PROGRAM FOR FREMMEDSTOFFER I FÔRMIDLER AV FISK

Rapport for innsamlede prøver 2019

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

RAPPORT FRA HAVFORSKNINGEN NR. 2020-40

Tittel (norsk og engelsk):

Program for fremmedstoffer i fôrmidler av fisk

Monitoring program for undesirable substances in feed material of fish origin

Undertittel (norsk og engelsk):

Rapport for innsamlede prøver 2019

Report for samples collected in 2019

Rapportserie:	År - Nr.:	Dato:	Distribusjon:
Rapport fra Havforskningen	2020-40	22.10.2020	Åpen
ISSN:1893-4536			

Antall sider: 14

Forfatter(e):

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

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

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 2019 ble 16 prøver analysert: 8 prøver av fiskeolje, 3 prøver av fiskemel og 5 prøver av fiskeproteinkonsentrat. Fremmedstoffene som ble inkludert i 2019 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 fiskeproteinkonsentrat, samt om hydrolysert protein (HYDP) i fiskeproteinkonsentrat var tilstrekkelig hydrolysert. Resultatene viste at innholdet av alle organiske miljøgifter analysert (PCDD/F, dl-PCB, PCB_6, og $PBDE_7$) i fiskemel, fiskeolje og fiskeproteinkonsentrat var lave sammenlignet med øvre grenseverdiene. Ingen av prøvene av fiskemel, fiskeolje eller fiskeproteinkonsentrat hadde nivå av dioksiner, sum dioksiner og dl-PCB, eller PCB6 over grenseverdien. Resultatene for 2019 viste lave nivåer av metaller og ingen overskridelser av grenseverdiene for arsen, kvikksølv, kadmium eller bly i fiskemel eller fiskeproteinkonsentrat. Det ble ikke påvist ulovlig PAP i prøvene av fiskeproteinkonsentrat undersøkt i 2019, og det ble ikke funnet animalske bestanddeler (fiskeben) i disse prøvene, noe som tyder på tilstrekkelig hydrolysering.

Sammendrag (engelsk):

This surveillance project on undesirable substances in feed materials 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 from fish in Norway. In 2019 16 samples were analysed: eight samples of fish oil, three samples of fishmeal and five samples of fish protein concentrate. The undesirable substances analysed in 2019 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 2019 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 2019. The fish protein concentrates complied with the regulation relating to hydrolysed protein in that no detectable animal proteins of fish origin were present.

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 av fisk 8

3.2 Metaller i fôrmidler av fisk 11

3.2.1 *Arsen* 11

3.2.2 *Kvikksølv* 11

3.2.3 *Kadmium* 11

3.2.4 *Bly* 11

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. Hydrolysert protein 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 16 prøver analysert i dette programmet; 8 fiskeoljer, 3 fiskemel og 5 fiskeproteinkonsentrat. Det er viktig å overholde øvre grenseverdier for uønskede stoffer i fôr av hensyn til dyrets velferd. I et mattrygghetsperspektiv er det viktig å ha kontroll på innholdet av uønskede stoffer i fôret til matproduserende dyr for så sikre lavt innhold av uønskede stoffer i maten som dyra 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 fra norske produksjonsvirksomheter. I motsetning, analyseres det i Mattilsynets årlige overvåkningsprogram for fiskefôr prøver tatt fra fiskefôrfabrikk som handler fôrmidler på det globale markedet. Analysene av fremmedstoffer inkluderte organiske miljøgiftene dioksiner, PCB (både dioksin-lignende PCB (dl-PCB) og PCB_6) og polybromerte difenyletere ($PBDE_7$). Prøvene ble også analysert for metallene kvikksølv, bly, kadmium og arsen, og prøvene av fiskeproteinkonsentrat ble analysert for prosesserte animalske protein (PAP).

2 - Materiale og metode

2.1 - Prøveinnsamling og opparbeiding

Prøveinnsamling ble gjort av inspektører fra 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 egnede 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 og fiskeprotein-konsentrat prøvene ble analysert for dioksiner (PCDD/F), dioksinlignende PCB (dl-PCB), PCB $_6$ og 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.

