38	0,77	0,02	1,73
Min-Maks	0,15-0,73	0,05-2,00	0,01-0,05	0,38-3,30
Grenseverdi	-	15	-	200

1. Gjeldende grenser på fôrområdet i Norge og EU, i henhold til förforskriften 2002/32/EC og «amendment» (senere tilførelser).
2. Tre av 11 prøver over LOQ.
3. To av 11 prøver over LOQ.

2.4.3 - Kvikksølv (Hg)

Analyser av kvikksølv i 2018 viste at fullfôr inneholdt konsentrasjoner av kvikksølv fra under deteksjonsgrensen (<0,01 mg/kg) til 0,10 mg/kg med en gjennomsnittsverdi på 0,03 mg/kg fullfôr. Ingen av fullfôrene oversteg øvre grenseverdi på 0,2 mg/kg. Fiskemel hadde et gjennomsnitt på 0,13 mg/kg og varierte fra 0,02 til 0,19 mg/kg. Dette er under den øvre grenseverdien for kvikksølv i fiskemel som er på 0,5 mg/kg. Også for kvikksølv, er nivåene i vegetabiliske fôrmidler og oljer generelt lave sammenlignet med marine kilder. I 2018 ble det ikke funnet nivå av kvikksølv over LOQ i noen av de vegetabiliske oljene eller fôrmidlene undersøkt (Tabell 11). Analyser av mineralpremikser, viste en gjennomsnittskonsentrasjon av kvikksølv på 0,02 mg/kg, med konsentrasjoner fra 0,01 til 0,05 mg/kg (Tabell 11). Det er ingen grenseverdi for kvikksølv i premikser i EU eller Norge.

2.4.4 - Bly (Pb)

Analyser av bly viste svært lave konsentrasjoner av metallet i både fullfôr og i vegetabiliske fôrmidler (Tabell 12). Dette har også blitt sett tidligere år. I fullfôr var gjennomsnittskonsentrasjonen av bly på 0,04 mg/kg, med variasjon fra under LOQ (<0,02 mg/kg) til 0,13 mg/kg. Dette er under øvre grenseverdi for bly i fullfôr som er 5 mg/kg. Vegetabiliske fôrmiddel hadde et snitt av bly på 0,04 mg/kg med et konsentrasjonsområde på <0,02 mg/kg til 0,06 mg/kg, mens kun én av de undersøkte vegetabiliske oljene hadde kvantifiserbare konsentrasjoner av bly på 0,04 mg/kg. Fiskemel hadde også lave nivåer av bly med en snittkonsentrasjon på 0,04 mg/kg, med den minste konsentrasjon under LOQ og den høyeste konsentrasjon på 0,13 mg/kg. Dette er under grenseverdien på 10 mg/kg. I de 10 mineralpremiksene undersøkt i 2018 ble det funnet en snittkonsentrasjon for bly på 1,73 mg/kg med et konsentrasjonsområde fra 0,38 mg/kg til 3,3 mg/kg. Alle premiksene var under øvre grenseverdien som er 200 mg/kg for bly.

2.5 - Tilsetningsstoff

Tilsetningsstoffer er gruppert i kategorier og funksjonelle grupper, der antioksidanter, mineraler og vitaminer og fargestoffer er aktuelle funksjonelle grupper. I 2018 ble det ikke analysert for noen fargestoffer som for eksempel astaxanthin og cantaxanthin i dette programmet. 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 [7] 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 de spesifikke fôrene.

2.5.1 - Antioksidanter

I Norge og EU er det tillat 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 2018 ble det analysert 76 fullfôr, 9 fiskemel og 10 fiskeoljer for én eller flere av følgende syntetiske antioksidantene; BHA, BHT og EQ og ethoxyquin dimer (EQDM) (Tabell 13).

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 er EQ autorisert til bruk som et tilsetningsstoff i fôr til alle dyr (oppdrett). Denne autorisasjonen er nå trukket tilbake (suspendert) [39], og EQ skal fases ut som tilsetningsstoff innen 2020. Innen utfasingen, 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 tilsattes andre antioksidanter for å forhindre harskning, og det endelige fullfôret får da en blanding av ulike antioksidanter.

I 2018 ble det analysert 76 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 <0,01 mg/kg til 13,0 mg/kg, med en snittverdi på 3,0 mg/kg i 2018 (Tabell 13). Konsentrasjonene er lavere enn resultatene for fullfôr i 2017, der den høyeste konsentrasjonen var 47,9 mg/kg, og snittverdien var 6,7 mg/kg. I 2016 programmet var snittkonsentrasjonen for EQ på 11,6 mg/kg. Både i 2017 og 2016 programmet inneholdt alle de undersøkte fullfôrene EQ over LOQ, mens i 2018 var det to fullfôr som hadde konsentrasjoner av EQ under LOQ. Resultatene viser dermed at EQ fremdeles er tilstede i de fleste fullfôr, men resultatene tyder på at nivåene av EQ i fullfôr minker.

Konsentrasjonen av BHT i fullfôr varierte fra <0,04 mg/kg til 41,0 mg/kg, med en snittverdi på 14,0 mg/kg i 2018. Resultatene er på samme nivå som resultatene viste for fullfôr analysert i 2017 og 2016, med snittverdier av BHT på henholdsvis 12,3 og 14,8 mg/kg. I 2018 var gjennomsnittskonsentrasjonene for BHA i fullfôr på 7,6 mg/kg, med konsentrasjoner fra <0,002 til 110 mg/kg. Dette også et relativt likt nivå som 2017 og 2016, med snittverdier av BHA på henholdsvis 7,4 og 11,7 mg/kg. Konsentrasjonen av sum antioksidanter i fullfôr varierte fra 0,9 til 126,4 mg/kg, med et gjennomsnitt på 24,7 mg/kg i 2018 (Tabell 13). Det var ingen fullfôr som var over grenseverdien på 150 mg/kg.

Tabell 13. Gjennomsnittskonsentrasjoner og konsentrasjonsområde (min-maks verdier) av ethoxyquin (EQ), butylhydroksyanisol (BHA) og butylhydroksytoluen (BHT) (mg/kg) i fullfôr, fiskemel, fiskeolje og vegetabilisk fôrmiddel i 2018. Det høyeste tillatte innhold av EQ + BHA + BHT, alene eller for sum antioksidanter er 150 mg/kg¹). 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 2018. 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) ¹
Fullfôr					
Snitt 2018 (n=76)	3,0	0,22	7,6	14,0	24,7
Min-Maks	<0,01-13,0	<0,07-1,3	<0,002-110,0	<0,04-41,0	0,9-126,4
Prøver over LOQ	97%	29%	82%	92%	
Fiskemel					
Snitt 2018 (n=9)	32,6	5,6	<i>n.a.</i>	<i>n.a.</i>	38,2 ²⁾
Min-Maks	<0,01-152,0	<0,07-39,0			0,1-180,0
Prøver over LOQ	89%	33%			
Fiskeolje					
Snitt 2018 (n=10)	<i>n.a.</i>	<i>n.a.</i>	6,5	<i>n.a.</i>	<i>n.a.</i>
Min-Maks			<0,02-38,0		

Prøver over LOQ			60%		
Veg førmiddel					
Snitt 2018 (n=11)	< LOQ	< LOQ	<i>n.a.</i>	<i>n.a.</i>	<i>n.a.</i>
Min-Maks	<0,009-0,03				
Prøver over LOQ	9%				

1. Sum antioksidanter er ethoxyquin + BHA + BHT

2. Sum ethoxyquin og ethoxyquin dimer.

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

EQ kan omdannes til en rekke transformasjonsprodukter. I fôr kan EQ omdannes til minst 15 ulike produkter når en utsetter det for kontrollert oksidasjon [40]. Den mest kjente produktet er EQ dimer (1,8'-EQDM) som er vanligvis den mest dominerende av transformasjonsproduktene dannet av EQ i fiskefôr [41]. Produktet har også blitt målt i fiskefilet [42]. En nylig studie viste at minst 23 ulike transformasjonsprodukter av EQ blir dannet i laksefilet når oppdrettslaks ble gitt fiskefôr som inneholdt EQ [43]. Studien viste videre at EQDM var den mest dominerende formen. EQDM omfattes ikke av regelverket. I 2018 ble det likevel analysert for EQDM i 76 fullfôr. Konsentrasjonene var fra <0,07 til 1,3 mg/kg, med en gjennomsnittverdi på 0,22 mg/kg. For summen av EQ og EQDM («upper bound») var gjennomsnittverdien 3,3 mg/kg, med konsentrasjoner fra 0,08 til 13,9 mg/kg. Resultatene er lavere enn konsentrasjonene målt for fullfôr i 2017, der den høyeste konsentrasjonen var 61,1 mg/kg, og snittverdien var 7,7 mg/kg.

De høyeste verdiene av EQ ble målt i fiskemel der resultatene varierte fra <0,009 mg/kg til 152,0 mg/kg. I fiskemel var summen av EQ og EQDM mellom 0,08 mg/kg til 180,0 mg/kg, med et gjennomsnitt på 38,2 mg/kg for de 9 fiskemelene undersøkt. Det var to fiskemel som inneholdt verdier av EQ på over 100 mg/kg. For begge disse melene stod EQDM for 15% av summen av EQ og EQDM. I 2018 målte vi BHA i fiskeolje. Alle oljene hadde lave konsentrasjoner av BHA (< 0,002 til 0,6 mg/kg), med unntak av en olje som inneholdt 38,0 mg/kg.

2.5.2 - Mineraler

I 2018 ble 76 fullfôr, 9 fiskemel, 11 vegetabiliske førmidler, 10 vegetabiliske oljer og 10 mineralpremikser analysert for de essensielle mineralene jern, sink, kobber, mangan, kobolt, molybden og selen.

Jern (Fe)

I fiskefôr er kilden for jern hovedsakelig mineralpremikser og fiskemel. Også plantebaserte ingredienser kan ha tilsvarende nivå, eller noen ganger til og med høyere enn fiskemel [44]. Jern fra marine produkter er likevel mer biotilgjengelig enn jern fra plantebaserte ingredienser, ettersom tilstedeværelsen av f.eks. forbindelsen fytat i planter kan påvirke opptaket av jern i fisken [45]. Det er generelt forskjeller i tilgjengeligheten av ulike former av jern [46]. Konsentrasjonene av jern i fullfôr varierte fra 110 til 300 mg/kg med en gjennomsnittsverdi på 171 mg/kg. Ingen av fullfôrene var over grenseverdien på 750 mg/kg (Tabell 14). I 2018 ble også 9 fiskemel analysert for jern. Konsentrasjonene i fiskemel varierte fra 52 til 470 mg/kg, med et gjennomsnitt på 171 mg/kg. I 2018 ble 11 vegetabiliske førmidler analysert for jern, og prøvene varierte i konsentrasjoner fra 36 til 230 mg/kg med et gjennomsnitt på 155 mg/kg. Av de vegetabiliske førmidlene, var det én prøve hvete gluten og én prøve hestebønner som hadde noe lavere innhold av jern sammenlignet med de andre førmidlene, henholdsvis 65 mg/kg og 36 mg/kg. Også tidligere år har det blitt målt lave verdier av jern i hvete gluten. I vegetabiliske oljer var innholdet av jern lavere, der konsentrasjonene varierte fra 1,1 mg/kg til 7,4 mg/kg med et gjennomsnitt på 2,3 mg/kg. Kilden til jern i vegetabiliske oljer er ofte råproduktet som blir ekstrahert, men det kan også bli fjernet eller redusert ved raffinering av oljen. I 2018 ble 10 mineralpremikser analysert for innhold av jern. Gjennomsnittverdien for jern i mineralmiksene var på 18 192 mg/kg med variasjon fra 930 til 46 000 mg/kg.

