



Årsrapport 2008

Fremmedstoffer i prosesserte sjømatprodukter

- en rapport om fremmedstoffer i og
mikrobiologisk status for sushi-produkter.

Bente M. Nilsen, Bjørn Tore Lunestad, Kjersti
Borlaug og Kåre Julshamn

8. desember 2009

N I F E S

NASJONALT INSTITUTT
FOR ERNÆRINGS- OG
SJØMATFORSKNING

Nasjonalt institutt for ernærings- og sjømatforskning

Adresse: Postboks 2029 Nordnes, 5817 Bergen, Norge

Telefon: +47 55 90 51 00 **Faks:** +47 55 90 52 99

E-post: postmottak@nifes.no

Forord

Denne rapporten beskriver undersøkelser utført på prosjektet ”Fremmedstoffer i prosesserte sjømatprodukter 2008”. Prosjektet ble gjennomført etter en bestilling fra Mattilsynet, seksjon for fisk og sjømat.

Kontaktperson ved Mattilsynet har vært Mette Lorentzen ved Hovedkontoret, Tilsynsavdelingen, seksjon for fisk og sjømat. Mattilsynets Regionkontor for Trøndelag, Møre og Romsdal ved Solveig Almås, har stått for innkjøp av prøver i Trondheim.

Faglig ansvarlig ved Nasjonalt institutt for ernærings- og sjømatforskning (NIFES) har vært dr. scient. Bente M. Nilsen (fremmedstoffer) og dr. scient. Bjørn Tore Lunestad (mikrobiologi). Teknisk ansvarlig for prosjektet ved NIFES har vært Kjersti Borlaug som også har stått for innkjøp av prøver i Bergen. Elin Kronstad har vært ansvarlig for prøveregistrering, prøvesplitting og prøveflyt til de forskjellige laboratoriene.

Kjersti Borlaug og Tone Galluzzi har utført de mikrobiologiske analysene, og Elise Midthun har undersøkt prøvene for parasitter. Jorun Haugsnes, Tonja Lill Eidsvik, Laila Sedal, Edel Erdal, Berit Solli og Siri Bargård har vært ansvarlig for metallbestemmelsene, inkludert analysene av tributyltinn og uorganisk arsen. Kari Breistein Sæle, Pablo Cortez, Kjersti Pisani og Elilta Hagos har vært ansvarlig for prøveopparbeidelse i forbindelse med analyser av organiske miljøgifter. Dagmar Nordgård, Lene H. Johannesen, Tadesse Negash, Jannicke A. Berntsen og Karstein Heggstad har vært ansvarlig for analyser knyttet til PCB₇, pesticider, dioksiner og dioksinlignende PCB. John Nielsen, Lina Beyer Vågenes og Rosini Nugyen har vært ansvarlig for analyser av PBDE, HBCD, TBBP-A og medisinrester. Bestemmelsene av PAH, nitrofuraner, malakittgrønt, leuco-malakittgrønt, krystallfiolett, leuco-krystallfiolett og briljantgrønt har vært utført av Eurofins Norsk Matanalyse, Oslo.

Vi takker alle som har deltatt i gjennomføringen av prosjektet.

NIFES, 8. desember 2009

Innhold

Sammendrag	5
Prøver	5
Mikrobiologi.....	5
Parasitter.....	6
Fremmedstoffer	6
Summary	8
Samples	8
Microbiology.....	8
Parasites.....	9
Chemical contaminants	9
Innledning	11
Materiale og metoder	14
Prøvetakingsplan og opparbeiding	14
Oversikt over analyseparametre	16
Analysemetoder for bestemmelse av mikroorganismer og parasitter	18
Kim og hydrogensulfidproduserende bakterier (NIFES metode nr. 111).....	18
Termotolerante koliforme bakterier/ <i>E. coli</i> (NIFES metode nr. 253).....	18
Enterokokker (NIFES metode nr. 116)	18
Listeria monocytogenes.....	18
Kvalitativ metode (NIFES metode nr. 259)	18
Kvantitativ metode	19
Salmonella (NIFES metode nr. 291)	19
Analyse av parasitter (NIFES metode nr. 299)	19
Analysemetoder for bestemmelse av fremmedstoffer og medisinrester	19
Bestemmelse av metaller med ICPMS (NIFES metode nr. 197).....	19
Bestemmelse av uorganisk arsen ved HPLC-ICPMS (NIFES metode nr. 261)	19
Bestemmelse av tributyltinn (TBT) med GC-ICPMS (NIFES metode nr. 286).....	20
Bestemmelse av polysykliske aromatiske hydrokarboner (PAH) med GC-MS	20
Bestemmelse av pesticider (NIFES metode nr. 263)	21
Bestemmelse av PCB ₇ og DDT med GC-MS (NIFES metode nr. 137)	21
Bestemmelse av dioksiner, furaner, non-orto PCB og mono-orto PCB ved HRGC-HRMS (NIFES metode nr. 228)	21
Bestemmelse av polybromerte flammehemmere PBDE og total-HBCD ved GC-MS (NIFES metode nr. 238)	22
Bestemmelse av polybromerte flammehemmere TBBP-A og α -, β - og γ -HBCD ved LC-MS-MS.	22
Bestemmelse av kloramfenikol ved LC-MS (NIFES metode nr. 143)	23
Bestemmelse av nitrofuraner.....	23
Bestemmelse av malakittgrønt, leuco-malakittgrønt, krystallfiolett, leuco-krystallfiolett og briljantgrønt.....	23
Resultater og diskusjon	24
Mikrobiologiske parametre	24
Parasitter	27

Kjemiske parametre	28
Uorganiske parametre	28
Kadmium	28
Kvikksølv	28
Bly	28
Arsen	29
Tributyltinn.....	30
Organiske miljøgifter	32
PAH (polyaromatiske hydrokarboner)	32
Pesticider	33
Dioksiner (PCCD/PCDF) og dioksinlignende PCB (non-orto PCB og mono-orto PCB)	34
PCB	35
Polybromerte flammehemmere (PBDE, HBCD og TBBP-A).....	36
Medisinrester	37
Konklusjoner	39
Referanser	40