Tabell 1. Analysemetoder, akkrediterings status og bestemmelsesgrense (LOQ) for prøvene av fiskemel, fiskeolje, og fiskeprotein-konsentrater analysert.

Table 1. Analytical methods used, accreditation status of the methods and limits of quantification (LOQ) for the fishmeals, fish oils, and fish protein concentrates analysed.

Analytt	Metode	Status Akkreditering	LOQ
PCDD og PCDF	HRGC/HRMS	Ja	0.008-2.0 ng/kg [a)]
non-orto PCB	HRGC/HRMS	Ja	0.03-0.8 ng/kg [a)]
PCB*	GC-MSMS	Ja	1-400 ng/kg- [a)]
PBDE	GC-MSMS	Ja	0.001-0.2 µg/kg [a)]

a) Avhengig av analytt og matriks. Depending on analyte and matrix.

*Mono-orto PCB og PCB_6

Ved bestemmelse av PCDD/F og dl-PCB ble det kvantifisert syv kongenere av PCDD, ti kongenere av PCDF, fire kongenere av non-orto PCB (PCB-77, -81, -126 og -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 forhold til den mest giftige (TCDD) som har en faktor på 1. Toksiske ekvivalentkvotienter ble bestemt ved å multiplisere konsentrasjonene med 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. LOQ er den konsentrasjonen av et stoff man kan kvantifisere med en gitt måleusikkerhet. Metodens LOQ avhenger blant annet av prøvetype. Resultater under LOQ oppgis i denne rapporten som «<LOQ». I beregninger av gjennomsnitt eller summer blir konsentrasjoner som er under LOQ satt lik LOQ. Det reelle tallet, som ikke er kvantifiserbart, vil i virkelighet ikke alltid være på LOQ. På denne måten gir «upper bound LOQ» prinsippet oss

«worst case» verdier og ikke alltid reelle verdier. 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.

Prøvehomogenatet tilsettes internstandard 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 (Go-HT, DSP). Dioxin og furan (tetra-octa klorerte dibenso-para-dioksiner (PCDD), tetra-octaklorerte dibenso-para-furaner (PCDF)), non-orto PCB bestemmes kvantitativt ved bruk av isotop-fortynning (isotope dilution) på høyoppløselig HRGC/HRMS. Mono-orto PCB, PCB_6 og $PBDE_7$ bestemmes kvantitativt ved bruk av isotop-fortynning på GC-MSMS. Metoden(e) er videreutviklet og tilpasset relevante prøvetyper, og er basert på følgende metoder:

i) 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. ii)Metode 1668 rev. A:”Chlorinated Biphenyl Congeners in Water, Soil, Sediment and Tissue by HRGC/HRMS.”: EPA no. 821-R-00-002 December 1999. iii) SANCO/1562/01-rev 1”Methods of analysis in feed and food”. Working document-. Erstattet av Com.reg 252/2012 (food) og Com.reg 278/2012 (feed), iv) Bjorklund, E / Muller, A / von Holst, C. (2001). Comparison of fat retainers in accelerated solvent extraction for the selective extraction of PCBs from fat-containing samples.

Analytical Chemistry, Vol. 73, Nr. 16, 15., 4050-4053 og v)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 ved bruk av induktivt koplet plasma massespektrometer (ICP-MS). . Metoden er akkreditert for næringsmidler og er basert på følgende metoder;; i) Tungmetaller. Bestemmelse med ICP-MS I næringsmidler etter våtoppslutning under trykk. NMKL, metode nr.186, 2007. og ii) Julshamn K, Måge A, Norli H.S.,Grobecker K.H., Jorhem L, and Fecher P. Determination of arsenic, cadmium, mercury and lead by ICP-MS in foods after pressure digestion. NMKL Interlaboratory study: Journal of AOAC International Vol.90, No.3, 2007. Prøvene ble dekomponert ved hjelp av konsentrert salpetersyre, temperatur og trykk i et ultrawave system før prøveløsningen ble fortynnet med vann og analysert med ICP-MS. Kvikksølv, bly, kadmium og arsen ble bestemt kvantitativt ved å benytte ekstern kalibreringskurve for hvert enkelt element. En intern standard løsning 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. Metoden er akkreditert for kvikksølv, kadmium, bly og arsen, og LOQ er 0.005 mg/kg dw for kvikksølv og kadmium, 0.03 mg/kg dw for bly og 0.01 mg/kg dw for arsen.