Tabell 14 Gjennomsnittskonsentrasjoner og konsentrasjonsområde (min-maks verdier) av jern, sink, mangan, kobber,

kobolt, molybden og selen i fullfôr, vegetabiliske fôrmidler og premikser i 2018. 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, plant based feed ingredients and premixes in 2018. 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 2018 (n=76)	171	174	9,8	44	0,13	1,8	0,7
Min-Maks	110-300	110-230	3,8-16,0	20-69	0,07-0,29	0,5-4,1	0,24-2,3
Grenseverdi ¹⁾	750	180	25	100	1	2,5	0,5
Fiskemel							
Snitt 2018 (n=9)	171	68	6,2	5,7	0,05	0,23	2,5
Min-Maks	52-470	52-81	2,6-26,0	2,5-10,0	<0,2-0,08	0,18-3,80	1,7-3,8
Veg fôrmiddel							
Snitt 2018 (n=11)	155	43	8,8	23	0,16	3,7	0,25
Min-Maks	36-230	29-62	5,2-14,0	6-41	<0,02-0,39	0,5-10,0	<0,09-1,40
Veg olje							
Snitt 2018 (n=10)	2,3	1,6	< LOQ	0,5	< LOQ	< LOQ	< LOQ
Min-Maks	1,1-7,4	1,0-4,2	<0,09-<0,1	0,4-0,7	<0,02-<0,2	<0,1	<0,01
Mineralpremik							
Snitt 2018 (n=10)	18.193	89.772	3.353	21.728	18	0,3	9,1
Min-Maks	930-46.000	720-150.000	46-5.600	780-51.000	4-45	0,2-0,6	0,3-72

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)

Sink er naturlig tilstede i fiskemel og i plantebaserte fôrmidler. Nivåene i vegetabiliske fôrmidler er generelt noe lavere enn i marine råvarer, og i tillegg kan tilgjengeligheten av sink også bli redusert ved høyt innhold av plantebaserte fôrmidler på grunn av tilstedeværelse av antinæringsstoffer (fiber, fytat). Det blir også tilsatt sink i fiskefôr for å forhindre sikre dyrevelferden [47]. Det finnes ulike former av sink i fiskefôr [48], men det har blitt vist at formen av tilsetningsstoffet ikke har en signifikant effekt på biotilgjengeligheten av sink i fôret for opptak i Atlantisk laks [49]. Resultatene for sink i fullfôr i 2018 viste at konsentrasjonene varierte fra 110 mg/kg til 230 mg/kg, med en gjennomsnittsverdi på 174 mg/kg (Tabell 14). I EU ble grensen for høyeste tillate innhold for sink nedjustert fra 200 til 180 mg/kg i 2016, og i Norge er også denne grensen nå på 180 mg/kg. Det var 26 fullfôr som oversteg grenseverdien for sink på 200 mg/kg i 2018. I fiskemel varierte nivåene av sink fra 52 til 81 mg/kg, med et gjennomsnitt på 68 mg/kg. De vegetabiliske fôrmidlene analysert i 2018 hadde en gjennomsnittsverdi på 43 mg/kg med nivå fra 29 mg/kg til 62 mg/kg, mens de vegetabiliske oljene inneholdt lavere nivå av sink, med nivå fra 1,0 mg/kg til 4,2 mg/kg. Premikser analysert for sink i 2018 hadde en snittkonsentrasjon på 89 772 mg/kg med konsentrasjoner fra 720 til 150 000 mg/kg.

Kobber (Cu)

I 2018 ble 76 fullfôr analysert for kobber. Grenseverdien for kobber i fullfôr er på 25 mg/kg og analysene av kobber i fullfôr (Tabell 13) viste en snittverdi på 9,8 mg/kg med et konsentrasjonsområde fra 3,8 til 16 mg/kg. I fiskemel analysert i 2018 varierte nivåene av kobber fra 2,6 til 26 mg/kg, med et gjennomsnitt på 6,2 mg/kg. I de vegetabiliske fôrmidlene varierte kobberkonsentrasjonen fra 5,2 til 14 mg/kg med et gjennomsnitt på 8,8 mg/kg, mens kobberkonsentrasjonene i vegetabiliske oljer var alle under LOQ (Tabell 13). I 2018 viste mineralpremikser å inneholde kobber mellom 46 og 5 600 mg/kg, med en snittkonsentrasjon på 3 353 mg/kg.

Mangan (Mn)

Manganinnholdet i fullfôrene analyser i 2018 varierte fra 20 til 69 mg/kg, og med en gjennomsnittsverdi på 44 mg/kg (Tabell 13). Alle fôrene undersøkt var under det høyeste tillatte innhold som er på 100 mg/kg. Manganinnholdet i fiskemel varierte fra 2,5 til 10 mg/kg, med et gjennomsnittsnivå på 5,7 mg/kg. I de vegetabiliske fôrmidlene varierte manganinnholdet fra 5 til 44 mg/kg med en gjennomsnittsverdi på 31 mg/kg, mens vegetabiliske oljer hadde lavt innhold av mangan med en snittverdi på 0,5 mg/kg. Resultatene fra 2017 og 2018 tyder på at hvetegluten og maisgluten er de vegetabiliske fôrmidlene som inneholder de laveste nivåene av mangan sammenlignet med soyaprotein konsentrat. I 2018 viste mineralpremikser nivåer av mangan fra 780 til 51 000 mg/kg, med et gjennomsnittsnivå på 21 728 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 2018 viste at kobolt varierte fra 0,07 til 0,29 mg/kg i fullfôr, med en gjennomsnittsverdi på 0,13 mg/kg. Alle fôrene var under det høyeste tillatte innhold på 1 mg/kg, som gjelder hvis kobolt tilsettes. Fiskemel hadde generelt lave nivåer av kobolt, med nivåer fra < LOQ til til 0,08 mg/kg, og et gjennomsnittsnivå på 0,05 mg/kg. Koboltkonsentrasjonen i vegetabiliske fôrmidler var også generelt lave, der alle soyaproteinkonsentrater og maismel var under eller ved LOQ (< 0,02-0,04 mg/kg). De høyeste nivåene av kobolt var i hestebønner (0.39 mg/kg) og guarprotein (0.26 mg/kg). Som også vist tidligere år, inneholdt ingen av de vegetabiliske oljene kobolt over LOQ (< 0,02 mg/kg). Mineralpremikser analysert i 2018 viste koboltkonsentrasjoner fra 4 til 45 mg/kg, med et gjennomsnittsnivå på 18 mg/kg.

Molybden (Mo)

Molybdeninnholdet i fullfôr varierte fra 0,5 til 2,3 mg/kg med en gjennomsnittsverdi på 0,71 mg/kg. Det høyeste tillatte innhold for molybden er på 2,5 mg/kg, og ingen av fôrene oversteg denne verdien. Fiskemel undersøkt i 2018 hadde nivåer av molybden fra 0,18 til 3,80 mg/kg, og med et gjennomsnittsnivå på 0,23 mg/kg. De vegetabiliske fôrmidlene inneholdt i gjennomsnitt 3,7 mg/kg, med nivåer fra 0,5 til 10,0 mg/kg (Tabell 13). Den store variasjonen skyldes store forskjeller i molybdeninnhold mellom soyaprodukter (høy; 3,9 til 5,5 mg/kg) og hvete- og maisgluten (lav; 0,45-1,8 mg/kg). Det høyeste innholdet sees i fôrmiddel av guarprotein. Ingen av de vegetabiliske oljene hadde konsentrasjoner over LOQ (<0,08-<0,1 mg/kg). Mineralpremikser analysert i 2018 viste molybdenkonsentrasjoner fra 0,2 til 0,6 mg/kg, med et gjennomsnittsnivå på 0,3 mg/kg.

Selen (Se)

Resultater fra 2018 viser at fullfôr inneholdt selen fra 0,24 til 2,3 mg/kg med en gjennomsnittsverdi på 0,7 mg/kg. Det er fastsatt en øvre grenseverdi for selen på 0,5 mg/kg i fullfôr. Flere av prøvene (48 av 76 prøver) ligger over det høyeste tillatte innhold, som gjelder om selen er tilsatt fullfôret. Fiskemel kan bidra med selen til fôret. I 2018 ble også fiskemel analysert for selen, resultatene viser at konsentrasjonene av selen i fiskemel varierer fra 1,7 til 3,8 mg/kg, med et gjennomsnitt på 2,5 mg/kg. Dette samsvarer også med tidligere undersøkelser av selen i fiskemel, der konsentrasjoner kan variere mellom 1,3 og 10 mg/kg [50]. Plantebaserte ingredienser/råvarer kan bidra med selen til fôret, men nivåene avhenger av nivået av mineralet i jordsmonnet planter vokser i, samt planteart. I de vegetabiliske fôrmidlene undersøkt i 2018 var gjennomsnittsverdien for selen på 0,25 mg/kg med et konsentrasjonsområde fra <0,01-1,40 mg/kg, der det

høyeste nivået ble registrert i guarprotein. De vegetabiliske oljene analysert i 2018 inneholdt ikke konsentrasjoner av selen over LOQ (<0,01 mg/kg). Resultater fra 2018 viser at mineralpremikser inneholdt nivåer av selen fra 0,3 til 72 mg/kg, der seks av ti premiks inneholdt nivåer over 1 mg/kg. Gjennomsnittskonsentrasjonen av selen i premikser var på 9,1 mg/kg. Dette samsvarer også med resultatene for 2016 og 2017, og viser at selen generelt inngår i premikser.

I 2018 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 [7]. Resultater fra 2018, og også tidligere år, tyder 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 [51]. 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.

2.5.3 - Jod

I 2018 ble det analysert 20 fullfôr (vekstfôr) for jod. Gjennomsnittskonsentrasjonen for fullfôr var 2,6 mg/kg med variasjon fra 0,1 til 9,6 mg/kg. For jod er det en øvre grenseverdi på 20 mg/kg i fullfôr hvis det tilsettes jod. Det var ingen av de undersøkte fullfôrene i 2018 som var over denne grenseverdien. Det ble også analysert 10 vitaminpremikser for innhold av jod. Konsentrasjonene av jod i premiksene varierte fra 3 mg/kg til 3.200 mg/kg, der gjennomsnittskonsentrasjonen var 1.270 mg/kg.