Sammendrag

Prøver

I prosjektet er det innhentet til sammen 25 prøver av sushi-produkter. Til sammen 12 prøver ble innhentet av NIFES i Bergen, og 13 prøver ble innhentet av Mattilsynet i Trondheim. Prøvene ble kjøpt inn fra seks restauranter (to i Trondheim og fire i Bergen), fem detaljister (tre i Trondheim og to i Bergen) og én produsent i Bergen. Det ble valgt prøver med et variert innhold av ingredienser. To parallelle delprøver av hver sushi-prøve, totalt 50 prøver, ble analysert med hensyn på parasitter og for mikrobiologiske parametere. Én parallell av hver av de 25 sushi-prøvene ble analysert for fremmedstoffer, mens analyse for medisinerester ble foretatt på én parallell av annenhver prøve, tilfeldig utvalgt, totalt 13 prøver.

Mikrobiologi

To paralleller av hver av de 25 sushi-prøvene ble undersøkt mikrobiologisk med hensyn på aerobe kim og hydrogensulfid-produserende bakterier ved 20 °C, enterokokker, fekale koliforme bakterier/presumptive *E. coli*, *Listeria monocytogenes* og *Salmonella*.

I dette materialet hadde 45 av 50 undersøkte prøver et kimtall som var over påvisningsgrensen på 1×10^3 bakterier/g. Snittverdien for disse prøvene var på $4,9 \times 10^6$ bakterier/g, mens laveste og høyeste verdi var på henholdsvis 1×10^3 og $>3 \times 10^7$ bakterier/g. Det er ikke laget egne mikrobiologiske retningslinjer for sushi, men i gjeldende retningslinjer er det gitt anbefalinger for andre rå sjømatprodukter som er beregnet på konsum uten varmebehandling. Eksempelvis inkluderer anbefalte grenseverdier for rå skall- eller bløtdyr (http://www.mattilsynet.no/regelverk/veiledere/mat/mikrobiologiske_retningslinjer_11633), en øvre grense (M) for kimtallet på 5×10^5 bakterier/g. Dersom en legger denne grenseverdien til grunn vil 22 av 50 undersøkte prøver ha verdier over anbefalt grense. For undersøkte prøver hadde 15 et innhold av H₂S produserende bakterier over påvisningsgrensen på 1×10^3 bakterier/g. Snittet for prøver over påvisningsgrensen var $4,3 \times 10^4$ bakterier/g, mens laveste og høyeste verdi var 1×10^3 og $3,1 \times 10^5$ bakterier/g.

I til sammen 18 av de 50 undersøkte prøvene kunne det påvises termotolerante koliforme bakterier/*E. coli*. For de positive prøvene var snittverdien 25 bakterier/g, mens laveste og høyeste verdi var henholdsvis 3 og 210 bakterier/g. Det er heller ikke etablert egne retningslinjer for termotolerante koliforme bakterier/*E. coli* i sushi. Legger en også her til grunn øvre grense (M) for innholdet av termotolerante koliforme bakterier i rå skall- eller bløtdyr, som er på 11 bakterier/g, vil sju av 50 prøver komme over denne grensen. Seks av prøvene hadde et innhold av enterokokker over påvisningsgrensen på 100 bakterier/g. Snittverdien for de positive prøvene var 230 bakterier/g, mens laveste og høyeste verdi var 100 og 700 bakterier/g. Mikrobiologiske retningslinjer for sjømat setter ikke en øvre grense for innholdet av enterokokker i rå produkter til direkte konsum. *L. monocytogenes* ble påvist i 10 av 50 undersøkte prøver (20 %). I alle positive prøver var mengden *L. monocytogenes* mindre enn 10 bakterier/g. Gjeldende EU regelverk tillater opp til 100 *L. monocytogenes* pr. gram vare ved utgangen av holdbarhetstiden, under forutsetning av at varen er beregnet på konsum hos friske voksne.

Det ble ikke påvist *Salmonella* bakterier i noen av de undersøkte prøvene.

Parasitter

Det ble ikke påvist nematoder i noen av de 50 sushi-prøvene som ble undersøkt.

Fremmedstoffer

Alle sushi-prøvene ble analysert for metallene arsen, kadmium, kvikksølv, bly, samt uorganisk arsen og tributyltinn (TBT). I tillegg ble prøvene analysert for de organiske miljøgiftene polyaromatiske hydrokarboner (PAH), polyklorerte bifenyler (PCB₇), en rekke klorerte pesticider (inkludert DDT og dets metabolitter), dioksiner og dioksinlignende PCB og de polybromerte flammehemmerne PBDE (polybromerte difenyletere), HBCD (heksabromsyklododekan) og TBBP-A (tetrabrombisfenol A). Prøvene ble også analysert for medisinstoffene kloramfenikol, nitrofuraner, malakittgrønt og krystallfiolett med leucoformer og briljantgrønt.

PAH, TBBP-A og medisinstoffene kloramfenikol, nitrofuraner, malakittgrønt, krystallfiolett og briljantgrønt ble bestemt på homogenisert vått materiale, mens resten av fremmedstoffanalysene ble utført på frysetørket materiale. Metallbestemmelsene ble utført med ICPMS, uorganisk arsen med HPLC-ICPMS og TBT ved bruk av GC-ICPMS. PAH, pesticider, PCB₇ og de polybromerte flammehemmerne PBDE og HBCD ble bestemt med GC-MS og dioksiner og dioksinlignende PCB med høyoppløsende GC-MS (HRGC-HRMS). TBBP-A, nitrofuraner, malakittgrønt, krystallfiolett og briljantgrønt ble bestemt med LC-MS-MS og kloramfenikol ble bestemt med LC-MS.