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 setter strenge begrensinger i bruk av PAP til fôr. Formålet er å forebygge, ha kontroll med og utrydde spongiforme encefalopatier (en fellesbetegnelse på hjernesykdommer som er karakterisert ved et svampeaktig 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 tillate bruk av PAP fra ikke-drøvtyggere, som svin og fjørfe, som fôrmiddel til fiskefôr og i 2017 ble det tillatt å benytte mel fra oppdrettsinsekter i fôr til akvakulturdyr. Men PAP fra drøvtyggere (storfe, sau og geit) er det derimot ikke lov å bruke Lysmikroskopi og PCR («polymerase chain reaction») er de to metodene som blir brukt for å 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 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 gjennom lysmikroskopi er produktet PAP og ikke hydrolysert protein. Analysemetoden er beskrevet i forordning EU 152/2009, og ble utført av underleverandøren Synlab.

3 - Resultater

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

Dioksiner kan dannes i forbrenningsreaksjoner som ved- og oljefyring, avfallsforbrenning og ulike industrielle prosesser. Dioksiner inkluderer to grupper av klorerte hydrokarboner; polyklorerte dibenzo-p-dioksin (PCDD) og polyklorerte dibenzofuraner (PCDF). Det finnes 210 ulike kjemiske forbindelser (også kalt kongenere), men bare 17 av disse måles i overvåkningsprogrammet siden disse er særlig giftige og det er bare disse som har en TEF (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 og dl-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. 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. Det er ikke satt grenseverdier for bromerte flammehemmere i fullfôr eller fôrmidler nasjonalt eller i EU.

I 2019 ble det analysert åtte prøver av fiskeolje, tre prøver av fiskemel og fem prøver av fiskeproteinkonsentrat for dioksiner og dl-PCB (tabell 2), PCB $_6$ (tabell 3) og PBDE $_7$ (tabell 4).

Tabell 2. Gjennomsnittskonsentrasjoner og konsentrasjonsområde (min-maks verdier) av sum dioksiner (sum PCDD og PCDF), sum dl-PCB og sum totale toksikologiske ekvivalenter (sum TE) i fiskemel, fiskeolje og fiskeproteinkonsentrat i 2019. 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 2019. Sum is «upper bound» and reported in ng TEQ/kg. The legal limit are given in the rows below the results (ng TEQ/kg).

Prøve	Sum PCDD/PCDF (ng TEQ/kg[a])	Sum dl-PCB [b] (ng TEQ/kg)	Sum TEQ [c] (ng TE/kg)
Fiskemel			
Snitt 2019 (n=3)	0.29	0.012	0.49
Min – Maks	0.20-0.37	0.004-0.018	0.24-0.63
Grenseverdi fiskemel, biprodukt [d]	1.25		4.0
Fiskeolje			
Snitt 2019 (n=8)	1.13	0.12	2.77
Min – Maks	0.90-1.58	0.07-0.14	2.04-3.77
Grenseverdi fiskeolje [d]	5.0		20.0
Fiskeprotein-konsentrat			
Snitt 2019 (n=5)	0.32	0,011	0.41

Min – Maks	0.21-0.39	0.007-0.017	0.25-0.53
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 toksikologiske ekvivalenter (sum TE) med toksisitetsekvivalensfaktor fra 2005.

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

For PCDD/PCDF varierte innholdet i fiskemel fra 0,20 til 0,37 ng TEQ/kg, med et snitt på 0,29 ng TEQ/kg (Tabell 2). Grenseverdien for PCDD/F i fiskemel er på 1,25 ng TEQ/kg, og det var ingen av de undersøkte fiskemelprøvene som var over grenseverdien. For summen av PCDD/F og dl-PCB (sum TEQ) inneholdt fiskemel et snitt på 0,49 ng TEQ/kg, med nivåer fra 0,24 til 0,63 ng TEQ/kg. Konsentrasjonsnivået var sammenlignbart med nivåene i de fem fiskemelprøvene analysert i 2018 som hadde et snitt på 0,44 ng TEQ/kg og en variasjon fra 0,29-0,5 ng TEQ/kg

