PROGRAM FOR FREMMEDSTOFFER I FÔRMIDLER AV FISK

Rapport for innsamlede prøver 2018

Anne-Katrine Lundebye, Jannicke Alling Bakkejord, Ole Jakob Nøstbakken, Veronika Sele og Robin Ørnsrud (HI)



RAPPORT FRA HAVFORSKNINGEN NR. 2019-36

Tittel (norsk og engelsk):

Program for fremmedstoffer i fôrmidler av fisk

Surveillance project on undesirable substances in feed ingredients of fish origin

Undertittel (norsk og engelsk):

Rapport for innsamlede prøver 2018

Report for 2018

Rapportserie:	År - Nr.:	Dato:
Rapport fra Havforskningen	2019-36	02.09.2019

ISSN:1893-4536

Forfatter(e):

Anne-Katrine Lundebye, Jannicke Alling Bakkejord, Ole Jakob Nøstbakken, Veronika Sele og Robin Ørnsrud (HI)

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

Distribusjon:

Åpen

Prosjektnr:

15218

Oppdragsgiver(e):

Mattilsynet

Program:

Trygg og sunn sjømat

Fiskeernæring

Forskningsgruppe(r):

Trygt fôr

Antall sider:

14

Sammendrag (norsk):

Mattilsynet er oppdragsgiver for dette overvåkningsprogrammet, som har som formål å undersøke innholdet av fremmedstoffer i fôrmidler av fisk, og som gjennomføres ved Havforskningsinstituttet. Overvåkingsprogrammet supplerer «Program for overvåking av fiskefôr» med data på uønskede stoffer i fôrmidler av fisk som er produsert i Norge og tatt ut på produksjonsvirksomhetene. I 2018 ble 19 prøver analysert: 9 prøver av fiskeolje, 5 prøver av fiskemel og 5 prøver av fiskeprotein-konsentrat.

Fremmedstoffene som ble inkludert i 2018 var dioksiner og furaner (PCDD/F), dioksinlignende PCB (DL-PCB), PCB_6, polybromerte diphenyleter ($PBDE_7$) og metaller (kvikksølv, bly, kadmium og arsen). Det ble også analysert for ulovlig PAP (prosessert animalske protein) fra drøvtyggere i fiskeprotein-konsentrat, samt om hydrolysert protein (HYDP) i fiskeprotein-konsentrat var tilstrekkelig hydrolysert.

Resultatene viste at innholdet av alle organiske miljøgifter analysert (PCDD/F, DL-PCB, PCB_6, og $PBDE_7$ dioksiner) i fiskemel, fiskeolje og fiskeprotein-konsentrat var lave. Ingen av fiskemelene, fiskeoljene eller fiskeprotein-konsentratene hadde nivå av dioksiner, sum dioksiner og dl-PCB, eller PCB_6 over grenseverdien.

Resultatene for 2018 viste lave nivåer av metaller og ingen overskridelser av grenseverdiene for arsen, kvikksølv, kadmium eller bly i fiskemel eller fiskeprotein-konsentrat.

Det ble ikke påvist ulovlig PAP i prøver av fiskeprotein-konsentrat undersøkt i 2018, og det ble ikke funnet animalske bestanddeler (fiskeben) i disse prøvene.

Vi takker alle som har deltatt i gjennomføringen av prosjektet.

Sammendrag (engelsk):

This surveillance project on undesirable substances in feed ingredients of fish origin was conducted by the Institute of Marine Research for the Norwegian Food Safety Authority (NFSA). The main aim of the project is to supplement the NFSA's annual feed surveillance programme with additional data on undesirable substances in feed products produced in Norway.

I 2018 19 samples were analysed: 9 samples of fish oil, five samples of fishmeal and five samples of fish protein concentrate. The undesirable substances included in 2018 were dioxins (PCDD/F), dioxin-like PCBs (dl-PCB), PCB_6, (PCB-28, PCB-52, PCB-101, PCB-138, PCB-153 and PCB-180), polybrominated diphenylethers ($PBDE_7$: PBDE-28, PBDE-47, PBDE-99, PBDE-100, PBDE-153, PBDE-154 and PBDE-183), metals (mercury, lead, cadmium and arsenic) and processed animal protein.

The results showed that the levels of all organic contaminants analysed (PCDD/F, dl-PCB, PCB_6, and $PBDE_7$) in fish oils, fishmeals and fish protein concentrates were low. None of the fish oils, fishmeals or fish protein concentrates had levels of PCDD/F, sum PCDD/F+dl-PCB, or PCB_6 above the maximum limits.

The results for 2018 showed that levels of metals in the fishmeals and fish protein concentrates analysed were low, and the levels of arsenic, mercury, cadmium and lead were well below the maximum levels.

No processed animal proteins of ruminant origin were detected in the samples of fish protein concentrates analysed in 2018. The fish protein concentrates complied with the regulation relating to hydrolysed protein in that no physically detectable animal proteins of fish origin were present.

We appreciate the input of all involved in this project.