Med unntak av bestemmelser av PAH, nitrofuraner, malakittgrønt, krystallfiolett og briljantgrønt som ble utført av Eurofins Norsk Miljøanalyse, er alle analyser utført ved NIFES, og de fleste metodene er akkreditert i henhold til NS-EN-ISO 17025. Der metodene for tiden ikke er akkreditert er metodene kvalitetssikret med standard referansematerialer samt deltakelse i ringtester der slike materialer og tester har vært tilgjengelig.

Konsentrasjonene av tungmetallene kadmium, kvikksølv og bly i de 25 ulike sushi-produktene var stort sett lave, og ingen av prøvene hadde nivåer av tungmetaller som overskred EUs øvre grenseverdier for disse. Den høyeste konsentrasjonen av kadmium, kvikksølv og bly som ble funnet var henholdsvis 0,039, 0,054 og 0,065 mg/kg våtvekt.

Nivåene av arsen og TBT i prøvene var lave. Den høyeste konsentrasjonen av totalarsen og uorganisk arsen i prøvene var henholdsvis 1,1 mg/kg og 0,015 mg/kg våtvekt. Konsentrasjonen av TBT var lavere enn kvantifiseringsgrensen på 2 µg/kg tørrvekt i alle prøvene.

Innholdet av organiske miljøgifter i sushi-prøvene var stort sett svært lave. Konsentrasjonen av de ulike PAH-forbindelsene var lavere enn kvantifiseringsgrensen på 0,5 µg/kg våtvekt i de fleste prøvene, og den høyeste verdien som ble funnet for sum PAH var 20 µg/kg våtvekt. Ingen prøver hadde konsentrasjoner av benzo(a)pyren over kvantifiseringsgrensen, og det var således ingen av prøvene som overskred EUs øvre grenseverdi for denne PAH-forbindelsen.

Konsentrasjonene av DDT (diklor-difenyl-trikloretan) og dets metabolitter lå for svært mange prøver under kvantifiseringsgrensen for de enkelte analyttene, og den høyeste verdien som ble funnet for sum DDT var 2,6 µg/kg våtvekt. Innholdet av en rekke andre klorerte pesticider (aldrin, oxy-, trans- og cis-klordan, heptaklor og heptaklor A, cis-nonaklor, α-endosulfan og β-endosulfan, α-heksaklorsyklhexan (α-HCH) og γ-HCH, toksafen-26, toksafen-32,

toksafen-50 og toksafen-62) var lavere enn kvantifiseringsgrensene i alle de 25 ulike sushi-produktene. Bare for endosulfan-sulfat, trans-nonaklor og heksaklorbenzen ble det funnet prøver med nivåer høyere enn kvantifiserings-grensen, og den høyeste konsentrasjonen som ble funnet for disse analyttene var henholdsvis 0,65, 0,82 og 0,35 µg/kg våtvekt.

Innholdet av dioksiner og dioksinlignende PCB var svært lavt i alle prøver. Den høyeste konsentrasjonen som ble funnet for sum dioksiner og furaner var 0,1 ng TE/kg våtvekt som er langt under EUs øvre grenseverdi på 4,0 ng TE/kg våtvekt. Likeledes lå den høyeste verdien som ble funnet for summen av dioksiner og dioksinlignende PCB (0,34 ng TE/kg våtvekt) langt under EUs øvre grenseverdi på 8,0 ng TE/kg våtvekt.

Innholdet av PCB og bromerte flammehemmere lå for mange prøver under kvantifiseringsgrensen for de enkelte analyttene, og for alle prøver var konsentrasjonene av disse miljøgiftene lave. De høyeste verdiene som ble funnet for sum PCB₇, sum PBDE₇ og HBCD var henholdsvis 1,5, 0,37 og 0,2 µg/kg våtvekt. Innholdet av TBBP-A lå under kvantifiseringsgrensen for alle prøver.

Ingen av de 13 sushi-prøvene som ble analysert for medisinerester inneholdt detekterbare mengder av kloramfenikol, nitrofuraner, malakittgrønt, leuco-malakittgrønt, krystallfiolett, leuco-krystallfiolett eller briljantgrønt.

Summary

Samples

In the project “Contaminants in processed seafood products” in 2008, a total of 25 samples of sushi have been collected. Twelve samples were collected by NIFES in Bergen and 13 samples were collected by Mattilsynet in Trondheim. The samples were bought from six restaurants (two in Trondheim and four in Bergen), five retailers (three in Trondheim and two in Bergen) and one wholesaler of seafood products in Bergen. Samples were chosen with a varied content of ingredients. Two replicates of each sushi-sample, a total of 50 samples, were analyzed with respect to parasites and for microbiological parameters. One replicate of each of the 25 sushi samples were analyzed for chemical contaminants, and one replicate of each of 13 samples, randomly selected, were analyzed for veterinary drug residues.

Microbiology

Two replicates of each of the 25 sushi samples were subjected to microbiological examination and analyzed for aerobic bacterial count and hydrogen sulfide-producing bacteria at 20°C, enterococci, thermotolerant coliform bacteria/*E.coli*, *Listeria monocytogenes* and *Salmonella*.

In this material, 45 of 50 samples had a bacterial count above the limit of detection of 1×10^3 bacteria/g. The average value of these samples was 4.9×10^6 bacteria/g, with minimum and maximum values of 1×10^3 and $>3 \times 10^7$ bacteria/g. There are currently no established microbiological guidelines for sushi. However, these guidelines give recommendations for other raw seafood products not intended for heat treatment. For instance, the guidelines recommend an upper limit (M) of 5×10^5 for the bacterial number in raw shellfish and mollusks for direct consumption (http://www.mattilsynet.no/regelverk/veiledere/mat/mikrobiologiske_retningslinjer_11633). If these guideline is applied, 22 of 50 samples of sushi exceeded the limit. Fifteen of the 50 sushi samples contained hydrogen sulfide-producing bacteria above the limit of detection of 1×10^3 bacteria/g. The average value of samples with values above the detection limit was 4.3×10^4 bacteria/g, with minimum and maximum values of 1×10^3 and 3.1×10^5 bacteria/g, respectively

In a total of 18 of the 50 samples examined, thermotolerant coliform bacteria/*E.coli* was detected. For the positive samples the average value was 25 bacteria/g with minimum and maximum values of 3 and 210 bacteria/g, respectively. If using the upper limit of 11 bacteria/g established for raw shellfish and mollusks for direct consumption (http://www.mattilsynet.no/regelverk/veiledere/mat/mikrobiologiske_retningslinjer_11633), seven of the 50 samples showed a number of thermotolerant coliform bacteria above this limit.