Det finnes ikke behovsdata for Atlantisk laks, men den nedre behovsgrensen for jod hos Chinook laks er mellom 0,6 - 1,1 mg/kg [47]. Flere av fullfôrene undersøkt (40% av prøvene) er under den anbefalt nedre behovsgrense. Dette kan ha en negativ effekt på fiskens helse og velferd. Det er særlig fôr basert på høy innblanding av plantebaserte fôrmidler som kan gi fullfôr som ikke dekker fiskens behov for jod. Det er imidlertid viktigst i ferskvannsfasen, for fisk i sjø er jod fra sjøvann også en viktig kilde.

2.6 - Vitaminer

2.6.1 - Vitamin D₃

Vitamin D er et essensielt vitamin, som er tillatt å tilsette i fullfôr. I 2018 ble 76 fullfôr og 10 vitaminblandinger analysert for vitamin D₃. Grenseverdien for vitamin D₃ var på 0,075 mg/kg (3000 I.E./kg). Snittverdien for vitamin D₃ i fullfôr i 2018 var 0,11 mg/kg med et konsentrasjonsområde fra 0,05 til 0,21 mg/kg. Flertallet av de analyserte fôrene i 2018 (67 av 76 prøver) hadde et høyere innhold av vitamin D₃ enn den øvre grenseverdien. Vitamin D₃ vil også være tilstede i fiskefôr fra fôrmidler [52]. Det ble ikke analysert noen fôrmidler eller oljer for vitamin D₃ i 2018, men det ble analysert 10 vitaminpremikser for innhold av vitamin D₃. Snittverdien for vitamin D₃ i vitaminpremikser var på 22 mg/kg med variasjon fra 3 under LOQ. Dette kan tyde på at vitamin D₃ generelt inngår i premikser. Høyeste tillatte innhold av vitamin D i fôr økes til 1.5 mg/kg i løpet av 2019 [53].

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

Vitamin E er et samlebegrep for to grupper av fettløselige forbindelser, tokoferolene (α, β, γ, δ) og tokotrienolene (α, β, γ, δ). Vitamin E tilsettes som α-tocopheryl acetat, som er beskyttet mot oksidasjon under produksjon og lagring av fôret. I 2018 ble 76 fullfôr 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. Resultatene av fullfôr i 2018 viste en snittverdi for α-tokoferol på 325 mg/kg, og med variasjon fra 177 mg/kg til 650 /kg (Tabell 15). 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 [54], 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 [55]. Snittverdien på γ-tokoferol, som i hovedsak kan tilskrives naturlig innhold fra planteoljer var 78 mg/kg med variasjon fra 5,8 mg/kg til 117 mg/kg, mens snittverdien for sum tokotrienoler var 25,6 mg/kg med nivåer fra 1,5 mg/kg til 50 mg/kg. Resultatene for 2018 tyder på at laksen får dekket sitt minimumsbehov for Vitamin E (α-tokoferol).

Tabell 15 Innhold av vitamin E i fullfôr i 2018. Verdiene er gitt som snittverdier i mg/kg med minimums- og

maksimumsverdier. [Concentrations of vitamin E (mg/kg) in fish feed in 2018. Mean values are given with minimum and maximum values].

Prøver	α -tokoferol (mg/kg)	γ -tokoferol (mg/kg)	Sum tokoferoler ¹⁾ (mg/kg)	Sum tokotrienoler ²⁾ (mg/kg)
Fullfôr Snitt 2018 (n=76)	325	78	407	25,6
Min-Maks	177-650	5,8-117	190-700	1,5-50

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

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

2.6.3 - Vitamin K

Vitamin K er et essensielt vitamin som er viktig for koagulering av blod og som legger til rette for normal benvekst og utvikling. Vitamin K er en samlebetegnelse på flere kinonderivater. Vitamin K1 (fyllokinon) blir produsert av planter og K2 (menakinon (MK)) blir produsert av bakterier, og vitamin K1 og K2 er dermed naturlige former av vitaminet. Det fins flere former av vitamin K2, navngitt i forhold til lengden på sidekjeden i molekylet. Marine ingredienser er gode kilder til de naturlige vitamin K2 formene sammenlignet med planteingredienser, mens raps og soyaolje er gode kilder for vitamin K1. I fiskefôr er det vanlig å tilsette vitamin K3, i form av et syntetisk menadion salt.

I 2018 ble det analysert 76 fullfôr for vitamin K1 (inkludert β , γ -Dihydro vitamin K1) og Vitamin K2 (formene MK4, MK5, MK6, MK7, MK8, MK9 og MK10). I tillegg ble 20 fullfôr analysert for vitamin K3. Resultatene for 2018 viste at de tre former MK4, MK7 og MK8 utgjør de høyeste nivåene av vitamin K2 i fullfôr, der summen av disse formene var fra 15 til 76 μ g/kg, med et snitt på 39 μ g/kg (Tabell 15). Prosentmessig stod MK8 for 13-52% av summen av alle vitamin K2.

Tabell 15 Innhold av vitamin K i fullfôr i 2018. Verdiene er gitt som snittverdier i mg/kg med minimums- og maksimumsverdier. [Concentration of vitamin K (μ g/kg) in fish feed in 2018. Mean values are given with minimum and maximum values].

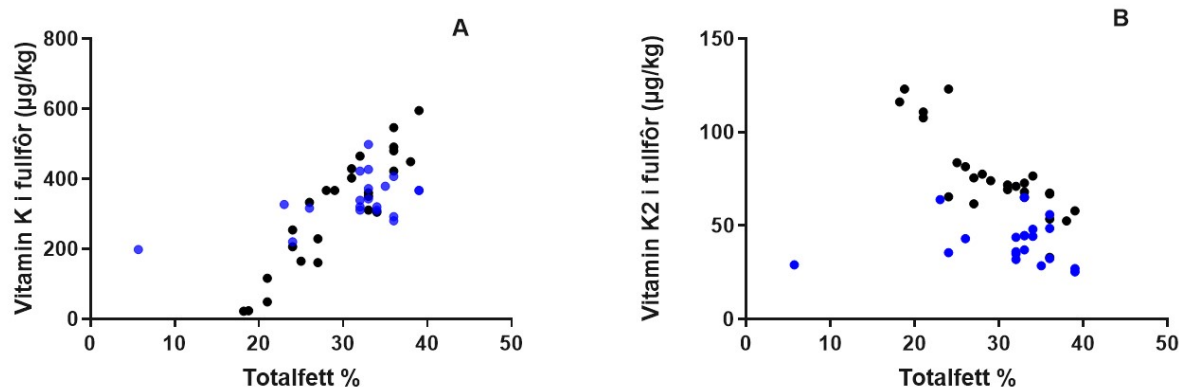
Prøver	Vitamin K ₁ (μ g/kg)	Vitamin MK ₄ (μ g/kg)	Vitamin K ₂ MK ₇ (μ g/kg)	Vitamin K ₂ MK ₈ (μ g/kg)	Sum vitamin K ₂ (sum MK ₄ , MK ₇ , MK ₈) (μ g/kg)	Sum vitamin K ₂ (alle)	Vitamin K ₃ (mg/kg) ¹⁾
Fullfôr Snitt 2018 (n=76)	337	10	16	12	39	42	1,2
Min-Maks	25-545	2,3-31	6,9-34	4,6-39	15-76	15-88	0,02-6,0

1. Vitamin K3 ble analysert i 20 fullfôrprøver (vekstfôr).

Vitamin K3 innholdet i fullfôr var i snitt 1,2 mg/kg, med en variasjon fra 0,02 til 6 mg/kg, i 2018 (Tabell 15). Det er ingen øvre grenseverdi for tilsetning av vitamin K3 i fullfôr. For vitamin K1 inneholdt fullfôr gjennomsnittlig 337 μ g/kg med variasjon fra 25 til 545 μ g/kg. Formen β , γ -Dihydro vitamin K1 var tilstede i 19 av 76 undersøkte fullfôrene, med konsentrasjoner fra 3,6 til 53,3 μ g/kg. Det er vist at vitamin K i fôringrediensene, bidrar med rundt 0,1 mg/kg diett (dvs 100 μ g/kg), kan være nok for å opprettholde god vekst, helse, og benstyrke i yngelstadiet hos Atlantisk laks [56, 47]. Resultatene i denne undersøkelsen viste at vitamin K1 i noen av de analyserte fullfôrene var under dette nivået, men samtidig vil nivåene av de andre formene også bidra til å dekke behovet i fisken. Det er generelt lite kunnskap om behovet for vitamin K i fisk.

Dersom vi korrelerer fettinnholdet i fullfôrene med analysert innhold av vitamin K1, ser vi at fullfôrene med høyest innhold av fett også har de høyeste verdiene av vitamin K1 (Figur 2A). Dette kan gjenspeile en økende mengde planteingredienser, f.eks. rapsolje i vekstfôrene som er undersøkt. Dersom vi korrelerer fettinnholdet i fullfôrene med innhold av sum vitamin K2 (MK4, MK7 og MK8), ser vi det motsatte, at fullfôrene med høyest innhold av fett har de

laveste nivåene av vitamin K2 (Figur 2B). Dette kan bety at fullfôr som har lite fett har et høyere innhold av marine ingredienser, og dermed et høyere innhold av vitamin K2 formene. Det fremkommer fra Figur 2 (A og B) at ett fôr skiller seg ut fra de andre. Dette er et medisinsbærende fôr som ikke har blitt tilsatt den siste prosentandelen av fiskeolje (ingen coating). Dette viser at vitamin K forholdet blir påvirket av fôrsammensetningen.



Figur 2 Innhold av vitamin K1(A) og K2 (sum av MK4, MK7 og MK8) (B) som funksjon av total mengde fett (%) i fullfôr analysert i 2018 (blå) og 2016 (sort). [Content of vitamin K1(A) and K2 (sum of MK4, MK7 and MK8) (B) as a function of total lipids (%) in the feed analysed in 2018 (blue) and in 2016 (black)].

2.6.4 - Vitamin C (askorbinsyre)

Vitamin C eller askorbinsyre er et essensielt vitamin for de fleste fiskeslag. Fisk har ikke evne til å produsere vitamin C selv, og behovet for askorbinsyre ligger på mellom 15 og 20 mg/kg L-askorbinsyreekvivalenter. Det er ulike faktorer som påvirker behovsnivået, for eksempel at vitamin C stimulerer immunforsvaret. Vitamin C er ustabil og tilsettes i fôr som askorbyl monofosfat. Det blir anbefalt at laksefôr tilsettes 190 mg/kg askorbinsyreekvivalenter for å sikre fisken mot oksidativt stress og stimulere immunsystemet [47, 57]. I 2018 ble 76 fullfôr analysert for askorbinsyre og snittverdien var 293 mg/kg med nivå fra 35 mg/kg til 1229 mg/kg. Dette er noe lavere enn hva vi rapportert for vitamin C analyser i 2017, der snittnivået var 394 mg/kg [58].