Innhold

1 Innledning 5

2 Materiale og metode 6

2.1 Prøveinnsamling og -opparbeiding 6

2.2 Analyser 6

2.2.1 *Organiske miljøgifter* 6

2.2.2 *Metaller* 7

2.2.3 *Forbudte fôrmidler - Prosessert animalsk protein (PAP) fra drøvtyggere eller PAP omsatt som hydrolysert protein* 7

3 Resultater 8

3.1 Dioksiner (PCDD/F) og PCB i fôrmidler avfisk 8

3.2 Metaller i fôrmidler av fisk 11

3.2.1 *Arsen* 11

3.2.2 *Kvikksølv* 11

3.2.3 *Kadmium* 12

3.2.4 *Bly* 12

3.3 Forbudte fôrmidler: PAP fra drøvtyggere eller PAP omsatt som hydrolysert protein 12

3.3.1 *Hydrolysert protein* 12

4 Konklusjon 13

1 - Innledning

Overvåknings- og kartleggingsprogrammet for fremmedstoffer i fôrmidler av fisk har som formål å fremskaffe kunnskap om nivåene og variasjonen av uønskede stoffer i aktuelle fôrmidler av fisk. Fôrmidler av fisk kan benyttes i fôr til selskapsdyr, pelsdyr og matproduserende dyr, både fisk og matproduserende dyr på land. Det er imidlertid ikke tillatt å benytte fiskemel i fôr til drøvtyggere. Hydrolysertprotein av fisk kan benyttes også i fôr til drøvtyggere, men fiskeproteinkonsentrat som ikke er tilstrekkelig hydrolysert faller under samme regelverk som fiskemel. I 2019 ble totalt 19 prøver analysert i dette programmet; 9 fiskeoljer, 5 fiskemel og 5 fiskeproteinkonsentrat. Det er viktig å overholde øvre grenseverdier for uønskede stoffer i fôr av hensyn til dyretsvelferd. I et mattrygghetsperspektiv er det viktig å ha kontroll på innholdet av uønskede stoffer i fôret til matproduserende dyrfor så sikre lavt innhold av uønskede stoffer i maten som dyrene produserer (fisk kjøtt melk egg mm). Matproduserende dyr har forholdsvis kort levetid og dyrevelferdsmessige konsekvenser er derfor minimale. I dette overvåkningsprogrammet analyseres fôrmidler av fisk som er tatt ut på norske produksjonsvirksomheter, i motsetning til de prøvene som analyseres i Mattilsynets årlige overvåkningsprogram for fiskefôr, der prøvene tas ut på fiskefôrfabrikk som handler fôrmidler på det globale markedet. Analysene av fremmedstoffer inkluderte organiske miljøgiftene dioksiner, PCB (både dioksin-lignende PCB og PCB6) og polybromerte difenyletere (PBDE7). Prøvene ble også analysert for metallene kvikksølv, bly, kadmium og arsen, og noen prøver ble analysert for prosesserte animalsk protein (PAP).

2 - Materiale og metode

2.1 - Prøveinnsamling og -opparbeiding

Prøveinnsamling ble gjort av Mattilsynet. Det ble tatt ut prøver av proteinfôrmidler og olje fra norske bearbeidingsanlegg som er godkjent for bearbeiding av kategori 3 animalske fiskebiprodukter for bruk til fôr. Prøvene ble sendt til HI i egnet emballasje. Før kjemisk analyse, ble prøvene homogenisert, splittet og overført til tette prøvebeger. Fiskeprotein-konsentrat prøver til PAP (prosessert animalsk protein) analyse ble sendt direkte til Synlab for analyse i uåpnet emballasje, uten oppmaling og prøvesplitting som en ekstra sikring mot kontaminering. Synlab analyserte prøvene med lysmikroskopi (EU51/2013 mod., ikke akkreditert). Laboratoriene ved Havforskningsinstituttet (HI) er akkreditert av Norsk akkreditering etter standarden ISO-EN 17025 for en rekke kjemiske metoder og har akkrediteringsnummer Test-50.

2.2 - Analyser

2.2.1 - Organiske miljøgifter

*Olje, mel ogfiskeprotein-konsentrat prøvene ble analysert for dioksiner(PCDD/F),*dioksinlignende PCB (dl-PCB), PCB_6og $PBDE_7$. Prinsipper for analysemetodene samt akkrediteringsstatus og kvantifiseringsgrenser (LOQ) er gitt i Tabell 1. Analysemetodene er akkreditert i henhold til NS-EN-ISO 17025.

Tabell1. Analysemetoder, akkrediterings status og bestemmelsesgrense (LOQ) for prøvene av fiskemel, fiskeolje, og fiskeprotein-konsentrateranalysert.

Table1. Analytical methods used, accreditation status of the methods and limits of quantification (LOQ) for the fishmeals, fish oils, and fishprotein concentrates analysed.

Analytt	Metode	Status Akkreditering	LOQ
PCDD og PCDF	HRGC/HRMS	Ja	0,008-0,4 ng/kg [a)]
non-ortho PCB	HRGC/HRMS	Ja	0,008-0,04 ng/kg [a)]
PCB*	GC-MSMS	Ja	6-300 ng/kg- [a)]
PBDE	GC-MSMS	Ja	0,0012-0,2 µg/kg[a)]

a)Avhengig av analytt og matriks. Dependingon analyte and matrix.