Fiskeoljer analysert i 2019 inneholdt et snitt av PCDD/PCDF på 1,13 ng TEQ/kg med nivå fra 0,90 til 1,58 ng TEQ/kg (tabell 2). Dette er under grenseverdien på 5,0 ng TEQ/kg, og resultatene var litt lavere enn resultatene som ble rapportert i overvåkningsprogrammet i 2018, der det ble analysert ni prøver med et snitt på 1,58 ng TEQ/kg og variasjon fra 1,17 til 2,75 ng TEQ/kg. For summen av PCDD/F og dl-PCB var snittet i fiskeoljene 2,77 ng TEQ/kg med nivå fra 2,04 til 3,77 ng TEQ/kg, som er langt under grenseverdien på 20,0 ng TEQ/kg. Til sammenligning var nivåene i fiskeolje mellom fra 2,91 og 5,63 ng TEQ/kg og snitt på 3,57 ng sum TEQ/kg i overvåkningsprogrammet for 2018.

Fiskeproteinkonsentrater hadde et snittinnhold av dioksiner på 0,32 ng TEQ/kg med variasjon fra 0,21 til 0,39 ng TEQ/kg (tabell 2). Grenseverdien for dioksiner i fiskeproteinkonsentrat med mindre enn 20% fett er 1,25 ng TEQ/kg, og ingen av fiskeproteinkonsentratene var over grenseverdien. Snittet for summen av dioksiner og dl-PCB (sum TEQ) i fiskeproteinkonsentrat var 0,41 ng TEQ/kg, med nivåer fra 0,25 til 0,53 ng TEQ/kg. Ingen av fiskeproteinkonsentratene undersøkt i 2019 inneholdt sum PCDD/F og dl-PCB over grenseverdien på 4,0 ng TEQ/kg.

For de tre fiskemelene som ble analysert i 2019 var snittet for sum PCB_6 på 2,3 µg/kg, med et konsentrasjonsområde fra 0,41 til 3.41 µg/kg (tabell 3). Ingen av fiskemelene oversteg grenseverdien på 30 µg/kg, og nivåene var sammenlignbare med resultatene for fiskemel undersøkt i overvåkningsprogram for 2018, der snittet for sum PCB_6 var på 2,8 µg/kg, med et konsentrasjonsområde fra 0,5 til 2,9 µg/kg. For fiskeolje varierte resultatene for sum PCB_6 fra 12,6 til 23,5 µg/kg, med et snitt på 18,9 µg/kg (tabell 3). Dette er under grenseverdien for fiskeolje som er 175 µg/kg. Nivået er også sammenlignbar med snittet for sum PCB_6 i fiskeolje funnet i overvåkningsprogramet for fiskeolje i 2018, som var 26,4 µg/kg. Fiskeoljene analysert i 2018 hadde derimot større variasjon i konsentrasjoner av sum PCB_6 for de ni prøvene analysert, med variasjon fra 21,0 til 41,6 µg/kg. For fiskeproteinkonsentrat var snittet i de fem prøvene 1,13 µg/kg, med nivå fra 0,49 til 2,0 µg/kg. Ingen av prøvene var over grenseverdien for PCB_6 i fiskeproteinkonsentrat som er 30 µg/kg (når produktet inneholder mindre enn 20% fett, ellers er grenseverdien 50 µg/kg). Når det gjelder de ulike kongenerne i de undersøkte prøvene var det PCB-153 og PCB-138 som bidro mest til sum PCB_6.

Tabell 3. Gjennomsnittskonsentrasjoner og konsentrasjonsområde (min-maks verdier) av kongenerne PCB-28, PCB-52, PCB-101, PCB-138, PCB-153 og PCB-180 og sum PCB_6 (µg/kg) i fiskemel, fiskeolje og fiskeprotein-konsentrat i 2019. Sum PCB_6 er «upper bound». Øvre grenseverdi er gitt under de 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 2019. 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)	Sum PCB_6 (µg/kg)
Fiskemel							