Six samples contained enterococci numbers above the limit of detection of 100 bacteria/g. The average value of the positive samples was 230 bacteria/g with minimum and maximum values of 100 and 700 bacteria/g, respectively. Microbiological guidelines for seafood have not set an upper limit for the content of enterococci in raw products for direct consumption.

L. monocytogenes was detected in 10 of the 50 samples examined (20%). Quantitative analysis showed, however, that the number of *L. monocytogenes* in all the positive samples was less than 10 bacteria/g. EU regulations allow a maximum of 100 *L. monocytogenes* per

gram product at the end of the product shelf life providing the product is intended for consumption by healthy adults.

Bacteria in the genus *Salmonella* were not detected in any of the samples examined.

Parasites

Nematodes were not detected in any of the 50 sushi samples examined.

Chemical contaminants

All the sushi samples were analyzed for arsenic, cadmium, mercury, lead, inorganic arsenic and tributyltin (TBT). In addition the samples were analyzed for the organic pollutants polyaromatic hydrocarbons (PAH), polychlorinated biphenyls (PCB₇), a series of chlorinated pesticides (including DDT and metabolites), dioxins and dioxin-like PCBs and the polybrominated flame retardants PBDE (polybrominated diphenyl ethers), HBCD (hexabromocyclododecane) and TBBP-A (tetrabromobisphenol A). The samples were also analyzed for the veterinary drug residues chloramphenicol, nitrofurans, malachite green and leucoform, crystal violet and leucoform and brilliant green.

PAH, TBBP-A and the veterinary drug residues chloramphenicol, nitrofurans, malachite green, crystal violet and brilliant green were analyzed in homogenized wet material, and all other chemical contaminant determinations were performed with lyophilized material. The elements arsenic, cadmium, mercury and lead were determined by ICPMS, inorganic arsenic by HPLC-ICPMS and TBT by GC-ICPMS. PAH, pesticides, PCB₇ and the brominated flame retardants PBDE and HBCD were analyzed by GC-MS and dioxins and dioxin-like PCBs were analyzed by high resolution GC-MS (HRGC-HRMS). TBBP-A, nitrofurans, malachite green, crystal violet and brilliant green were analyzed by LC-MS-MS and chloramphenicol was analyzed by LC-MS.

All the determinations, except determinations of PAH, nitrofurans, malachite green, crystal violet and brilliant green, were performed by NIFES, and most of the determinations were performed using methods accredited according to the quality standard NS-EN-ISO 17025. For methods where accreditation was not in place, the methods were quality assured by standard reference materials and participation in proficiency tests where such materials and tests were available.

In general, the concentrations of the heavy metals cadmium, mercury and lead in the 25 different sushi products were low, and none of the samples contained levels of heavy metals above the EU's upper limit for these contaminants. The maximum concentrations of cadmium, mercury and lead found in the samples were 0.039, 0.054 and 0.065 mg/kg wet weight, respectively.

The levels of arsenic and TBT in the samples were low. The maximum concentration of total arsenic and inorganic arsenic in the samples were 1.1 mg/kg and 0.015 mg/kg wet weight, respectively. The concentration of TBT was lower than the limit of quantification (LOQ) of 2 µg/kg dry weight in all the samples.

The content of organic pollutants in the sushi samples was in general very low. The concentrations of the different PAH compounds were lower than LOQ of 0.5 µg/kg wet weight in most samples, and the maximum value found for the sum PAH was 20 µg/kg wet weight. None of the samples contained levels of benzo(a)pyrene above the limit of

quantification, and thus none of the samples exceeded the EU's upper limit for this PAH-compound.

For many of the samples, the concentrations of DDT (dichlorodiphenyltrichloroethane) and its metabolites were below the LOQ for the individual analytes, and the maximum value found for sum DDT was 2.6 µg/kg wet weight. The content of a number of other chlorinated pesticides (aldrin, oxy-, trans- and cis-chlordane, heptachlor og heptachlor A, cis-nonachlor, α-endosulfan og β-endosulfan, α-hexachlorcyklohexane (α-HCH) and γ-HCH, toksaphene-26, toksaphene -32, toksaphene -50 and toksaphene -62) were all below the LOQ in all the 25 sushi products. Only for endosulfan sulphate, trans-nonachlor and hexachlorobenzene samples were found with concentrations above the LOQ, and the maximum values found for these analytes were 0.65, 0.82 and 0.35 µg/kg wet weight, respectively.

The concentrations of dioxins and dioxin-like PCBs were very low in all samples. The maximum value found for the sum of dioxins and furans was 0.1 ng TEQ/kg wet weight, well below the EU's upper limit of 4.0 ng TEQ/kg wet weight. Similarly, the maximum value found for the sum of dioxins and dioxin-like PCBs (0.34 ng TEQ/kg wet weight) was well below the EU's upper limit of 8.0 ng TEQ/kg wet weight.

The content of PCB and brominated flame retardants was below the LOQ for the individual analytes in many of the samples, and for all samples the concentrations of the organic pollutants were low. The maximum value found for the sum of seven PCB congeners (PCB₇), seven PBDE congeners (PBDE₇), and HBCD was 1.5, 0.37 and 0.2 µg/kg wet weight, respectively. The content of TBBP-A was below the LOQ for all samples.

None of the 13 sushi samples analyzed for veterinary drug residues contained detectable amounts of chloramphenicol, nitrofurans, malachite green, leuco malachite green, crystal violet, leuco crystal violet or brilliant green.