*Mono-orthoPCB og PCB_6

Ved bestemmelse avPCDD/Fog dioksinlignende PCB ble det kvantifisert syv kongenere av PCDD, ti kongenere av PCDF, fire kongenere av non-orto PCB (PCB-77, -81, -126og -169) og åtte kongenere av mono-orto PCB (PCB-105, -114, -118,-123, -156, -157, -167 og -189). Hver forbindelse av PCDD/F eller dioksinlignende PCB har ulik toksisitet. For å kunne angi disse forskjellige forbindelsenes toksisitet, er «toksisitetsekvivalensfaktor» (TEF) innført. TEF er omregningsfaktorer for de enkelte forbindelsenes giftighet i forholdtil den mest giftige (TCDD) som har en faktor på 1. Toksiskeekvivalentkvotienter ble bestemt ved å multiplisere konsentrasjonenemed kongenernes toksiske ekvivalensfaktorer, WHO-TEF 2005. Dette betyr at analyseresultatene for alle de individuelle dioksinforbindelsene og dioksinlignende PCB-forbindelsene uttrykkes i én enkelt målbar enhet: «TCDD-ekvivalentkvotient» (TEQ).

Ved beregning av sum PCDD/F og sum PCDD/F+dl-PCB for vurdering opp mot EUs og Norges grenseverdier ble konsentrasjoner som var lavere enn kvantifiseringsgrensen (LOQ;Limit of Quantification) satt lik LOQ slik regelverket for grenseverdier krever (EU, 2006, Forskrift om visse forurensende stoffer i næringsmidler). Dette blir kalt «upper bound LOQ» summering. LOQer den konsentrasjonen av et stoff man kan kvantifisere med en gittmåleusikkerhet. Metodens LOQ avhenger blant annet av prøvetype. Resultater under LOQ oppgis i denne rapporten som «For PCB_6 inngår summen av kongenerne PCB-28,PCB-52, PCB-101, PCB-138, PCB-153 og PCB-180 og for $PBDE_7$ inngår

summen av PBDE-28, PBDE-47, PBDE-99, PBDE-100, PBDE-153,PBDE-154 og PBDE-183. Summen av PCB_6og av$PBDE_7$ er gitt som «upperbound LOQ».

Prøvehomogenatet tilsettes intern standard og ekstraheres med heksan vha Accelerated Solvent Extraction (ASE). Fettet brytes ned ved bruk av syre i kiselgel. Ekstraktet renses på silica, alumina og karbon kolonner (Power Prep, FMS / Go-HT, DSP). Dioxin og furan (tetra-octa klorertedibenso-para-dioksiner (PCDD), tetra-octaklorertedibenso-para-furaner (PCDF), Non-orto PCB bestemmes kvantitativt ved bruk av isotop-fortynning (isotope dilution) og høyoppløselig HRGC/HRMS. Mono-orto PCB, PCB_6 og $PBDE_7$ bestemmes kvantitativt ved bruk av isotop-fortynning og GC-MSMS. Metoden(e) er videreutviklet og tilpasset relevante prøvetyper, og er 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.

Metode1668 rev. A:”Chlorinated Biphenyl Congeners in Water, Soil, Sediment and Tissue by HRGC/HRMS.”: EPA no. 821-R-00-002 December1999.

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)

Bjorklund,E / Muller, A / von Holst, C. (2001). Comparison of fat retainers in accelerated solvent extraction for the selective extraction of PCBs from fat-containing samples.

AnalyticalChemistry, Vol. 73, Nr. 16, 15., 4050-4053.

Muller,A / Bjorklund, E / von Holst, C (2001). On-line clean-up of pressurized liquid extracts for the determination of polychlorinated biphenyls in feedingstuffs and food matrices using gas chromatography-mass spectrometry, Journal of Chromatography A Vol.925, Nr. 1-2, 197-205.

2.2.2 - Metaller

Olje, mel og fiskeprotein-konsentrat prøvene ble analysert for kvikksølv, bly, kadmium og arsen ved bruk av en multielement metode for bestemmelseav tungmetaller. Metoden er akkreditert for næringsmidler og er basert på en NMKL (Nordisk metodikkomité for næringsmidler) metode (metode nr. 186). Prøvene ble dekomponert ved hjelp av konsentrert salpetersyre og temperatur og trykk i et ultrawave system. Prøveløsningen ble deretter fortynnet med vann og analysert med et induktivt koplet plasma massespektrometer (ICP-MS). Kvikksølv, bly, kadmium og arsen ble bestemt kvantitativt ved å benytte ekstern kalibreringskurve for hvert enkelt element. En intern standardløsning bestående av rhodium, germanium og thulium ble benyttet som intern standard for å korrigere for eventuell drift i instrumentet og gull ble brukt som stabilisator for kvikksølvbestemmelsen.