Snitt 2019 (n=3)	0.08	0.19	0.34	0.48	0.77	0.26	2.3
Min –Maks	<0.06-0.12	<0.06-0.26	0.06-0.56	0.07-0.81	0.11-1.3	<0.04-031	0.4-3.4
Grenseverdi fiskemel[1]							30
Fiskeolje							
Snitt 2019 (n=8)	0.79	1.8	3.2	4.3	7.3	1.7	18.9
Min –Maks	0.62-1.0	1.0-2.9	1.9-4.0	3.0-5.1	4.7-10.0	1.2-2.3	12.6-23.5
Grenseverdi fiskeolje[1]							175
Fiskeprotein-konsentrat							
Snitt 2019 (n=5)	<LOQ	0.13	0.24	0.26	0.48	0.14	1.13
Min –Maks	<0.08-<0.11	<0.08-0.14	<0.08-0.31	<0.08-0.44	<0.08-0.81	<0.08-0.18	0.49-2.0
Grenseverdi fiskeprotein[1]							30

1) Gjeldende grenser for PCB på fôrområdet i Norge og EU, i henhold til fôrforskriften 2002/32/EC og «amendment» (senere tilførelser).

For de tre fiskemelene som ble analysert i 2019 var snittet for sum PBDE $_7$ i fiskemel på 0,23 µg/kg, med nivåer fra 0,12 µg/kg til 0,34 µg/kg (Tabell 4). Nivåene var sammenlignbare med de funnet i fiskemel i overvåkningsprogrammet for fiskefôr i 2018 (snitt på 0,25 µg/kg, og variasjon fra 0,08 µg/kg til 0,35 µg/kg). For fiskeoljer var snittet for sum PBDE $_7$ på 1,8 µg/kg, og variasjon fra 1,5 µg/kg til 2,0 µg/kg. Resultatene er sammenlignbare med nivåene av sum PBDE $_7$ i prøver av fiskeoljer analysert i 2018 (snitt på 2,67 µg/kg og nivåer fra 0,34 µg/kg til 5,00 µg/kg). Snittverdien for PBDE $_7$ i fiskeproteinkonsentrat 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 miljøgifter 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 betydning for nivået av disse organiske miljøgiftene.

Tabell 4. Gjennomsnittskonsentrasjoner og konsentrasjonsområde (min-maks verdier) av kongenere PBDE-28, PBDE-47, PBDE-99, PBDE-100, PBDE-153, PBDE-154 og PBDE-183 og sum PBDE $_7$ (µg/kg) i fiskemel, fiskeolje og fiskeproteinkonsentrat i 2019. Sum PBDE $_7$ er «upper bound».

Table 4. 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 2019. 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 2019 (n=3)	0.009	0.15	0.02	0.04	<LOQ	0.03	<LOQ	0.23
Min-Maks	<0.004-0.01	<0.03- 0.18	<0.02- 0.03	<0.02- 0.05	<0.016-0.017	<0.02- 0.03	<0.016-<0.017	0.12-0,34
Fiskeolje Snitt 2019 (n=8)	0,07	1.0	0.14	0.26	<LOQ	0.14	<LOQ	1.8
Min-Maks	0.05-0.08	0.9- 1.2	0.1- 0.15	0.23- 0.26	<0.05- 0.06	0.12-0.18	<0.06--<0.08	1.5-2.0
Fiskeprotein- konsentrat Snitt 2019 (n=5)	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.56
Min-Maks	<0.007-<0.01	<0.06- 0.1	<0.01- 0.03	<0.008-<0.03	<0.01- 0.03	<0.008-0.02	<0.02-<0.07	0.21-1.6

3.2 - Metaller i fôrmidler av fisk

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

3.2.1 - Arsen

Gjennomsnittsinnholdet av arsen i de tre fiskemelene undersøkt i 2019 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 overvåkningsprogram for fiskefôr 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 prøver analysert. Dette kan være artsrelatert siden fiskemel i fiskefôrprogrammet er hovedsakelig importert. I de fem fiskeproteinkonsentratene var snittinnholdet av arsen 1,2 mg/kg, med variasjon fra 0,8 til 1,6 mg/kg. Ingen av fiskemelene eller fiskeproteinkonsentratene overskred grenseverdien for arsen i fôrmidler av fisk på 25 mg/kg.