Innledning

Mattilsynet har, i samarbeid med NIFES, årlig overvåket ulike prosesserte sjømatprodukter som er tilgjengelige på det norske marked. I 2005 og 2006 ble henholdsvis silde- og makrellprodukter analysert for både kjemiske og mikrobiologiske parametre, og i 2007 ble tilsvarende overvåkning gjennomført for røkte og gravete produkter av laks og ørret.

For 2008 har Mattilsynet bedt NIFES om å gjennomføre overvåkning av produkter av sushi for innenlands konsum.

Sushi er i utgangspunktet en japansk rett som tradisjonelt består av ris smaksatt med eddik og rå eller kokt fisk eller skalldyr eventuelt grønnsaker eller egg (<http://en.wikipedia.org/wiki/Sushi> og <http://no.wikipedia.org/wiki/Sushi>). For noen typer sushi benyttes i tillegg tynne plater av algeprodukter, og til retten hører det ofte med småbiter av ingefær og pepperot samt soyasaus. Det finnes mange typer sushi, men de to viktigste på det norske markedet er nigiri-sushi som er en liten risball toppet med en tynn skive av rå fisk, og maki-sushi som er ruller med tang rundt sushi-ris med forskjellig fyll. Litt upresist brukes begrepet sushi også ofte om sashimi, som vanligvis består av rå sjømat servert i tynne skiver.

I Norge er det i de siste årene kommet mange nye sushi-restauranter i de større byene, og sushi-produkter selges også i storkiosker og dagligvarebutikker. Det er lite tilgjengelig kunnskap om konsum av sushi i Norge, men selv om konsumet generelt sett regnes som lavt, synes populariteten å være økende særlig blant urbane, unge voksne. Ved tillaging av sushi i Norge anvendes ulike fiskeslag som for eksempel laks, kveite og tunfisk servert rå. I tillegg kan det lages norske varianter av sushi med røkelaks eller andre røkte fiskeslag.

Bruk av rå fisk i sushi aktualiserer flere næringsmiddelhygieniske problemstillinger. Parasittiske rundormer som *Anisakis simplex* og *Pseudoterranova decipiens* er vanlig hos villfisk i mange farvann, og kan gi helseskade hvis de konsumeres i levende tilstand. Parasittene drepes imidlertid ved frysing, og det er derfor et krav i gjeldende EU regelverk, at fisk som skal spises rå eller nesten rå, skal fryses ned til en indre temperatur på $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ eller lavere i minst 24 timer (Anon., 2004). Når det gjelder oppdrettsfisk er parasittiske rundormer ikke ansett for å være et problem, siden det for de viktigste oppdrettsartene er vist at disse ikke inneholder slike rundormer (Levsen, Lunestad og Berland, 2008).

Fisk kan også være kilde til bakterier og andre mikroorganismer, og ulike mikrobiologiske analyser benyttes i denne sammenheng for å vurdere produktets mikrobiologiske kvalitet og trygghet.

Kimtallet gir et mål for den dyrkbare delen av mikroorganismene som finnes i en prøve. Denne parameteren viser den generelle bakteriebelastningen til en prøve, og gir dermed en indikasjon på mikrobiologisk kvalitet og restholdbarheten for produktet. En annen indikator for mikrobiologisk kvalitet er hydrogensulfidproduserende bakterier som er de mest aktive kvalitetsforringende bakteriene for ikke varmebehandlet og kjølelagret sjømat fra kalde farvann (Gram, 2003).

Analyser av enterokokker og termotolerante koliforme bakterier/ *Escherichia coli* brukes som indikatororganismer for mulig fekal forurensing, og dermed mulig helsefare. Siden en ikke kan analysere for alle tenkelige smittestoffer som kan finnes i tarmen hos varmblodige dyr (inkludert menneske) velger en ut noen hensiktsmessige indikatororganismer. Slike indikatororganismer er særlig nyttige for å vise mulig forekomst av matvarebårne virus. Både enterokokker og termotolerante koliforme bakterier/*E. coli* indikerer fekal forurensing, og

dermed en mulig fare for at humanpatogene virus eller andre smittestoffer som er vanskelige å påvise er til stede.

Fisk kan også være kilde til bakterien *Listeria monocytogenes*. Infeksjoner med *L. monocytogenes* kalles listeriose. Denne infeksjonen kan variere i styrke fra å være asymptomatisk til en alvorlig, livstruende sykdom. Alvorlig sykdom er sjelden og rammer i hovedsak personer med underliggende sykdommer eller andre disponerende tilstander som aidspasienter, personer som er under behandling med immundempende midler, svekkede eldre, fostre og nyfødte barn. Sykdom kan gi ubetydelige symptomer hos den gravide, men ved overgang via morkaken kan dette gi alvorlige infeksjoner hos fosteret, og eventuelt føre til abort, dødfødsel eller for tidlig fødsel.

Smittekilden er vanligvis et næringsmiddel, og internasjonalt har det vært beskrevet utbrudd knyttet til rå grønnsaker, bløte oster, andre melkeprodukter, patéer og svinekjøttprodukter, men også til gravet og kaldrøkt ørret (Adams og Moss, 2008; Ericsson *et al.* 1997; Miettinen *et al.* 1999). Inkubasjonstiden er vanligvis noen få dager til 3 uker, men kan i enkelte tilfeller vare opptil 3 måneder. Det er videre oppgitt at opp til 5 % av normalbefolkningen til en hver tid er friske bærere av *L. monocytogenes* i tarmen. Det er trolig en betydelig underrapportering av infeksjoner med *L. monocytogenes*. Særlig kan dette være tilfelle ved aborter som ikke undersøkes tilstrekkelig og ved mindre alvorlige tilfeller.