2.6.5 - Vitamin B (Pantotensyre, Folat, Cobalamin)

B-vitaminene er vannløselige og lagres derfor i liten grad i organismer, noe som vil si at fisk bør ha en jevn tilførsel gjennom fôret. Pantotensyre finnes naturlig i fiskemel, men kan bli tilsatt i en syntetisk form. Gjeller, hud og nervesystem er utsatte organer ved mangel på pantotensyre og behovet til laksefisk er estimert til 20 mg/kg [47], og anbefalt økt til 22 mg/kg for laks [59]. I 2018 ble 76 fullfôr analysert for pantotensyre og snittverdien var på 61 mg/kg med variasjon fra 31 mg/kg til 97 mg/kg. Disse tallene tyder på at oppdrettsfisk får dekket sitt behov for pantotensyre. Folat og cobalamin er vitaminer som er involvert i omsetningen av aminosyrer. De er viktige vitaminer for normal celledeling, og særlig blodceller og celler i vekst er utsatt ved mangel. Hos laksefisk er behovet estimert til 1-2 mg/kg for folat og til 0,02 mg/kg for cobalamin [47], men anbefalt økt til 3,3 mg/kg for folat, og 0,18 mg/kg for cobalamin [59]. I 2018 ble 67 fullfôr analysert for folat og cobalamin. Snittverdier for folat var 5,8 mg/kg med variasjon fra 2,4 mg/kg til 16 mg/kg. For cobalamin var snittverdien 0,18 mg/kg med variasjon fra 0,05 mg/kg til 0,51 mg/kg. Generelt kommer folat fra planteingredienser og cobalamin fra animalske kilder, og en del av variasjonen kan derfor tilskrives innholdet av råvarene. Noen av fullfôrene inneholdt lavere cobalamin og folat enn de nye anbefalingene for Atlantisk laks. Hvorvidt dette har betydning for oppdrettsfisken sin helse er ikke undersøkt her, men man kan ikke se bort fra en slik effekt.

2.7 - Områder med behov for mer bakgrunnsdata

2.7.1 - Vann, proteiner og fett

I 2018 ble det analysert 20 fullfôr for fettmengde og mengden fett varierte fra 6 til 39% og med et gjennomsnitt på 31%. Fettmengden i et fiskefôr vil være ulik for ulike fôrtyper, og fullfôret med den laveste fettprosenten var et medisinsbærende fôr (uten coating). Det ble også bestemt fettmengde i 9 prøver av fiskemel i 2018. Fettinnholdet i 8 av disse prøvene var mellom 9 og 11%, mens én prøve av krillmel og fiskemel (1/1) inneholdt en høyere andel fett (25%).

I 2018 ble tørrstoffinnhold i 76 fullfôr bestemt. Snittverdien på tørrstoff i fullfôrene var 93% med variasjon fra 91% til 97%. 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%. Laksefôrets hovedbestanddeler er fett og protein, mens karbohydrater utgjør en mindre andel. Karbohydrater (stivelse, glykogen, sukker og fiber) tilsettes hovedsakelig av tekniske årsaker, ettersom det gir fôret god vannbindingsevne og for lite karbohydrater kan gi et fôr som lekker næringsstoffer. Alger og planter inneholder stivelse, mens glykogen finnes i fôrmidler som fiskemel.

2.7.2 - Fettsyresammensetning i fullfôr

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 fôrmiddel i fullfôret.

I 2018 ble 20 fullfôr (vekstfôr) analysert for fettsyresammensetning (Tabell 16). Snitt for sum av EPA og DHA i fullfôrene i 2018 var 19,6 mg/g. Minimumsverdien for sum EPA og DHA var 5,1 mg/g (6,1% av totale fettsyrer) som er over antatt minimumsbehov hos laks i sjøvann for vekst (>2,7% av totale fettsyrer) [60, 61]. Tabell 16 viser at snitt n-3/n-6 forholdet var 1,2 med minimumsverdi på 0,9. Av de 20 vekstfôrene undersøkt i 2018 hadde kun ett fullfôr et n-3/n-6 forhold mindre enn 1 og dermed mer omega-6 enn omega-3. Det ene fôret var det medisinsbærende fôret, også diskutert under vitamin K avsnittet.

I 2018 inneholdt fullfôrene fra 0,2 mg/g til 1,8 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 [62]. 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 2018 var snittverdien for erukasyre i fullfôr 1,5 mg/kg med variasjon fra 0,2 til 4,2 mg/kg, noe som er i det samme konsentrasjonsområdet som prøver undersøkt i 2017. EFSA har vurdert risiko for dyrehelse og human helse ved tilstedeværelse av erukasyre i fôr og mat [63]. 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 16 Fettsyresammensetningen i fullfôr analysert i 2018 (mg/g ww, gjennomsnitt, og med min-maksverdier, n=20 fullfôr). [Concentration of fatty acids in fish feed (mg/kg, n=20) analysed in 2018. 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	7,0	1,4	11,0
16:0	24,8	6,1	34,5
18:0	8,3	1,4	12,4
Sum mettede fettsyrer (mg/kg)	44,5	9,5	66,6
18:1n-9 (mg/kg)	102,1	9,4	143,9
22:1n-9(erukasyre)	1,5	0,2	4,2

Sum enumettede fettsyrer	139,4	16,2	183,0
18:2 n-6	37,8	8,0	49,8
20:4 n-6 (arakidonsyre)	0,9	0,2	1,8
Sumn-6	39,1	8,3	51,4
18:3 n-3	20,5	1,3	38,6
20:5 n-3 (EPA)	10,2	2,1	14,4
22:6 n-3 (DHA)	9,4	3,0	12,8
Sum EPA og DHA	19,6	5,1	24,8
Sum n-3	44,8	7,2	67,1
Sum flerumettet fett	84,4	15,6	119,0
Sum fettsyrer	273,3	42,2	362,0
Ratio n-3/n-6	1,2	0,9	1,4
Σ EPA and DHA % av totale fettsyrer	7,5	6,1	12,0

2.7.3 - Aminosyresammensetning i fullfôr

Fisk har behov for 10 essensielle aminosyrer som den ikke kan produsere selv. To av de ikke essensielle (cystein og tyrosin) regnes som semi-essensielle aminosyrer siden fisk kan lage disse kun fra essensielle aminosyrer (hhv metionin og fenylalanin). I fiskemel er aminosyresammensetning slik at den dekker behovet for aminosyrer til fisk, mens i proteinmel av planter er aminosyresetningen annerledes. Ved bruk av planteprotein kan derfor nivået av noen aminosyrer bli potensielt lavere enn behovet til fisken [47].

I 2018 ble 20 fullfôr analysert for aminosyresammensetningen. Resultatene for analyser av fullfôr i 2018 viste at den generelle spredningen i noen aminosyrer (laveste til høyeste målte verdi) er stor for noen aminosyrer sammenlignet med fiskemel-referansediecten (Tabell 18).

Tabell 18 Aminosyresammensetning i fullfôr i 2018 gitt som g/kg. Verdiene er gitt som snittverdier med variasjon (min-maks verdier). [The amino acid profile in a fish feed analysed in 2018. Mean values are given with minimum and maximum values (g/kg)].

Aminosyrer i fullfôr (n=20)	Gjennomsnitt (g/kg)	Min (g/kg)	Maks (g/kg)	Fiskemel-Referanse Diett (g/kg)
Arginin (Arg)*	23	15	35	27-32
Histidin (His)*	8	6	11	11-12
Isoleucin (Ile)*	15	11	19	21-22
Leucin (Leu)*	27	24	35	37-41
Lysin (Lys)*	27	20	35	37-38
Metionin (Met)*	9	8	12	14-16
Fenylalanin (Phe)*	18	15	22	20-24
Treonin (Thr)*	14	12	18	21-24
Valin (Val)*	15	12	21	25-26
Tryptofan (Trp)*	-	-	-	5-6

Cystein (Cys)	-	-	-	5-6
Serin (Ser)	18	15	22	21-23
Prolin (Pro)	23	17	29	19-21
Hydroksyprolin (OH-pro)	1	0,6	2,1	3
Glysin (Gly)	17	13	23	27-30
Aspargin (Asp)	33	21	35	46-50
Glutamin (Glu)	75	62	92	67-73
Alanin (Ala)	16	13	22	30-31
Tyrosin (Tyr)	12	10	15	15-18
Taurin	1	0,6	2,3	4-5
EAA/IAA ¹⁾	0,8	0,7	0,9	0,9-1

1. Forholdet mellom essensielle og ikke-essensielle aminosyrer.

* Essensielle aminosyrene for fisk. Tryptofan blir ødelagt i analysen og blir ikke bestemt. Taurin er en aminosyremetabolitt som fisken danner fra cystein.

Når fiskemel blir erstattet med planteproteiner, vil nivåene av taurin og hydroksyprolin minke siden disse ingrediensene ikke inneholder disse to aminosyrene. Konsentrasjonene av taurin varierer fra 0.6 til 2,3 g/kg i 2018, og gjenspeiler at her er brukt lite animalske proteinkilder ved fremstilling av noen av fullfôrene. Selv om laks har evnen til å lage taurin fra metionin, blir mengden som syntetiseres avhengig av metioninnholdet i fiskefôrene. Nivået av metionin varierte mellom 7,7 og 12 g/kg i 2018, og noen av fullfôrene er ved behovet for laks, som er 7 g/kg [47]. Lavt innhold av metionin skyldes trolig høyere innblanding av soyaprotein og eller erterprotein, siden den først begrensede aminosyren i soya og erterprotein er metionin. Høyere verdier av metionin kan tyde på en høyere fiskemelinblanding eller tilsetning av krystallinsk metionin i fullfôret. Både taurin og metionin har vist å påvirke fettakkumulering og cellens overlevelse [64, 65], der fôr med nivå av metionin over behovsgrensen kan redusere fettakkumulering i lever [66, 67]. Konsentrasjonene av lysin i fullfôrene varierte fra 20 og 35 g/kg i 2018. Det lave nivået av lysin i noen av fôrene kan gjenspeile at det er brukt mer maisgluten i disse, da dette fôrmiddelet har et generelt lavt innhold av lysin. Lave lysinnhold kan påvirke tilveksten hos laks [68]. Det er lov å tilsette disse aminosyrene som krystalline aminosyrer og det er ikke mulig å skille på hva som er tilsatt og hva som er i de ulike fôringrediensene.

For god fiskehelse og velferd bør en som for fettsyreprofilene følge med på aminosyreprofilene i fullfôr fremover i dette programmet.

2.7.4 - Makroelementer i fullfôr

Makroelementer, som fosfor, magnesium, kalsium og kalium er essensielle for både mennesker og dyr. Fosfor og magnesium er viktig for benutviklingen til fisk, og mangel av disse mineralene kan kobles til redusert beinmineralisering og deformasjoner av skjelettet hos laks og andre fisk. Biotilgjengeligheten til fosfor er påvirket av blant annet den kjemiske formen og interaksjoner med andre næringsstoffer. Av miljøhensyn bør fosforutslipp fra oppdrettsanlegg være så lave som mulig. I 2018 ble 76 fullfôr analysert for fosfor, magnesium, kalsium, natrium og kalium (Tabell 17).