2.2.3 - Forbudte fôrmidler - Prosessert animalsk protein (PAP) fra drøvtyggere eller PAP omsatt som hydrolysert protein

I regelverket brukes betegnelsen prosessert animalsk protein, oversatt fra den engelske beskrivelsen «Processed Animal Protein (PAP)». TSE-forordningen er sentral her og formålet med denne er å forebygge, ha kontroll med og utrydde spongiforme encefalopatier (en fellesbetegnelse på hjernesykdommer som er karakterisert ved et svanmpeaktig utseende under mikroskop). 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 tillatebruk av PAP fra ikke-drøvtyggere, som svin og fjørfe, som fôrmiddel til fiskefôr, men ikke PAP fra drøvtyggere (storfe, sau og geit). Lysmikroskopi og PCR («polymerase chain reaction») er de to metodene som blir brukt for å detektere ingredienser fra landdyr PAP i fôr og fôrmidler; i dette prosjektet ble det brukt lysmikroskopi. Lysmikroskopi metoden brukes for å bestemme tilstedeværelsen av PAP materialer ved å å påvise bestanddeler av animalsk opprinnelse i prøven. Lysmikroskopimetoden kan også brukes for å skille mellom hydrolysert protein og PAP. Påvises det bestanddeler av animalsk opprinnelse er produktet PAP og ikke hydrolysert protein .Analysemetoden er beskrevet i forordning EU 152/2009, og ble utførtav underleverandøren Synlab.

3 - Resultater

3.1 - Dioksiner (PCDD/F) og PCB i fôrmidler avfisk

Dioksiner kan dannes i forbrenningsreaksjoner som ved- og oljefyring, avfallsforbrenning og ulike industrielle prosesser. Dioksiner inkluderer to grupper av klorerte hydrokarboner;polyklorertedibenzo-p-dioksin (PCDD) og polyklorerte dibenzofuraner (PCDF). Siden disse har lignende kjemisk struktur blir disse gruppene vanligvis gruppert. Det finnes 210 ulike kjemiske forbindelser, men bare 17 av disse måles i overvåkningsprogrammet siden disse er særlig giftige og det er bare disse som har en TEF verdi (beskrevet ovenfor).

Polyklorerte bifenyler (PCB) ble tidligere kommersielt produsert og brukt i en rekke produkter som transformatorer, isoleringsmasse og maling. Det har vært forbudt å omsette og selge PCB i Norge siden 1980, men det er veldig persistente stoffer som fortsatt forekommer i naturen. PCB er en gruppe stoffer med 209 ulike kjemiske former kalt kongenere. PCB blir delt inn i to grupper; dioksinlignende-PCB (dl-PCB) som har samme effekt og molekylære virkningsmekanismene som dioksiner (denne gruppen inkluderer 12 forbindelser), og ikke-dioksinlignende PCB (i denne inngår PCB_6) som også kan være toksiske, men som har en annen virkningsmekanisme. Dioksinlignende-PCB (dl-PCB) inkluderer fire non-orto PCB kongenere og åtte mono-orto PCB kongenere. For ikke-dioksinlignende PCB er det summen av seks kongenere som er inkludert i regelverket (*PCB_6:*PCB-28,PCB-52, PCB-101, PCB-138, PCB-153 og PCB-180) for både fôr og mat. Det er etablert øvre grenseverdier for dioksiner (PCDD/F), for summen av dioksiner ogdl-PCB samt for *PCB_6 i fôrmidler og fullfôr, disse er oppgitt i tabellene med resultatene.*

Polybromerte difenyletere (PBDE) er en gruppe av bromerte flammehemmere som brukes i en rekke produkter, som elektriske artikler, tekstiler og bygningsmaterialer. Tre kommersielle PBDE-blandinger har vært produsert med ulik grad av bromering av de aromatiske ringene; dekabromdifenyleter, oktabromdifenyleter og pentabromdifenyleter.Teoretisk finnes det 209 forskjellige PBDE-forbindelser også kalt kongenere. I EU/EØS er det restriksjoner, eller forbud mot å bruke noen typer bromerte flammehemmere, men siden forbindelsene er persistente, finnes de likevel i miljøet og i mat. I 2018 ble det analysert for sum $PBDE_7$ i ni fiskeoljer, fem fiskemel og fem fiskeprotein-konsentrat prøver (tabell 4). Det er ikke satt grenseverdier for bromerte flammehemmere i fullfôr eller fôrmidler nasjonalt eller i EU.

Det ble analysert fem prøver av fiskemel, ni prøver av fiskeolje, og fem prøver av fiskeprotein-konsentrat for dioksiner og dl-PCB (tabell 2), PCB_6 (tabell 3) og $PBDE_7$ (tabell 3) i 2018.

Tabell 2. Gjennomsnittskonsentrasjonerog konsentrasjonsområde (min-maks verdier) av sum dioksiner (sum PCDD og PCDF), sum dl-PCB og sum totale toksikologiskeekvivalenter (sum TE) i fiskemel, fiskeolje og fiskeprotein-konsentrat i 2018. Summeringen er «upper bound», og gitt i

ng TE/kg[1)]. Øvre grenseverdier er gitt under de analyserte verdiene (ng TEQ/kg).

Table 2. Mean concentration and the range (min-max concentration) of sum dioxins (PCDD and PCDF), sum dl-PCB and sum dioxins and dl-PCB (sum TEQ) in fishmeal, fish oil and fish protein concentrate in 2018. Sum is «upperbound» and reported in ng TEQ/kg. The legal limit are given in the rows below the results (ng TEQ/kg).