I Norge opptrer sykdommen oftest som enkelttilfeller (sporadisk), og data fra de siste 10 årene viser at antall tilfeller av listeriose har variert mellom 14 i 2005 til 50 i 2007 (<http://www.msis.no/>). Tre utbrudd er så langt beskrevet i Norge; ett fra Trondheim i 1994 med åtte syke, hvor smittekilden var varmebehandlet, skåret og vakuumert kjøttpålegg, ett fra Ålesund i 2005, trolig forårsaket av mangelfull hygiene på et sykehuskjøkken og ett i Oslo i 2007 med 24 syke og fem dødsfall, der kilden var økologisk produsert camembertost. Ingen utbrudd eller sporadiske tilfeller i Norge er blitt knyttet til konsum av kommersielt tilvirket sjømat, inkludert sushi. Det er i denne sammenhengen imidlertid viktig å være oppmerksom på at man sjelden eller aldri påviser smittekilden ved sporadiske tilfeller. Tilfeller av listeriose etter inntak av fisk er rapportert fra Sverige og Finland (Ericsson *et al.* 1997; Miettinen *et al.* 1999). Det er kjent at bearbeidet rå fisk som røkelaks og gravlaks oftere er kontaminert med *L. monocytogenes*, og konsentrasjonen i positive prøver av slike produkter vil vanligvis være høyere, enn i fersk, rå fisk (Vitenskapskomiteen for mattrygghet, 2006).

Bakterier i slekten *Salmonella* er en av de viktigste årsakene til infeksjoner fra matvarer. Det finnes over 2500 ulike varianter av *Salmonella*, disse kalles serovarianter. I Norge kommer *Salmonella* på andre plass etter *Campylobacter* som årsak til matvarebåren sykdom fra bakterier. Norskproduserte sjømatprodukt inneholder svært sjelden *Salmonella*, mens fiskefôr og ingredienser til fiskefôr kan være infiserte med spesielle serovarianter av bakterien. Det er imidlertid svært lite sannsynlig at *Salmonella*-bakterier fra fiskefôr har gitt sykdom hos mennesker.

Lite er kjent om innholdet av fremmedstoffer og medisinrester i sushi-produkter. Siden sushi består av mange ulike komponenter, deriblant både ris og flere ulike typer sjømat, kan produktene inneholde fremmedstoffer og medisinrester fra mange ulike kilder. Organiske fremmedstoffer som PAH, PCB, dioksiner og dioksinlignende PCB, bromerte flammehemmere, DDT og dets metabolitter samt andre pesticider kan akkumuleres i fet fisk som laks og tunfisk som er vanlige komponenter i sushi.

Andre miljøgifter som tungmetaller, arsen og tributyltinn kan også finnes i relativt høye konsentrasjoner i fisk og annen sjømat, for eksempel er det kjent at kveite og tunfisk kan

inneholde høye konsentrasjoner av kvikksølv. Arsen forekommer i miljøet i et stort antall kjemiske former, både uorganiske og organiske former. I marine organismer er det normalt organiske former av arsen (som for eksempel arsenobetain) som dominerer, mens ris som er en viktig komponent i sushi-produkter, kan inneholde større mengder uorganisk arsen. For mennesker er uorganisk arsen mye mer toksisk enn organiske arsenformer, og det er derfor av interesse å analysere slike matvarer ikke bare for total arsen, men også for uorganisk arsen.

Siden sushi i Norge ofte inneholder oppdrettslaks er det også av interesse å undersøke om prøvene inneholder medisinrester. Medisinrester kan forekomme i oppdrettsfisk som et resultat av medisinerings av fisken mot parasitter og bakterie- og soppinfeksjoner. Kloramfenikol, nitrofuraner, malakittgrønt, krystallfiolett og briljantgrønt hører til en gruppe slike legemidler som er forbudt i EU for bruk til matproduserende dyr, og analyse for disse stoffene utføres derfor for å kontrollere om dette forbudet overholdes.

EU har etablert øvre grenseverdier for høyeste tillatte mengder av en del fremmedstoffer i mat. Slike grenseverdier er satt for tungmetallene kadmium, kvikksølv og bly samt de organiske miljøgiftene dioksin og dioksinlignende PCB og PAH-forbindelsen benzo(a)pyren.

Materiale og metoder

Prøvetakingsplan og opparbeiding

I prosjektperioden er det innhentet til sammen 25 prøver av sushi-produkter. Av disse ble 12 prøver innhentet av NIFES i Bergen, mens de 13 siste ble innhentet av Mattilsynet i Trondheim. Som vist i tabell 1, ble prøvene kjøpt inn fra seks restauranter (East Sushi & Noodles og Kyoto i Trondheim, Quick Sushi, Sumo, Nama Sushi & Noodles og Red Sun restaurant & bar i Bergen), fem detaljister (Coop Obs Lade, Ultra Lade og Ica Maxi Tiller i Trondheim, Deli de Luca Torggaten og Coop Obs Sartor i Bergen) og én produsent (Lerøy Alfheim AS i Bergen).

Table 1. List of sushi products with sampling place, sample no, sampling date and composition of each sample.

Sampling place	Sample no	Sampling date	Composition
A.	2008-751/1	02.06.08	3 biter maki laks, 2 scampi sushi, 2 laks sushi, pepperrot, ingefær, soyasaus
B.	2008-754/1	02.06.08	6 maki av kylling, vegetar, laks og tunfisk, 2 laks sushi, 2 scampi sushi
C.	2008-832/1	10.06.08	Lag din egen sushi: laks og scampi, ris, ingefær, eddik, pepperrot, soyasaus
C.	2008-833/1	10.06.08	Lag din egen maki sushi: laks, ris, ingefær, eddik, pepperrot, soyasaus, tangblader, sesamfrø
C.	2008-834/1	10.06.08	Lag din egen sushi: laks, ris, ingefær, eddik, pepperrot, soyasaus
D.	2008-897/1	23.06.08	4 maki tunfisk, 4 maki laks, 2 laks sushi, 2 tunfisk sushi, 1 kveite sushi, 1 scampi, ingefær, pepperrot, soyasaus, salatblad
E.	2008-898/1	23.06.08	6 maki tunfisk, 2 laks sushi, 2 reke sushi, soyasaus, pepperrot, ingefær
F.	2008-930/1	30.06.08	3 maki laks, 3 maki tunfisk, 2 kveite sushi, 2 laks sushi, ingefær, pepperrot, soyasaus
E.	2008-931/1	30.06.08	6 maki laks, 2 kveite sushi, 2 tunfisk sushi, ingefær, pepperrot, soyasaus
G.	2008-1235/1	23.09.08	4 maki laks, 4 laks sushi, 2 scampi sushi, pepperrot, ingefær, soyasaus
G.	2008-1236/1	23.09.08	3 maki laks, 2 laks, 2 scampi, pepperrot, ingefær soyasaus
H.	2008-1253/1	22.09.08	4 maki kokt laks, 2 kveite sushi