Tabell 17 Innhold av fosfor, kalsium, magnesium, natrium og kalium i fullfôr analysert i 2018. Verdiene er gitt som snittverdier i mg/kg med min-maks verdier. [Concentrations of P, Ca, Mg, Na and K in fish feed in 2018. Mean values are given with min and max values (mg/kg)].

Prøver	Fosfor (P) (g/kg)	Kalsium (Ca) (mg/kg)	Magnesium (Mg) (mg/kg)	Kalium (K) (mg/kg)
Fullfôr Snitt 2018 (n=76)	10,7	9,0	1,8	8,5

Min-Maks	6,5– 21,0	2,9– 34,0	1,1– 3,2	5,0– 14,0
----------	-----------	-----------	----------	-----------

Resultatene viste at fosfornivåene i fullfôr fra 6,5 til 21,0 g/kg med en gjennomsnittsverdi på 10,7 mg/kg. Gjennomsnittsverdien for kalsium i fullfôr var 9,0 g/kg, med nivå fra 2,9 og 34,0 g/kg. Laksens behov for fosfor ligger på ca 6-9 g biotilgjengelig fosfor per kg fôr [47]. Tallene som rapporteres her er total mengde og ikke biotilgjengelig mengde. Det var fem fullfôr som hadde lavere enn 8 g/kg fullfôr. Snittverdien på kalsium i fullfôrene var 9,0 g/kg med variasjon fra 2,9 g/kg til 34,0 g/kg. Det er ikke etablert et behov for kalsium siden laks kan absorbere dette mineralet fra vann.

For magnesium var gjennomsnittsinholdet på 1,8 g/kg med variasjon mellom 1,1 og 3,2 g/kg. For å kunne opprettholde riktig benmineralisering, er det blitt vist at det nedre behovet for magnesium er 0,33 g/kg for laks i ferskvannsfasen [69]. Nivåene av kalium i fullfôr var mellom 5,0 og 14,0 g/kg, med et gjennomsnitt på 8,6 g/kg. For laks (*Chinook*) er behovet for kalium estimert å være 8 g/kg [70].

3 - Konklusjon

Overvåkings- og kartleggingsprogrammet «Program for overvåking av fiskefôr» som denne rapporten omhandler, har som hovedmål å følge utviklingen av innholdet av uønskede stoffer og næringsstoffer i fiskefôr (fullfôr), fôringredienser (fôrmidler), både marine og vegetabiliske, og i premikser som benyttes i fiskefôrproduksjonen i Norge. I 2018 ble totalt 133 prøver analysert: 76 fullfôr, 9 fiskemel, 11 vegetabiliske fôrmidler, 10 vegetabiliske oljer, 10 fiskeoljer og 17 vitamin- og mineralpremikser.

Det ble gjort funn av bakterier i familien *Enterobacteriaceae* i et fiskemel i 2018. Nivået var over den øvre grenseverdien for *Enterobacteriaceae*. I tillegg ble det registrert relativt høyt nivå av den samme gruppen bakterier i et vegetabilisk fôrmiddel i 2018, men det er ikke etablert øvre grenseverdi for denne bakterien i vegetabiliske fôrmidler. Det ble også rapportert funn av bakterier i slekten *Salmonella* i ett fullfôr analysert i 2018. Bakteriene var *Salmonella* Altona, som ikke har blitt påvist i fiskefôr tidligere i dette programmet. Resultatene for 2018 tyder dermed på at programmet fortsatt bør ha fokus på den mikrobiologiske kvaliteten i fullfôr og fôrmidler.

Det ble ikke påvist ulovlig PAP, i form av bestanddeler i lysmikroskopi eller i form av påvist ruminant DNA, i noen av de undersøkte fiskemelene i 2018. I vitaminpremikser ble det funnet rester av ruminant DNA, men dette ble ikke påvist ulovlige PAP ved bruk av lysmikroskopi. Vi kan ikke avgjøre om dette stammer fra lovlig PAP (for eksempel melkeprotein) eller ulovlig PAP (gelatin fra drøvtyggere) [71].

Resultatene for 2018 viste ingen overskridelser i fullfôr eller fôrmidler for uønskede stoffer, verken for organiske eller uorganiske fremmedstoffer. Det ble registrert relativt høye nivåer av flere mykotoksiner i to vegetabiliske fôrmidler. Nivåene oversteg ikke den øvre grenseverdien for aflatoksin, men de inneholdt høye nivåer av fumonisiner, zearelanone og beauvericin, der det ene fôrmidlet oversteg den veiledende verdien for zearelanone, og inneholdt høyt nivå av beauvericin. Flere av fullfôrene analysert i 2018 inneholdt konsentrasjoner av det fettløselige mykotoksinet enniatin over kvantifiseringsgrensen, som også sett i tidligere års undersøkelser. Det er ikke øvre grenseverdier eller referanseverdier for de fettløselige mykotoksinene i fullfôr eller i fôrmidler innen EU. Det er behov for mer kunnskap angående nivåer av mykotoksiner og deres metabolitter i fullfôr, og hvordan disse kan ha innvirkning på fiskehelse, og om potensiell overføring fra fôr til de spiselige deler av fisk. HI har nå påbegynt et prosjekt for å undersøke disse problemstillingene.

Det ble i 2018 screenet for 116 ulike organofosfat pesticidforbindelser i fullfôr og i vegetabiliske fôrmidler og vegetabiliske oljer. Av de analyserte organofosfat pesticidforbindelsene var det klorpyrifos-metyl, pirimifos-metyl som ble funnet i fullfôr, mens ingen organofosfater ble funnet over kvantifiseringsgrensen i de vegetabiliske fôrmidlene analysert. Flere av de undersøkte vegetabiliske oljene inneholdt pirimifos-metyl, som kan tydet på at vegetabiliske oljer er hovedkilden til pirimifos-metyl i fullfôr. I 2018 ble det også registrert konsentrasjoner av malathion over kvantifiseringsgrensen i fire av ti undersøkte vegetabiliske oljer. Det er første gang malathion har blitt registrert i prøver analysert i dette overvåkingsprogrammet. Det er ikke øvre grenseverdier (MRL) for malathion, klorpyrifos-metyl og pirimifos-metyl i fullfôr eller fôrmidler. Det ble også funnet glyfosat og nedbrytingsproduktet AMPA i flere av fullfôrene og vegetabiliske fôrmidlene analysert i 2018.

For de syntetiske antioksidantene BHT, BHA og ethoxyquin, var det ingen fullfôr som oversteg den øvre grenseverdien. Gjennomsnittnivået av ethoxyquin var lavere i årets undersøkte fullfôr (n=76) og fiskemel, sammenlignet med tall fra 2017. Siden autorisasjonen for å bruke ethoxyquin ikke har blitt forlenget, forventes det at ethoxyquin blir erstattet med andre typer syntetiske, eller naturlige antioksidanter i årene fremover. Det er dermed viktig å følge med på hvilke andre antioksidanter som erstatter funksjonen til ethoxyquin iblant annet fiskemel.

I 2018 programmet ble det fokusert på analyser av næringsstoffer i fullfôr. Formålet var å fremskaffe mer data på nivåene av essensielle vitaminer, mineraler, aminosyrer og fettsyrer for oppdrettsfisken. Det har også vært inkludert analyser av uønskede stoffer i et utvalg av fullfôr, mineral- og vitaminpremikser og fôrmidler.

Det ble analysert for en rekke næringsstoffer, inkludert vitamin B, C, E og K, og mikro- og makromineraler, samt fettsyreprofil og aminosyreprofil i fullfôr i 2018. Resultatene tyder på at behovet for vitamin C, vitamin E, og vitamin K blir dekket gjennom fôret, mens det kan være noen utfordringer med lave nivåer av noen av B-vitaminene (spesielt folat og cobalamin). Fettsyreprofilen viste at minimumsverdien for sum EPA og DHA i fullfôrene var 6,1% av totale fettsyrer som er over antatt behov hos laks i sjøvann for god vekst. Flere av fullfôrene inneholdt mineralene selen, sink, molybden, samt vitamin D3 over de øverste tillate nivåene. Grenseverdiene for mineraler og vitamin D3 er lagt under lovgivningen for tilsetningsstoffer, og gjelder for summen av tilsatt mengde og det som naturlig er tilstede i fôrmidlene, men gjelder bare dersom stoffene er tilsatt. Det er analytiske utfordringer med å skille mellom det som er tilsatt og det som er naturlig form i de spesifikke fôrene. Analyser av premikser i 2018 viste at flere mikromineraler og vitamin som overskrider grenseverdien (selen, sink, molybden og vitamin D3) generelt inngår i premikser.

Vi anbefaler fortsatt overvåking av norsk fiskefôr og fôrmidler, både med tanke på fremmedstoffer, men også ernæringskvalitet. Videre overvåking og kartlegging av fremmedstoffer og deres metabolitter og næringsstoffer blir særlig viktig når nye fôrmidler blir tatt i bruk.

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 2018, a total of 133 samples were analysed including 76 complete feeds, 9 fish meals, 11 plant proteins, 10 plant oils, 10 fish oils and 17 mineral- and vitamin-premixes.

The focus of the monitoring program in 2018 was to analyse the nutrient composition in fish feed and feed ingredients, but also to maintain the analysis of undesirable substances in selected feeds. In 2018, bacteria in the family *Enterobacteriaceae* was detected with a level over the maximum limit in one sample of fish meal. Also, a high level of *Enterobacteriaceae* was detected in a plant-based feed ingredient, however, there are no maximum limits established for this type of feed ingredient in the EU. Bacteria in the genus *Salmonella* was detected in one sample of complete feed analysed in 2018. The bacteria was *Salmonella* Altona, which has not previously been detected in fish feed in this program. The results for 2018 show that the program should keep the focus on addressing the microbiological quality of feed and feed ingredients.

No traces of ruminant bones, or DNA from ruminant material, were detected in any of the fishmeal analysed in 2018. Residues of ruminant DNA were detected in three samples of vitamin premixes analysed by the PCR method, but the same samples were negative when analysed for illegal ruminant material using light microscopy. We cannot determine whether this is due to addition of legal PAP (e.g milk proteins) or unintended or illegal PAP (e.g gelatin from ruminant) [71].

None of the samples analysed in 2018 exceeded the established maximum level for organic and inorganic contaminants. However, high levels of mycotoxins were detected in two samples of plant proteins, both products of corn. The levels did not exceed the maximum level for aflatoxin, but they contained high levels of fumonisines, zearalanone and beauvericin, where one of the samples exceeded the guidance value for zearalanone and contained a high concentration for enniatin. Several of the feeds analysed contained levels of enniatin over the detection limit of 10 µg/kg, which has also been seen previous years in this program. It is not established maximum levels or guidance values for enniatin or beauvericin for feed or feed ingredients in EU. There are currently few data available on the presence of mycotoxins in fish feed as well as in feed ingredients, and it is important to maintain the surveillance on this group of undesirable substances.