Tabell 5. Gjennomsnittskonsentrasjoner og konsentrasjonsområde (min-maks verdier) av arsen (As), kadmium (Cd), kvikksølv (Hg), og bly (Pb) i fiskemel, fiskeolje og fiskeproteinkonsentrat (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	1.9	0.04	0.07	
Snitt 2019 (n=3)				
Min –Maks	1.4-2.1	<0.05-0.07	0.05-0.08	<0.02-0.03
Fiskeproteinkonsentrat				
Snitt 2019 (n=5)	2.3	0.05	0.05	
Min –Maks	0.3-3.9	<0.004-0.15	<0.003-0.13	<0.01-0.03
Grenseverdi[1]	25	2.0	0.5	10

1) Gjeldende grenser på fôrområdet i Norge og EU, i henhold til fôrforskriften Jf forordning (EU) 2002/32/EC og senere endringer.

3.2.2 - Kvikksølv

Innholdet av kvikksølv i fiskemelene undersøkt i 2019 var mellom 0,05 og 0,08 mg/kg med et gjennomsnitt på 0,07 mg/kg. Disse resultatene er sammenlignbare med nivåer i de fem fiskemel som ble analyser i 2018 som også viste et snitt på 0,07 mg/kg, og variasjonen var fra 0,05 til 0,11 mg/kg. I fiskeproteinkonsentratene var snittet av kvikksølv på 0,05 mg/kg, og konsentrasjonene varierte fra <0,003 til 0,13 mg/kg. Ingen av prøvene hadde nivåer av kvikksølv som oversteg den øvre grenseverdien i fôrmidler fra fisk som er 0,5 mg/kg.

3.2.3 - Kadmium

Kadmiumnivået i fiskemelene var mellom <0,05 og 0,07 mg/kg, og med et snitt på 0,04 mg/kg. Til sammenligning var snittet for kadmium på 0,44 mg/kg, og med nivåer fra 0,15 til 0,5 mg/kg i de ni fiskemelsprøvene tatt ut på fiskefôrfabrikk (Mattilsynets overvåkningsprogram for fôr og fôrmidler i 2018). I fiskeproteinkonsentratene var kadmium nivået mellom <0,004 til 0,15 mg/kg, og snittet var 0,05 mg/kg. Alle prøvene var under grenseverdien for kadmium i fôrmidler av animalsk opprinnelse på 2 mg/kg.

3.2.4 - Bly

Konsentrasjonene av bly var veldig lave i fiskemel og fiskeprotein-konsentrat, med kun en prøve av hvert fôrmiddel som hadde nivå over kvantifiseringsgrensen (begge med en konsentrasjon på 0,03 mg/kg, tabell 5). I overvåkningsprogrammet for 2018 varierte blynivået i fiskemel fra under LOQ til 0,12 mg/kg, og gjennomsnitt på 0,07 mg/kg. Blynivået i fiskeproteinkonsentrat i 2018 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 og i Norge har det i flere år vært gjennomført tiltak for å hindre spredning av overførbare 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 til mennesker. Ett av tiltakene for å hindre spredning av TSE er forbud mot 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, ble tillatt i fiskefôr fra 2013. Videre ble insektsmel fra visse oppdrettede insekter tillatt å bruke i fiskefôr i 2017, 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 2019 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 i disse prøver til å kunne omsettes som 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 2019 ble 19 prøver analysert: 8 prøver av fiskeolje, 3 prover 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 2019. Ingen av fiskemelene, fiskeoljene eller fiskeprotein konsentratene hadde nivå av PCDD/F, sum PCDD/F og dl-PCB eller PCB $_{6}$ over grenseverdien.

Resultatene for 2019 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 2019. Dette betyr at produktet kan omsettes som hydrolysert protein.

Generelt var nivåene av uønskede stoffer i fôrmidler av fisk som ble analysert i dette overvåkningsprogrammet i 2019 sammenlignbare med resultatene fra overvåkingsprogrammet for fiskefôr 2019, der prøvene blir tatt ut på fôrfabrikk og som mest sannsynlig ikke er norskproduserte. For noen av de organiske miljøgiftene og metallene er nivåene lavere i prøver analysert i dette overvåkingsprogrammet sammenlignet med 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