Sampling place	Sample no	Sampling date	Composition
	2008-1253/2	22.09.08	2 kveite sushi, 1 1/2 tunfisk sushi, 1 1/2 scampi sushi
H.	2008-1253/3	22.09.08	2 laks sushi, 2 tunfisk sushi, 2 scampi sushi
I.	2008-1253/4	22.09.08	1 scampi sushi, 1 kveite sushi, 1 krabbe sushi, 1 reke sushi
I.	2008-1253/5	22.09.08	6 maki laks
I.	2008-1253/6	22.09.08	2 laks sushi, 2 tunfisk sushi
J.	2008-1253/7	22.09.08	Lag maki hjemme: maki med laks, ris, ingefær, eddik, pepperrot, soyasaus, tangblader, sesamfrø
J.	2008-1253/8	22.09.08	Lag sushi hjemme: laks, ris, ingefær, eddik, pepperrot, soyasaus
K.	2008-1253/9	22.09.08	Lag sushi hjemme: laks, ris, ingefær, eddik, pepperrot, soyasaus
K.	2008-1253/10	22.09.08	Lag sushi hjemme: laks og scampi, ris, ingefær, eddik, pepperrot, soyasaus
L.	2008-1254/1	22.09.08	3 maki laks, 2 scampi sushi, 2 laks sushi, pepperrot, ingefær, soyasaus
L.	2008-1254/2	22.09.08	2 maki laks, 1 scampi sushi, 1 kamskjell sushi, 2 laks sushi, pepperrot, ingefær, soyasaus
L.	2008-1254/3	22.09.08	4 maki laks, 2 scampi sushi, 4 laks sushi, pepperrot, soyasaus, ingefær
F.	2008-1360/1	14.10.08	6 maki kamskjell, 2 laks sushi, 2 kingfish sushi, 2 kongekrabbe sushi, ingefær, pepperrot, soyasaus, salat

Det ble valgt prøver med et variert innhold av ingredienser (se tabell 1). Etter uttak ble prøvene registrert hos NIFES og gitt et spesifikt journalnummer. For hver prøve ble uttakssted og dato, samt produktsammensetning, produsent, prøvens beskaffenhet, holdbarhetsdato og uttaksperson registrert. I tillegg ble prøven avfotografert og bildene lagret elektronisk for ekstra dokumentasjon av prøvens utseende og varedeklarasjon. Prøver fra restauranter manglet etiketter da prøven ble tilberedt mens vi ventet. Prøvene ble lagret under temperaturbetingelser som tilsvarte deres temperatur ved prøveuttak, dvs. enten på kjølerom (4 °C) eller i fryseboks (-20 °C), inntil de ble fordelt og opparbeidet. For prøver som var ferskvarer, ble mikrobiologisk analyse utført rett etter prøveinnhenting.

En prøve besto av brett som inneholdt ulike sjømatprodukter, ris, grønnsaker, krydder og eventuelt sauser. Hver hovedbestanddel på et brett ble veid. Der det var mulig, ble det innkjøpt syv brett (delprøver). To av brettene gikk til mikrobiologisk analyse, ett brett til parasittologisk undersøkelse, tre til kjemisk analyse og det siste brettet ble lagret som

reserveprøve. Dersom vekten var høy på hvert brett, ble til sammen 660 gram prøve innkjøpt og fordelt. For å unngå at prøvehåndteringen på NIFES tilførte mikroorganismer som ikke på forhånd var tilstede i prøven, ble to uåpnede brett avsatt til mikrobiologisk analyse (til sammen 120 gram). De andre brettene ble splittet mellom parasittologisk (60 gram) og kjemisk analyse (360 gram). En tilmålt mengde ble også lagret som reserveprøve.

To parallelle delprøver av hver sushi-prøve, totalt 50 delprøver, ble analysert for mikrobiologiske parametere. Én parallell av hver de 25 sushi-prøvene ble analysert for fremmedstoffer, mens analyse for medisinerester ble foretatt på én parallell av annenhver prøve, tilfeldig utvalgt, totalt 13 prøver.

På hver lab ble hele innholdet på brettet homogenisert. Ikke fryste prøver til mikrobiologisk vurdering, ble analysert umiddelbart etter ankomst til laboratoriet. Brettene som var avsatt til kjemisk analyse (ca. 360 gram) ble frosset ned og oppbevart ved -20 °C til alle prøvene var samlet inn. Prøvene ble deretter tint, homogenisert som en samleprøve og fordelt til de ulike analysene. Prøvemateriale som skulle analyseres for metaller, tributyltinn, uorganisk arsen, dioksiner, PCB₇, pesticider og bromerte flammehemmere ble frysetørket til konstant vekt, malt til fint pulver og oppbevart på tette prøveglass ved romtemperatur inntil videre analyse. Prøvemateriale til analyse av PAH, TBBP-A og medisinerester ble frosset ned og oppbevart ved -20 °C inntil videre analyse kunne påbegynnes.

Oversikt over analyseparametre

Sushi-prøvene ble undersøkt mikrobiologisk med hensyn på aerobe kim og hydrogensulfid-produserende bakterier ved 20 °C, enterokokker, fekale koliforme bakterier/ presumptive *E.coli*, *Listeria monocytogenes* og *Salmonella* (tabell 2). Prøvene ble også undersøkt med hensyn på rundorm (nematoder) ved hjelp av en pressmetode utviklet ved NIFES (tabell 2).

Table 2. Methods applied for microbiological and parasitological examinations, reference method, principle and the status of laboratory accreditation.