In 2018, a range of organophosphate pesticides (116 compounds), were screened for in fish feed, plant protein and in plant oil. Only chlorpyrifos-methyl and pirimiphos-methyl were detected in some of the feeds and plant oils analysed, whereas no organophosphate pesticides were detected in plant proteins analysed in 2018. The results suggest that plant oil is the main source for pirimiphos-methyl in fish feed. In 2018 the organophosphate pesticide malathion was detected with levels over the LOQ in four of ten plant oils analysed. This is the first time that malathion has been detected in samples analysed in this monitoring program. Also, glyphosate and its degradation-product aminomethyl phosphonic acid (AMPA) were detected in several of the fish feeds and in plant proteins analysed.

Both feeds and fishmeal were analysed for the synthetic antioxidants BHT, BHA and ethoxyquin in 2018. No samples exceeded the maximum content for these feed additives. The average concentration of ethoxyquin in fish feed and fishmeal were lower in samples analysed in 2018 compared to levels in samples analysed in 2017. Since the authorization of ethoxyquin has not been extended in EU, it is expected that other antioxidants, synthetic or natural, will replace ethoxyquin in the years to come. It is therefore important to include other types of antioxidants in future monitoring programs.

With regards to the nutrient composition of complete feed, analysis of a range of vitamins, minerals, as well as the fatty acid and amino acid profiles were performed. The results indicate that vitamin C, vitamin E and vitamin K levels in the complete feed meet the requirement of farmed salmon. The results indicate that there could be some challenges with low levels of some of the B-vitamins, particularly folic acid and cobalamin. The fatty acid profile analysis shows that

the minimum value of sum EPA and DHA in the complete feeds is 6.1% of the total fatty acids, which is over the requirement for salmon in seawater. Several of the complete feeds were above the maximum content with respect to the feed additives; zinc, molybdenum, selenium and vitamin D3. The maximum content for feed additives applies to the total sum of additives, from added sources and from what is naturally present in feed ingredients, but only when any substance is added. Results suggest that minerals and vitamins that exceed the maximum content (Zn, Mo, Se and vitamin D3) are generally included in premixes. To differentiate the supplemented form from the form naturally present in the feed is analytically challenging.

It is recommended to continue the surveillance of fish feed and feed ingredients in the years to come, both with regards to undesirable substances and nutritional quality, and this will be particularly important in view of changes in the feed composition with novel feed ingredients.

5 - 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/tseprotein_til_for.5620/binary/TSE-protein%20til%20f%C3%B4r.
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. EUR28099, Publications Office of the European Union, Luxembourg, 2016.
4. Code of practice for the prevention and reduction of dioxin and dioxin-like PCB contamination in foods and feeds. Codex Alimentarius List of Standards.
5. 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
7. FOR-2005-04-12-319: Forskrift om tilsetningsstoffer til bruk i fôrvarer.
3. FOR-2011-04-02-360:Forskrift om merking og omsetning av fôrvarer.
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>
1. 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.
2. [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.
3. [Commission Recommendation 2013/165/EU](#) on the presence of T-2 and HT-2 toxin in cereals and cereal products.
4. 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_mykot
5. 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 salar*). Food Chem. Toxicol. 121, 374-386.
3. Tolosa, J., Font, G., Manás, J., Ferrer, E. (2014). Natural occurrence of emerging *Fusarium* mycotoxins in feed and fish from Aquaculture. Journal of Agricultural and Food Chemistry 62(51):12462-70.
7. 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.
3. Grenseverdier for summer av pesticider i henhold til Forskrift om fôrvarer (med "molecular weight conversion factor" for summer).
3. Fiskefôr rapportene for årene 2005-2011.
3. Måge, A., Julsaamn, K., Espe, M. & Lunestad, B.T. Årsrapport 2008 og 2009. Overvåkningsprogram for fôrvarer til fisk og andre kvatiske dyr. Nasjonalt institutt for ernærings- og sjømatforskning. 2010, Bergen. P. 69.
1. 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.
2. Strandberg, B., Hites, R.A. (2001). Concentration of organochlorine pesticides in wine corks. Chemosphere, 44, 729-735.
3. Portolés, T. et al., 2017. Comprehensive strategy for pesticide residue analysis through the production cycle of gilthead sea bream and Atlantic salmon. Chemosphere, 179, pp.242–253.
4. EU Pesticide database, European Commission (EC):http://ec.europa.eu/food/plant/pesticides/eu-pesticides-database/public/?event=active_substance_selection&language=EN
5. 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.

3. 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.
7. Sanden, M., Gro-Ingunn Hemre, Amund Måge, Bjørn Tore Lunestad, Marit Espe, Kai K Lie, Anne-Katrine Lundebye, Heidi Amlund, Rune Waagbø & Robin Ørnstrud (2017). Program for overvåking av fiskefôr. Årsrapport for prøver innsamlet i 2016. Nasjonalt institutt for ernærings- og sjømatforskning. Bergen. Pp.51.
3. <https://www.efsa.europa.eu/en/topics/topic/brominated-flame-retardants>.
3. <http://www.miljostatus.no/tema/Kjemikalier/Noen-farlige-kjemikalier/Bromerte-flammehemmere/#B>
1. Berntssen MHG, Julshamn K, Lundebye AK. (2010). Chemical contaminants in aquafeeds and Atlantic salmon (*Salmo salar*) following the use of traditional- versus alternative feeding ingredients. *Chemosphere* 78: 637-646.
1. 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.
2. Berntssen, M.H.G., Ørnstrud, 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. <https://www.efsa.europa.eu/en/press/news/181213>.
4. 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. Available at: <https://efsa.onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.2903/j.efsa.2018.5194>.
5. Amlund, H., Sloth, J.J., Berntssen, M.H.G., Lundebye, A.-K., Julshamn, K. (2006). Arseni fiskeolje som føringrediens til oppdrettsfisk – en ny utfordring? *Norsk fiskeoppdrett*, Nummer 4.
3. Julshamn, K., Nilsen, B.N., Frantzen, S., Valdersnes, S., Måge, A., Nedreaas, K.H., Sloth, J.J. (2012) Total and inorganic arsenic in fish samples from Norwegian waters. *Food Additives and Contaminants*; Volum 5(4) S. 229-235.
7. Sele, V, Sloth, J.J., Lundebye, A.-K., Larsen, E., Berntssen, M.H.G., Amlund, H. (2012). Arsenolipids in marine oils and fats: A review of occurrence, chemistry and future research needs. *Food chemistry* 133 s.618-630.
3. Committee of Experts on the Transport of Dangerous Goods and on the Globally Harmonized System of Classification and Labelling of Chemicals. United Nations Secretariat.
3. 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., Valdersens, 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.
1. 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*. Available at: [https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/\(SICI\)1097-0010\(2000101\)80:1%3C10::AID-JSFA478%3E3.0.CO;2-T](https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/(SICI)1097-0010(2000101)80:1%3C10::AID-JSFA478%3E3.0.CO;2-T).
2. Lundebye, A.-K. et al., 2010. Level 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.
3. 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.
4. Prabhu, P. A. J. Minerals in fish: does the source matter? PhD thesis, Wageningen University, Wageningen, NL (2015). ISBN:978-94-6257-480-9.
5. Standal, H., Dehli, A., Rorvik, K.A., Roem, A. (1999). Iron status and dietary levels of iron affect the bioavailability of haem and non-haem iron in Atlantic salmon *salar*, *Aquaculture Nutrition* 5(3):193-198.
3. Maage A og Sveier H (1998) [Addition of dietary iron \(III\) oxide does not increase iron status of growing Atlantic salmon](#). *Aquaculture International*, 1998, 6: 249-252.

7. National Research Council(NRC), Nutrient requirements of fish and shrimp, The National Academies Press, Washington, DC, 2011.
3. Silva, M.S. et al., 2019. Speciation of zinc in fish feed by size exclusion chromatography coupled to inductively coupled plasma mass spectrometry – using fractional factorial design for method optimisation and mild extraction conditions. *Journal of Chromatography B*, 1104, pp.262–268. Available at: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jchromb.2018.11.010>.
3. Silva, M.S. et al., 2019. Apparent availability of zinc, selenium and manganese as inorganic metal salts or organic forms in plant-based diets for Atlantic salmon (*Salmo salar*). *Aquaculture*, 503, pp.562–570.
0. Måge, A., Julshamn, K., Espe, M. & Lunestad, B.T. (2010). Årsrapport 2008 og 2009. Overvåkningsprogram for fôrvarer til fisk og andre akvatiske dyr. Nasjonalt institutt for ernærings- og sjømatforskning (NIFES), Bergen.
1. 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.
2. Sissener, N.H., Julshamn, K., Espe, M., Lunestad, B.T., Hemre, G.-I., Waagbø, R., Måge, A. (2013). Surveillance of selected nutrients, additives and undesirables in commercial Norwegian fish feeds in the years 2000-2010. *Aquaculture Nutrition* 19:555-572.
3. For detaljer, se Mattilsynet sin høring https://www.mattilsynet.no/dyr_og_dyrehold/for/endringer_i_fortilsetningsstofforskriften_horingsfrist_juni_2019
4. 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*, 111, 547-554.
5. Hamre, K., Sissener, N.H., Lock, E.J., Olsvik, P.A., Espe, M., Torstensen, B.E., Silva, J., Johansen, J., Waagbø, R., Hemre, G.-I. (2016). Antioxidant nutrition in Atlantic salmon (*Salmo salar*) parr and post-smolt, fed diets with high inclusion of plant ingredients and graded levels of micronutrients and selected amino acids. *PeerJ* DOI 10.7717/peerj.2688
3. Krossoy, C., Waagbø, R., Fjellidal, P. G., Wargelius, A., Lock, E. J., Graff, I. E. & Ornsrud, R. 2009. Dietary menadione nicotinamide bisulphite (vitamin K3) does not affect growth or bone health in first-feeding fry of Atlantic salmon (*Salmo salar* L.). *Aquaculture nutrition*, 15, 638-649.
7. Hamre, K, Sissener NH, Lock EJ, Olsvik PA, Espe M, Torstensen BE, Silv J, Johansen J, Waagbø R, Hemre GI. Antioxidant nutrition in Atlantic salmon parr and post-smolt, fed diets with high inclusion of plant ingredients and graded levels of micronutrients and selected amino acids. *PeerJ*, 2016, DOI.7717/peerj.2688.
3. Sanden, M., Gro-Ingunn Hemre, Amund Måge, Bjørn Tore Lunestad, Marit Espe, Kai K Lie, Anne-Katrine Lundebye, Heidi Amlund, Rune Waagbø & Robin Ørnstrud (2017). Program for overvåking av fiskefôr. Årsrapport for prøver innsamlet i 2016. Nasjonalt institutt for ernærings- og sjømatforskning. Bergen. Pp.51.
3. G.-I. Hemre, E.J. Lock, P.A. Olsvik, K. Hamre, M. Espe, B. Torstensen, J. Silva, A.-C. Hansen, R. Waagbø, J. Johansen, M. Sanden, N.H. Sissener. 2016. Atlantic salmon (*Salmo salar*) require increased dietary levels of B-vitamins when fed diets with high inclusion of plant based ingredients. *PeerJ*, 4:e2493, 1-28.
0. 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.
1. 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.
2. Bell, J. G. & Sargent, J. R. (2003). Arachidonic acid in aquaculture feeds: current status and future opportunities. *Aquaculture*, 218, 491-499.
3. 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.]. doi: 10.2903/j.efsa.2016.4593.
4. Espe, M., Ruohonen, K. & El-Mowafi, A., 2012. Effect of taurine supplementation on the metabolism and body lipid-to-protein ratio in juvenile Atlantic salmon (*Salmo salar*). *Aquaculture Research*, 43(3), pp.349–360. Available at: <http://dx.doi.org/10.1111/j.1365-2109.2011.02837.x>.
5. Espe, M. & Holen, E., 2013. Taurine attenuates apoptosis in primary liver cells isolated from Atlantic salmon (*Salmo*