Prøve	SumPCDD/PCDF(ngTEQ/kg[a])	Sumdl-PCB[b](ngTEQ/kg)	SumTEQ[c](ngTE/kg)
Fiskemel			
Snitt 2018 (n=5)	0,24	0,2	**0,44**
Min– Maks	0,21-0,26	0,04-0,28	0,29-0,5
Grenseverdi fiskemel, biprodukt[d]	1,25		4,0
Fiskeolje			
Snitt 2018 (n=9)	1,58	1,99	**3,57**

Min– Maks	1,17-2,75	1,71-2,88	2,91-5,63
Grenseverdi fiskeolje [d]	5,0		20,0
Fiskeprotein-konsentrat			
Snitt 2018 (n=5)	0,24	0,07	**0,33**
Min– Maks	0,19-0,3	0,01-0,12	0,20-0,42
Grenseverdi fiskeprotein, biprodukt[d]	1,25		4,0

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

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

[c)]Summen av dioksiner og dl-PCB oppgis som sum totale toksikologiskeekvivalenter (sum TE) med toksisitetsekvivalensfaktor fra 2005.

[d)]Fôrskrift om fôrvarer (EC 2002/32).

For PCDD/PCDF varierte innholdet i fiskemel analysert i 2018 fra 0,21 til 0,26 ng TEQ/kg, med et snitt på 0,24 ng TEQ/kg (Tabell 2). Grenseverdien for PCDD/Fi fiskemel er på 1,25 ng TEQ/kg, og det var ingen av fiskemelprøvene som var over grenseverdien. For summen av PCDD/F og dl-PCB(sum TEQ) inneholdt fiskemel et snitt på 0,44 ng TEQ/kg, med nivåer fra 0,29 til 0,5 ng TEQ/kg. Nivået av sum dioksin og dl-PCB i de ni fiskemel prøvene analysert i Mattilsynets overvåkningsprogram for fôr og fôrmidler i 2018 var noe høyere med en snitt på 0,81 ngTEQ/kg og variasjon fra 0,36 til 1,19 ng TEQ/kg (https://www.mattilsynet.no/dyr_og_dyrehold/for/overvaakingsprogram_for_fiskefor_2018.35511). Prøvene i fôrprogrammet er hovedsakelig importert, mens i dette prosjektet er det produsert i Norge, så de er ikke direkte sammenlignbare.

Fiskeoljer analysert i 2018 inneholdt et snitt av PCDD/PCDF på 1,58 ng TEQ/kg med nivå fra 1,17 til 2,75 ng TEQ/kg (tabell 2). Dette er under grenseverdien på 5,0ng TEQ/kg, og resultatene var sammenlignbare med de rapportert i Mattilsynets overvåkningsprogram for fôr og fôrmidler i 2018 (det ble analysert 10 prøver med en snitt på 1,35 ng TEQ/kg og variasjon fra 0,41 til 2,31 ng TEQ/kg). For summen av PCDD/F og dl-PCB var snittet i fiskeoljene 3,57 ng TEQ/kg med nivå fra 2,91 til 5,63 ngTEQ/kg, som er under grenseverdien på 20,0 ng TEQ/kg. Til sammenligning var nivåene i fiskeolje mellom 1,05-7,35 ng TEQ/kg og snitt på 3,7 ng sum TEQ/kg i Mattilsynets overvåkningsprogram for fôr og fôrmidler i 2018.

Fiskeproteinkonsentrater hadde et snittinnhold av dioksiner på 0,24 ng TEQ/kg med variasjon fra 0,19 til 0,3 ng TEQ/kg (tabell 2). Grenseverdien for dioksiner i fiskeproteinkonsentrat er 1,25 ng TEQ/kg i prøver med mindre en 20% fett, og ingen av fiskeproteinkonsentratene var over grenseverdien. Snittet for summen av dioksiner og dl-PCB (sum TEQ) i fiskeprotein-konsentrat var 0,33 ng TEQ/kg, med nivåer fra 0,20 til 0,42 ng TEQ/kg. Ingen av fiskeprotein-konsentratene undersøkt i 2018 inneholdt sum PCDD/F og dl-PCB over grenseverdien på 4 ng TEQ/kg.

For de fem fiskemelene som ble analysert i 2018 var snittet for sum PCB_6 på 2,8 µg/kg, med et konsentrasjonsområde fra 0,5 til 2,9 µg/kg(tabell 3). Ingen av fiskemelene oversteg grenseverdien på 30 µg/kg,og nivåene var noe lavere enn de funnet i fiskemel i Mattilsynets overvåkningsprogram for fôr og fôrmidler i 2018, der snittet forsum PCB_6 var på 4,7 µg/kg, med et konsentrasjonsområde fra 0,6 til 8,7µg/kg. For fiskeolje varierte resultatene for sum PCB_6 fra 21,0 til 41,6µg/kg, med et snitt på 26,4 µg/kg (tabell 3). Dette er under grenseverdien for fiskeolje som er 175 µg/kg. Nivået er også sammenlignbart med snittet for sum PCB_6 i fiskeolje funnet i Mattilsynets overvåkningsprogram for fôr og fôrmidler i 2018, som var 26,7 µg/kg, men som hadde større variasjon i de ti prøvene analysert for 2018 (fra 2,5 til 74,0µg/kg). For fiskeprotein-konsentrat var snittet i de fem prøvene 0,72 µg/kg, med nivå fra 0,1 til 1,1 µg/kg. Ingen av prøvene var over grenseverdien for PCB_6 i fiskeprotein-konsentrat som er 30 µg/kg (hvis det inneholder mindre enn 20% fett, ellers så er grenseverdien 50 µg/kg), men én prøve hadde noe høyere nivå av PCB_6, dioksiner, dl-PCBog