- salar). *British Journal of Nutrition*, 110(01), pp.20–28. Available at:<http://dx.doi.org/10.1017/s0007114512004679>.
5. Espe, M. et al., 2008. Methionine intake affect hepatic sulphur metabolism in Atlantic salmon, *Salmo salar*. *Aquaculture*, 274(1), pp.132–141.
 7. Espe, M. et al., 2014. Methionine deficiency does not increase polyamine turnover through depletion of hepatic S-adenosylmethionine in juvenile Atlantic salmon. *The British journal of nutrition*, 112(8), pp.1274–1285.
 3. Rathore, R.M. et al., 2010. Lysine limitation alters the storage pattern of protein, lipid and glycogen in on-growing Atlantic salmon. *Aquaculture Research*, 41(11), pp.e751–e759. Available at:<http://dx.doi.org/10.1111/j.1365-2109.2010.02576.x>.
 3. El-Mowafi, El-Mowafi & Maage, 1998. Magnesium requirement of Atlantic salmon (*Salmo salar* L.) parr in seawater-treated fresh water. *Aquaculture Nutrition*, 4(1), pp.31–38. Available at:<http://dx.doi.org/10.1046/j.1365-2095.1998.00100.x>.
 3. Shearer, K.D., 1988. Dietary potassium requirement of juvenile chinook salmon. *Aquaculture*, 73(1), pp.119–129.
 1. https://www.mattilsynet.no/dyr_og_dyrehold/for/tseprotein_til_for.5620/binary/TSE-protein%20til%20f%C3%B4r.

6 - Metodebeskrivelser

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

Vitamin D3, Metode 036*	Vitamin D3 analyseres ved at et homogenat av prøven forsåpes, ekstraheres og renses på en preparativ kolonne, prinsipp for separasjon er omvendt fase HPLC, og med UV-deteksjon 254 nm abs. Metoden følger NMKL-prosedyre nr 3, 4, 5 og 9, og NIFES valideringsdokument. Metoden kan finnes som CEN metode NS-EN 12821 (200). CEN (Comité Européen de Normalisation), NS-EN 12821 (2009), Foodstuffs – Determination of vitamin D by high performance liquid chromatography - Measurement of cholecalciferol (D3) or ergocalciferol (D2). Akkreditert metode.
Vitamin E, tokoferol og isomerer Metode251*	Prøvehomogenatet forsåpes, og ekstraheres. De ulike tokoferolformene separeres vha HPLC, og bestemmes ved fluorescens. Metoden følger NMKL-prosedyre nr 3, 4, 5 og 9, og NIFES valideringsdokument. Metodene er CEN metode: CEN (Comité Européen de Normalisation), prEN12822 (1999), Foodstuffs – Determination of vitamin E by high performance liquid chromatography - Measurement of tocopherols. Metoden er beskrevet i: Hamre, K., Kolås, K., Sandnes, K., (2009) Protection of fish feed, made directly from marine raw materials, with natural antioxidants. Food Chemistry, 119, 270-278. Akkreditert metode.
Fettsyrer, absolutte mengder, Metode041*	Fett ekstraheres fra prøvehomogenat, filtreres, dampes inn, forsåpes og metyleres før selve analysen vha gasskromatografi (GLC), bestemmelse ved flammeionisasjonsdeteksjon, og følger NMKL-prosedyre nr 3, 4, 5 og 9, og NIFES valideringsdokument. Metodene er beskrevet i: Lie, Ø. and Lambertsen, G., 1991. Fatty acid composition of glycerophospholipids in seven tissues of cod (Gadus morhua), determined by combined high-performance liquid chromatography and gas chromatography. J. Chromatogr. 1991 Apr 19, 565, 119-129. Akkreditert metode.
Fettetter syrehydrolyse, Metode 083*	Homogenat av prøven pre-ekstraheres med petroleumbensin på Soxtec, dampes inn, hydrolyseres i HCl, og syren filtreres av. Tørket prøve ekstraheres, og inndampingsrest veies. Sum av de to inndampingsvektene utgjør % fettinnhold. Metoden følger NMKL-prosedyre nr 3, 4, 5 og 9, og NIFES valideringsdokument. Referanser: EU-kommisjonens direktiv 84/4 EØF, De europeiske Fellesskapers Tidende, nr L 15/28, 18.1.84, metode B. Kommissionens direktiv 98/64/EF, De europeiske Fellesskapers Tidende, nr L257/23, 19.9.98, del B Tecator application note AN 301, "Solvent Extraction using the Soxtec System". Akkreditert metode.
Ruminant DNA Metode 408	DNA renses fra prøvehomogenatet vha Wizard® Magnetic DNA Purification System for Food kit, som benytter magnetkule-basert teknologi (MagneSil® Paramagnetic Particles) for å binde DNA til seg. Renset DNA amplifiseres vha DNA polymerase og identifiseres vha gjenkjenning av gitt primer, her ruminant spesifikk primere (real-time PCR). Pakningsvedlegg for GoTaq Hot Start DNA polymerase fra Promega Pakningsvedlegg for Platinum® Taq DNA Polymerase High Fidelity fra Invitrogen http://allserv.rug.ac.be/~avierstr/principles/pcr.html http://www.brinkmann.com/PCR_appl_protocolsMC.asp . Ikke akkreditert metode.
Ethoxyquin, Metode 229	Ethoxyquin og ethoxyquin dimer stabiliseres i prøven ved tilsetning av EDTA eller askorbinsyre, og hydrolyseres ved tilsetning av etanol, NaCl og NaOH. Det uforståelige 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, og NIFES valideringsdokument. Metodene 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. Ikke akkreditert metode.
BHT, Metode 250*	BHT (butylhydroxytoluen) 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, og NIFES valideringsdokument. Metodene 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. Akkreditert metode.
BHA, Metode 294*	BHA (butylhydroxyanisol) ekstraheres fra prøvehomogenatet vha acetonitril tilsatt askorbinsyre, og separeres ved omvendt fase HPLC. Fluorescens brukes til deteksjon. Metoden følger NMKL-prosedyre nr 3, 4, 5 og 9, og NIFES valideringsdokument. Metodene er beskrevet i: B. D. Page. Liquid chromatographic method for the determination of nine phenolic antioxidants in butter oil: Collaborative study. Journal of AOAC International, Vol. 76, No. 4, 1993, 765-779. K. J. Hammond. The determination of butylated hydroxyanisole (BHA), butylated hydroxytoluene (BHT) and individual gallate esters in fats and oils by HPLC. J. Assoc. Publ. Analysts, 1978, 16, 17-24. Akkreditert metode.
Vanninnhold Metode 377*	Prøven homogeniseres, veies, fryses, og vannet trekkes ut ved vakuum ved at is går over direkte til damp. Metoden følger NMKL-prosedyre nr 3, 4, 5 og 9, og NIFES valideringsdokument. Akkreditert metode.

Multielementer Metode 382*	Prøven bestemmes for Na, Mg, K, Ca og P, ved å tilsette syre, og fullstendig dekomponere vha varme (mikrobølger). Kvantitativt innhold bestemmes vha ICPMS. Akkreditert metode.
Multielementer Metode 197*	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 internstandard for å korrigere for eventuell drift i instrumentet og gull ble brukt som stabilisator for kvikksølvbestemmelsen. Akkreditert metode*. *Ikke akkreditert for V, Mn, Fe, Co, Mo, Ag, Cr, Ni
Dioksiner, PCB, furaner og PBDE, Metode 292*	Prøve homogenat tilsettes intern standard og ekstraheres med heksan vha Accelerated Solvent Extraction ASE. Fettet brytes ned v syre i kiselgel. Ekstraktet renses på silica, alumina og karbon kolonner (PowerPrep). Dioxinog 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 høyoppløsende GC/MS. Polybromerte difenyl etere (PBDE) (28, 47, 99, 100, 153, 154, 183) på GC/MS. Mono-orto PCB (118, 114, 105, 156, 157, 167, 189) og PCB 6 (28, 52, 101, 138, 153, 180) på GC-MSMS. PBDE 66, 119 og 138 bestemmes på GC/MS, og mono-orto PCB-123 bestemmes på GC-MSMS. Resultatene kvantifiseres vha intern standard. PBDE vha kalibreringskurve. Metoden følger NMKL-prosedyre nr 3, 4, 5 og 9, og NIFES valideringsdokument. Metoden er videre utviklet og tilpasset ved NIFES basert på: United States Environmental Protection Agency metode 1613: "Tetra-through Octa Chlorinated Dioxins and Furans by Isotope Dilution HRGC/HRMS", EPA no 821-B-94-005, October 1994. Metode 1668 rev. A: "Chlorinated Biphenyl Congeners in Water, Soil, Sediment and Tissue by HRGC/HRMS": EPA no. 821-R-00-002 December 1999. Akkreditert metode. SANCO/1562/01-rev1 "Methods of analysis in feed and food". Working document-. Erstattet av Com.reg 252/2012 (food) og Com.reg 278/2012 (feed) Bjørklund, 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 / Bjørklund, E / von Holst, C (2001). On-line clean-up of pressurized liquid extracts for the determination of polychlorinated biphenyls in feedingstuffs and food matrices using gas chromatography-mass spectrometry, Journal of Chromatography A Vol. 925, Nr. 1-2, 197-205. SANCO/3116/99-rev1 European Commission, Simplified method for the determination of polychlorinated biphenyls (PCBs) in food and feedingstuffs samples by GC/MS – Working document Dionex; Application Note ASE 322; Selective Extraction of PCBs From Fish Tissue Using Accelerated Solvent Extraction (ASE). Dionex Corporation: Sunnyvale, CA, 1996. Akkreditert metode.
Enterobacteriaceae Metode 383*	Prøven homogeniseres og fra ulike fortyninger overføres en kjent mengde til et av merket område på en 3MTM petrifilm TM, som er belagt med et selektivt næringsmedium (modifisert fiolett rød-gallesalt-glukose agar) 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 TMPetrifilm TMEnterobacteriaceae Count Plate, AFNOR 3M-01/6-09/97. Akkreditert metode.
Salmonella (rapid), Metode 422*	Metoden er basert på Bio-Rad Rapid Salmonella kort protokoll, som inkluderer selektiv oppformering i buljong, etterfulgt av utplating på et selektivt kromogent agarmedium. Metodikken er i samsvar med metodestandarden AFNOR BRD07/11-12/05. Dersom det påvises Salmonellabakterier, blir isolatet sendt til det nasjonale referanselaboratoriet for nærmere karakterisering, inkludert serovariant bestemmelse. Akkreditert metode.
Klorerte pesticider (30) *	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. Akkreditingsnummer D-PL-14629-01-00). For mer informasjon kontakt Eurofins GfA Lab Service GmbH (Hamburg). Akkreditert metode.
PAH(16) Polyaromatiske hydrokarboner*	Metoden bestemmer de 16 EFSA PAH'ene (EU 208/2005). Prøven ble ekstrahert med organiske løsemidler vha ASE (accelerated solvent ekstrakt). Fettet ble fjernet, og ekstraktene videre renses 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. Metodene beskrives i: V. Varlet, T. Serot, F. Monteau, B. Le Bizet, C. Prost. (2007). Determination of PAH profiles by GC-MS/MS in salmon muscle meat processed with four cold smoking techniques. Food Addit. Contam., 24(7):744-757. Akkreditert metode.
HBCD og TBBPA*	Metoden bestemmer alfa, beta og gamma hexabromocyclododecane (HBCD), samtsum HBCD med LC-MS-MS. Tetrabromobisphenol-A (TBBPA) blir bestemt med LRMS. Metodene er akkreditert (akkreditingsnummer D-PL-14629-01-00). Flytende LOQ. For mer informasjon kontakt Eurofins GfA Lab Service GmbH (Hamburg). Akkreditert metode.
Glyfosat og Ampa *	Metoden bestemmer glyfosat og dens nedbrytningsprodukt amino methylphosphonic acid (AMPA). Analyttene blir syreekstrahert, nøytralisert og derivatisert med FMOG og deretter analysert på LC-MS/MS. Akkreditingsnummer D-PL-19579-02-00. Fast LOQ 0,01 mg/kg. For mer informasjon kontakt Eurofins Sofia GmbH (Berlin). Akkreditert metode

Organfosfat pesticidforbindelser*	Pesticidene blir bestemt med GC-FPD. AkkrediteringsnummerD-PL-14198-01-00.LOQ chlorpyrifos-metyl og pirimifos-metyl: 0,01 mg/kg i fullfôrog 0,02 mg/kg i oljer. For mer informasjon kontakt Eurofins Dr. Specht Laboratorien GmbH(Hamburg). Akkreditert metode.
Aflatoksiner*	AflatoxinB1, B2, G1 og G2 blir bestemt med denne metoden med en fast LOQ på0,1 µg/kg. Blir analysert med HPLC og fluorescens deteksjon.AkkrediteringsnummerD-PL-14602-01-00. For mer informasjon kontakt eurofins WEJ Contaminants GmbH (Hamburg). Akkreditert metode.
OchratoxinA*	OchratoxinA blir bestemt med denne metoden med en fast LOQ på 0,2 µg/kg.Blir analysert med HPLC og fluorescens deteksjon. Metoden er akkreditert (akkrediteringsnummerD-PL-14602-01-00). For mer informasjon kontakt eurofins WEJ Contaminants GmbH (Hamburg).
Fusarium toksiner*	Deoxynivalenol,zearalenon, T-2 toksin, HT-2 toksin og sum T-2 toksin og HT-2toksin blir bestemt med denne metoden med en fast LOQ på 10-20µg/kg. Blir analysert med LC-MS/MS. Metoden er akkreditert(akkrediteringsnummerD-PL-14602-01-00).For mer informasjon kontakt eurofins WEJ Contaminants GmbH (Hamburg).
Fumoniser*	Fumonisin B1, B2 og sum B1 og B2 blir bestemt med denne metoden med en fastLOQ på 20 µg/kg. Blir analysert med LC-MS/MS. Metoden er akkreditert (akkrediteringsnummerD-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 fastLOQ på 10 µg/kg.Blir analysert med LC-MS/MS. Ekstraksjonmed ACN/H2O, SPE Clean-up. Metoden er akkreditert (akkrediteringsnummer D-PL-14602-01-00). For mer informasjonkontakt eurofins WEJ Contaminants GmbH (Hamburg).
PFAS	Metoden er validert for bestemmelse av PFAS i fiskefôr, og metoden erakkreditert for følgende analytter: PFOS,PFHpA, PFOA, PFNA, PFDA, PFUdA, PFDODA og PFTrDA.Prøvehomogenatetekstraheres 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 filtreringgjennom 3K ultrafilter. Prøvene analyseres til slutt på LCMS/MSog kvantifiseres ved hjelp av intern standard Metoden er beskrevet i:N. Yamashita, K. Kannan, S.Taniyasu et al.(2004) Environ. Sci. Technol. 38(21): 5522. Akkreditert metode.
Vitamin K3, Metode 340	Prøvehomogenat ekstraheres og menadion nicotinamid bisulfitt (MND) omgjøres til rent menadion,som separeres vha HPLC, og bestemmes ved fluorescens. Metoden følger NMKL-prosedyre nr 3, 4, 5 og 9, og NIFESvalideringsdokument. Referanse: BilledeauS., Journal of Chromatography (1989) 371-379.Grahl-Madsen E. (1992)HPLC-analyse av menadion (vitamin K3). Retensjon av vitamin K i lever og hel fisk. Hovedfagsoppgave ved Fiskeridirektoratetsernæringsinstitutt (Universitetet i Bergen). Ikke akkreditert metode.
Vitamin K1 og K2Metode 257	Prøvehomogenatet tilsetteslipase, ekstraheres, og vitamin K frigjøres ved knusing ogekstraksjon. HPLC brukes til separasjon. Vitamin K1 ogK2 detekteres med flourescens og intern standard.Metoden følger NMKL-prosedyre nr 3, 4, 5 og 9, og NIFES valideringsdokument. CEN (Comitè Européen deNormalisation), prEN 14148 (2003), Foodstuffs – Determination ofvitamin K1 by HPLC. Haroon Y.,Bacon D. S. & Sadowski J. A. (1987) Chemical reduction systemfor the detection of phyloquinone (vitamin K1) and menaquinones(vitamin K2). Journal of Chromatography 384,383-389. Ikke akkreditert metode.
Vitamin C Metode 221	Vitamin C ekstraheres ogreduseres til askorbinsyre ved tilsetning av dithiothreitol, ogseparert vha HPLC. Mengde askorbinsyre bestemmes elektrokjemiskved 150 mV. Metoden følger NMKL-prosedyre nr 3, 4, 5 og 9, ogNIFES valideringsdokument. Metoden er utarbeidet etter HewlettPackard prosedyre i Analysis of selected vitamins with HPLC andelectochemical detection og modifisert etter følgendeartikler: Kutnik, M. A.; Skala, J. H.; Sauberlich, H. E.; Omaye,S. T. Simultaneous determination of ascorbic acid, isoascorbicacid (erythorbic acid) an uric acid in human plasma by high-performance liquid chromatography with amperometric detection. J.Liquid Chromatogr. 1985; 8:31-46. Lykkesfeldt,J.; Loft, S.; Poulsen, H. E. Determination of ascorbic acid anddehydroascorbic acid in plasma by High- Performance LiquidChromatography with coulometric detection - Are they reliablebiomarkers of oxidative stress. Analytical Biochemistry. 1995;229:329-335; Nagy, E.;Degrell, I. Determination of ascorbic acid and dehydroascorbicacid in plasma and cerebrospinal fluid by liquid chromatographywith electrochemical detection. J. Chrom. 1989; 497:276-281. Ikke akkreditert metode.
Folat, Metode 210*	Folat bestemmes mikrobiologisketter ekstraksjon og enzymbehandling, som tilsettes et spesifikt vekstmedium, og avleses ved optical density (OD 575). Metoden følger NMKL-prosedyre nr 3, 4, 5 og 9, og NIFESvalideringsdokument. Metoden bygger på Svenska Nestlé AB'smikrobiologiske beståmning av folsyra i livsmedel. Metode nr.71C-2. Philips D.R. and Wright A.J.A.(1983), British Journal of Nutrition 49 ,181; Pedersen J.C.(1988). British Journal of Nutrition 59, 261;Tangvay A, E. (1958) Applied Microbiol. 7, 84-88). Akkreditert metode.
Pantoten, Metode 211*	Pantotensyre bestemmesmikrobiologisk. Etter ekstraksjon og enzymbehandling tilsettesprøven vekstmedium, og leses av ved OD 575. Tangvay A. E. (1958)Applied Microbiol. 7, 84-88 Metoden bygger påE.Snell (1950) Vitamins Methods Vol.1 342. Tangvay A. E. (1958)Applied Microbiol. 7, 84-88. Akkreditert metode.

Cobalamin (vitamin B12), Metode 214*	Cobalamin (B12) bestemmes mikrobiologisk. Etter ekstraksjon og enzymebehandling tilsettesprøven vekstmedium, og leses av ved OK 575). Metoden følger NMKL-prosedyre nr 3, 4, 5 og 9, og NIFES valideringsdokument. Metoden er en AOAC metode; Methods for the microbiological analyses of selected nutrients (1996) AOAC s63-65. Tangvay A. E. (1958) Applied Microbiol. 7, 84-88. Akkreditert metode.
Ruminant DNA Metode 408	DNA renses fra prøvehomogenatet vha Wizard® Magnetic DNA Purification System for Food™ kit, som benytter magnetkule-basert teknologi (MagneSil® Paramagnetic Particles) for å binde DNA til seg. Renset DNA amplifiseres vha DNA polymerase og identifiseres vha genkjennning av gitt primer, her ruminant spesifikk primere (real-time PCR). Pakningsvedlegg for GoTaq Hot Start DNA polymerase fra Promega Pakningsvedlegg for Platinum® Taq DNA Polymerase High Fidelity fra Invitrogen http://allserv.rug.ac.be/~avierstr/priciples/pcr.html http://www.brinkmann.com/PCR_appl_protocolsMC.asp . Ikke akkreditert metode.
Multielementer Metode 382*	Prøven bestemmes for Na, Mg, K, Ca og P, ved å tilsette syre, og fullstendig dekomponere vha varme (mikrobølger). Kvantitativt innhold bestemmes vha ICPMS. Akkreditert metode.
Jod, Metode 198*	Prøvehomogenat tilsettes vann og TMAH (tetrametylamoniumhydroksid), og jod bestemmes vha ICP-MS. Metoden følger NMKL-prosedyre nr 3, 4, 5 og 9, og NIFES valideringsdokument. K. Julshamn, L. Dahl and K. Eckhoff (2001). Determination of iodine in seafood by Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry. JAOAC International. 84 (6), 1976-1983. Akkreditert metode.



HAVFORSKNINGSINSTITUTTET

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