$PBDE_7$ enn de andre. Når det gjelder de ulike kongenerne i fiskeolje, fiskemel og fiskeprotein-konsentrat var det PCB-153 og PCB-138 som bidro mest til sum PCB_6.

Tabell 3. Gjennomsnittskonsentrasjoner og konsentrasjonsområde (min-maksverdier) av kongenerne PCB-28, PCB-52, PCB-101, PCB-138, PCB-153 ogPCB-180 og sum PCB_6 (µg/kg) i fiskemel, fiskeolje og fiskeprotein-konsentrat i 2018. Sum PCB_6 er «upper bound». Øvre grenseverdi er gitt underde analyserte verdiene (µg/kg).

Table 3. Mean concentration and the range (min-max concentration) of PCB-28,PCB-52, PCB-101, PCB-138, PCB-153 and PCB-180 and sum PCB_6(µg/kg) in fish feed, fishmeal, fish oil and fish protein concentrate in 2018. Sum PCB_6 is determined as "upper bound". The maximum levels are given in the rows below the results).

Prøve	PCB-28(µg/kg)	PCB-52(µg/kg)	PCB-101(µg/kg)	PCB-138(µg/kg)	PCB-153(µg/kg)	PCB-180(µg/kg)	SumPCB_6(µg/kg)
Fiskemel							
Snitt 2018 (n=5)	0,12	0,29	0,46	0,6	0,84	0,23	**2,8**
Min–Maks	<0,1-012	<0,1-0,36	0,38-0,57	0,53-0,67	0,12-1,2	<0,1-0,29	0,50-2,9
Grenseverdi fiskemel[1]							30
Fiskeolje							
Snitt 2018 (n=9)	0,86	2,6	4,6	6,3	9,8	2,2	**26,37**
Min–Maks	<1-1,7	1,8-5,6	3,4-8,4	5,0-9,1	7,0-14,0	1,6-2,8	21,0-41,6
Grenseverdi fiskeolje[1]							175
Fiskeprotein-konsentrat							
Snitt 2018 (n=5)		0,06	0,11	0,16	0,27	0,06	**0,72**
Min–Maks	<0,02-<0,09	<0,02-0,1	<0,02-0,19	<0,02-0,24	0,03-0,44	<0,02-0,92	0,1-1,1
Grenseverdi fiskeprotein[1]							30

[1)]Gjeldendegrenser for PCB på fôrområdet i Norge og EU, i henhold tilfôrforskriften*2002/32/EC* og «amendment» (senere tilførelser).

Snittverdien for $PBDE_7$ i fiskemel var 0,25 µg/kg, med nivåer fra 0,08 µg/kg til 0,35µg/kg. Nivåene var noe lavere enn i fiskemel tatt ut fra fiskefôrfabrikk som hovedsakelig er importert (Mattilsynetsovervåkningsprogram for fôr og fôrmidler i 2018) der det ble funnet snitt for sum $PBDE_7$ på 0,52 µg/kg med et konsentrasjonsområde fra 0,06 µg/kg til 1,00 µg/kg. For fiskeoljer var snitt $PBDE_7$ på 2,8 µg/kg,og variasjon fra 2,3 µg/kg til 4,3 µg/kg, tilsvarende nivåene prøver tatt ut på fiskefôrfabrikk med snittverdi for fiskeoljene på 2,67 µg/kg og nivåer fra 0,34 µg/kg til 5,00 µg/kg.Snittverdien for $PBDE_7$ i fiskeprotein-konsentrat var 0,13 µg/kg, med nivå fra 0,04 µg/kg til 0,2 µg/kg. For fiskemel, fiskeolje og fiskeprotein-konsentrat er PBDE-47 den dominerende kongeneren.

Det er noe variasjon i nivåene av organiske miljgøgifter mellom prøvene som er analysert i dette overvåkningsprogrammet. Dette reflekterer trolig hvilke fiskearter som er benyttet og hvilket område fisken er fangstet i. Årstid kan også ha stor betydning for nivået av disse organiske miljøgiftene.

Tabell 4. Gjennomsnittskonsentrasjonerog konsentrasjonsområde (min-maks verdier) avkongenere PBDE-28, PBDE-47, PBDE-99, PBDE-100, PBDE-153, PBDE-154 ogPBDE-183 og sum $PBDE_7$(µg/kg) ifiskemel, fiskeolje og fiskeprotein-konsentrat i 2018. Sum $PBDE_7$ er «upper bound».

Table4. Mean concentration and the range (min-max concentration) of PBDE-28,PBDE-47, PBDE-99, PBDE-100, PBDE-153, PBDE-154 and PBDE-183 and sum $PBDE_7$ (µg/kg) in fishmeal, fish oil and fish protein

concentrate in 2018. Sum $PBDE_7$ is determined as "upper bound".

Prøve	PBDE-28(µg/kg)	PBDE-47(µg/kg)	PBDE - 99(µg/kg)	PBDE-100(µg/kg)	PBDE - 153(µg/kg)	PBDE-154(µg/kg)	PBDE-183(µg/kg)	Sum$PBDE_7$(µg/kg)
Fiskemel Snitt 2018 (n=5)	0,01	0,13	0,02	0,03		0,02		**0,25**
Min-Maks	<0,008-0,012	0,021-0,19	<0,01-0,031	<0.008-0,05	<0,008-0,01	<0,008-0,029	<0,008-<0,03	0,08-0,35
Fiskeolje Snitt 2018 (n=10)	0,09	1,7	0,26	0,36	0,05	0,22		**2,8**
Min-Maks	0,07-0,15	1,4-2,9	0,12-0,4	0,26-0,52	<0,04-0,053	0,17-0,29	<0,16-<0,2	2,3-4,3
Fiskeprotein-konsentrat Snitt 2018 (n=5)		0,05		0,01				**0,13**
Min-Maks	<0,004-<0,09	<0,004-0,07	<0,007-0,013	<0,004-0,017	<0,007-0,01	<0,004-<0,009	<0,01-<0,06	0,04-0,2

3.2 - Metaller i fôrmidler av fisk

Metallene arsen, kvikksølv, kadmium, bly og arsen ble analysert i fem fiskemel og fem fiskeproteinkonsentrat prøver (tabell 5).

3.2.1 - Arsen

Gjennomsnitts innholdet av arsen i fiskemel undersøkt i 2018 var på 3,1 mg/kg og varierte fra 2,3 til 4,9 mg/kg. Dette var noe lavere enn det som ble målt i fiskemel tatt ut på fôrfabrikk i Mattilsynets overvåkningsprogramfor fôr og fôrmidler i 2018, der snittinnhold av arsen var på 7,3 mg/kg, og med en variasjon fra 2,6 til 12 mg/kg i de ni prøveranalysert. Dette kan være artsrelatert siden fiskemel i fôrprogrammet er hovedsakelig importert. I fiskeprotein-konsentrat var snitt innholdet av arsen 1,2 mg/kg, og variasjon fra 0,8 til 1,6mg/kg. Ingen av fiskemelene eller fiskeproteinkonsentratene overskred grenseverdien for arsen i fôrmidler av fisk på 25 mg/kg.

Tabell 5.Gjennomsnittskonsentrasjoner og konsentrasjonsområde (min-maksverdier) av arsen (As), kadmium (Cd), kvikksølv (Hg), og bly (Pb) i fiskemel, fiskeolje og fiskeprotein-konsentrat (mg/kg). Siste rad viser gjeldende grenseverdier[1)].

Table 5.Mean concentration and the range (min-max concentration) of arsenic (As), cadmium (Cd), mercury (Hg) and lead (Pb) in fishmeal, fish oil, and fish protein concentrate (mg/kg). The maximum levels are presented in the bottom row.

Prøve	Arsen(As)(µg/kg)	Kadmium(Cd)(µg/kg)	Kvikksølv(Hg)(µg/kg)	Bly(Pb)(µg/kg)
Fiskemel	**3,1**	**0,17**	**0,07**	**0,07**
Snit t2018 (n=5)				
Min–Maks	2,3-4,9	0,02-0,48	0,05-0,11	<0,02-0,12
Fiskeprotein-konsentrat				
Snitt 2018 (n=5)	**1,2**	**0,02**	**0,04**	**0,02**
Min–Maks	0,8-1,6	0,01-0,03	0,02-0,05	<0,01-0,03
Grenseverdi	25	2,0	0,5	10

[1)]Gjeldende grenser på fôrområdet i Norge og EU, i henhold tilfôrforskriften*Jf forordning (EU) 2002/32/EC* ogsenereendringer.

3.2.2 - Kvikksølv

Innholdet av kvikksølv ifiskemelene undersøkt i 2018 var mellom 0,05 og 0,11 mg/kg med et gjennomsnitt på 0,07

mg/kg. Disse resultatene er sammenlignbare med nivåer i de ni fiskemelene analysert i prøver fra fiskefôrfabrikk i 2018 (Mattilsynets overvåkningsprogram for fôr og fôrmidler) som viste et snitt på 0,13 mg/kg, og variasjon fra 0,02 til 0,19 mg/kg. I fiskeproteinkonsentratene var snittet av kvikksølv på 0,04mg/kg, og konsentrasjonene varierte fra 0,02 til 0,05 mg/kg. Ingen avprøvene hadde nivåer av kvikksølv som oversteg den øvregrenseverdien i fôrmidler fra fisk som er 0,5 mg/kg.

3.2.3 - Kadmium

Kadmiumnivået i fiskemelenevar mellom 0,02 og 0,48 mg/kg, og med et snitt på 0,17 mg/kg. Til sammenligning var snittet for kadmium på 0,44 mg/kg, og med nivåerf ra 0,15 til 0,5 mg/kg.i de ni fiskemelsprøvene tatt ut påfiskefôrfabrikk (Mattilsynets overvåkningsprogram for fôr ogfôrmidler i 2018). I fiskeprotein-konsentratene var nivået mellom 0,01 til 0,03 mg/kg, og snittet var 0,02 mg/kg. Alle prøvene var under grenseverdien for kadmium i fôrmidler fra dyr på 2 mg/kg.

3.2.4 - Bly

Konsentrasjonene av bly var lave i fiskemel og fiskeprotein konsentrat, med snitt på henholdsvis 0,07 og 0,02 mg/kg (tabell 5). Dette stemmer også overens med Mattilsynets tidligere overvåkning av fôr og fôrmidler. I fiskemel varierte bly fra under LOQ til 0,12 mg/kg, de samme nivåene som ble funnet i fiskemel i Mattilsynets overvåkningsprogram for fôr ogfôrmidler i 2018. Blynivået i fiskeprotein-konsentrat varierte fra <0,01 til 0,03 mg/kg. Alle prøvene var under grenseverdien for bly på 10 mg/kg i fôrmidler.

3.3 - Forbudte fôrmidler: PAP fra drøvtyggere eller PAP omsatt som hydrolysert protein

Fiskemel, fjørmel, mel av kjøtt, bein og innmat fra drøvtyggere, svin og fjørfe samt insektmel er alle eksempler på prosesserte animalske proteiner (PAP), forutsatt at de er bearbeidet i samsvar med kravene i animaliebiproduktregelverket. I Europa inkludert Norge har det i flere år vært gjennomført tiltak for å hindre spredning avoverførbare spongiforme encefalopatier (TSE), inkludert BSE som er den formen som rammer storfe. Smittestoffet er antatt å være prioner. Sykdommen kan overføres fra dyr til dyr og fra dyr tilmennesker. Ett av tiltakene for å hindre spredning av TSE er forbudmot fôring med PAP med unntak av fiskemel. Det ble gjennomført lettelser i TSE-regelverket slik at bruk av PAP fra ikke-drøvtyggere, som svin og fjørfe, i fiskefôr ble tillatt fra 2013, mens PAP fra drøvtyggere (storfe, sau og geit) med unntak av PAP fra melk fortsatt er forbudt (ulovlig PAP).

3.3.1 - Hydrolysert protein

For å kunne dokumentere at hydrolysert protein (HYDP) er tilstrekkelig hydrolysert må det påvises at det ikke finnes animalske bestanddeler i sluttproduktet, herunder påviselige rester av fiskeben. I 2018 ble fem prøver av fiskeprotein konsentrat undersøkt for animalske bestanddeler. Det ble ikke funnet animalske bestanddeler av verken fisk eller drøvtyggere ved bruk av lysmikroskopimetoden. Dette betyr at fiskeproteinet var tilstrekkelig hydrolysert til å kunne omsettessom HYDP og ikke PAP (fiskemel).

4 - Konklusjon

Overvåkingsprogrammet for fremmedstoffer i fôrmidler av fisk som denne rapporten omhandler, har som hovedmål å supplere «Program for overvåking av fiskefôr» med data på uønskede stoffer i fôrmidler av fisk som er produsert i norske virksomheter. I 2018 ble 19 prøver analysert: 9 prøver avfiskeolje, 5 prøver av fiskemel og 5 prøver av fiskeproteinkonsentrat.

Resultatene i denne rapporten viser at det var lave konsentrasjonen av PCDD/F, DL-PCB, $PCB_{6,}$og $PBDE_7$ i prøvene av fiskemel, fiskeolje og fiskeproteinkonsentrat undersøkt i 2018. Ingen av fiskemelene, fiskeoljene eller fiskeprotein konsentratene hadde nivå av PCDD/F, sum PCDD/F og dl-PCB eller PCB_6 overgrenseverdien.

Resultatene for 2018 viste lave nivåer av metaller i fiskemel og fiskeprotein konsentrat med ingen overskridelser for metallene arsen, kvikksølv, kadmium eller bly.

Det ble ikke påvist animalske bestanddeler verken fra fisk eller fra drøvtyggere i de fem prøvene av fiskeprotein-konsentrat undersøkt i 2018. Dette betyr at produktet kan omsettes som hydrolysert protein.

Generelt var nivåene av uønskede stoffer i de fôrmidler av fisk som ble analysert i dette overvåkningsprogrammet i 2018 sammenlignbare med resultatene fra prøvene som ble tatt ut på fôrfabrikk og som mest sannsynlig ikke er norskproduserte (Mattilsynets overvåkningsprogramfor fiskefôr i 2018). For noen av de organiske miljøgiftene og metallene er nivåene lavere enn i prøver tatt ut på fiskefôrfabrikk, dette kan være på grunn av fiskeartene, fangstområdet og prosesseringsmetoder benyttet.



HAVFORSKNINGSINSTITUTTET

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