Analyte	Reference method and principle	Laboratory Accreditation	Unit
Bacterial plate count & hydrogen sulfide-producing bacteria, 20 °C	NMKL 96, pour plate Quantitative method	Yes	Number/g
Enterococci	NMKL 68, surface inoculation Quantitative method	Yes	Number/g
Thermotolerant coliform bacteria/ <i>E.coli</i>	NMKL 96, MPN Quantitative method	Yes	MPN/g
<i>Listeria monocytogenes</i>	Mini Vidas/AFNOR Qualitative method	Yes	Pos./Neg.
<i>Listeria monocytogenes</i>	Rapid L.mono/AFNOR Quantitative method	No	Number/g
Nematodes in fish	In house method, press method Quantitative method	No	Number/sample

Ved analyse av fremmedstoffer ble det undersøkt for metaller (arsen, kadmium, kvikksølv, bly), uorganisk arsen, tributyltinn (TBT), polyaromatiske hydrokarboner (PAH), pesticider (aldrin, oxy-, trans- og cis-klordan, heptaklor og heptaklor A, trans- og cis-nonaklor. α - og β -endosulfan, endosulfan-sulfat, α - og γ -HCH, HCB og Toxafen-26, -32, -50 og -62 samt DDT og dets metabolitter), dioksiner og dioksinlignende PCB, PCB₇ og bromerte flammehemmere (PBDE₇, HBCD og TBBP-A). Medisinrestanalyser omfatter analyser for kloramfenikol, nitrofuraner (furaltadon, furazolidon, nitrofurantoin og nitrofurazon), malakittgrønt og dets leucoform, krystallfiolett og dens leucoform og briljantgrønt.

Table 3. Chemical analytes included in the study, method principle, status of accreditation and limit of quantification (LOQ) or limit of detection (LOD)*.

Analyte	Method principle	Laboratory accreditation	LOQ /LOD **
Arsenic	ICPMS	Yes	0.03 mg/kg dw
Cadmium	ICPMS	Yes	0.01 mg/kg dw
Mercury	ICPMS	Yes	0.03 mg/kg dw
Lead	ICPMS	Yes	0.05 mg/kg dw
Inorganic arsenic	HPLC-ICPMS	No	10 μ g/kg dw
Tributyltin (TBT)	GC-ICPMS	No	2 μ g/kg dw
Sum PAH	GC-MS	Yes	0.5 μ g/kg ww
Pesticides	GC-MS	No	0.070 – 2.5 μ g/kg ww
DDT and metabolites	GC-MS	No	0.09-0.24 μ g/kg dw
PCB ₇	GC-MS	No	0.06-0.15 μ g/kg dw
Dioxins and furans	HRGC-HRMS	Yes	0.008-0.4 pg/g dw (matrix dependant)
Dioxinlike PCBs	HRGC-HRMS	Yes	0.008-0.4 pg/g dw (matrix dependant)
PBDE ₇	GC-MS	Yes	0.001 μ g/kg ww
HBCD	GC-MS	Yes	0.2 μ g/kg ww
TBBP-A	LC-MS-MS	No	1.0 μ g/kg ww
Chloramphenicol	LC-MS	Yes	0.3 μ g/kg ww
Nitrofurans	LC-MS-MS	Yes	0.2 -0.3 μ g/kg ww
Malachite green and leuco-form	LC-MS-MS	Yes	0.3 μ g/kg ww
Crystal violet and leuco-form	LC-MS-MS	Yes	0.3 μ g/kg ww
Brilliant green	LC-MS-MS	Yes	0.3 μ g/kg ww

* LOQ is given for all the analytes, except for the drug residues chloramphenicol, nitrofurans, malachite green and leuco-form, crystal violet and leuco-form and brilliant green where LOD is given in the table.

**Based on dry weight (dw) or wet weight (ww)

Analysemetoder for bestemmelse av mikroorganismer og parasitter

Kim og hydrogensulfidproduserende bakterier (NIFES metode nr. 111)

I undersøkelsene som er beskrevet i denne rapporten, er det benyttet jernagar for kvantifisering av kimtall og hydrogensulfidproduserende bakterier. Denne agaren er tilsatt treverdige jern, thiosulfat og L-cystein. På jernagar vil bakteriekolonier framstå som hvite eller sorte, avhengig av om de er i stand til å produsere hydrogensulfid (H_2S). De sorte koloniene skyldes utfelling av jernsulfid (FeS) fra bakterienes omdanning av den svovelholdige aminosyren L-cystein. Summen av hvite og sorte kolonier gir kimtallet, mens antallet sorte kolonier representerer de H_2S produserende bakteriene. Antall kim ble registrert etter at et kjent volum av homogenisert prøve ble støpt inn i et rikt næringsmedium (jernagar) i en petriskål. Skålene ble inkubert ved $20,0 \pm 1,0$ °C i 3 døgn. Etter endt inkubering ble først de sorte koloniene talt og deretter det totale antall kolonier. En koloni tilsvarte ett kim i den opprinnelige prøven. Antallet kim og hydrogensulfid produserende bakterier i prøven ble deretter beregnet ut fra hvor mange kolonier en kunne telle og hvor mye prøven var fortynnet.

Termotolerante koliforme bakterier/ *E. coli* (NIFES metode nr. 253)

Termotolerante koliforme bakterier er i denne rapporten definert som bakterier som danner typiske mørkerøde kolonier omgitt av en rødfarget utfellingssone på rødfiolett-gallesalt-agar (RVG), mens *E. coli* (*Escherichia coli*) er definert som termotolerante koliforme bakterier som er indol-positive ved 44 °C. Fra ulike fortynninger av en homogenisert prøve ble kjente volumer støpt inn i et ikke selektivt medium (TSA), for så å bli tilsatt et selektivt laktoseholdig substrat (RVG). Etter inkubering ved 44 °C i 24 timer ble kolonier med typisk eller mistenkelig utseende kvantifisert. Typiske eller mistenkelige kolonier ble siden bekreftet ved påvisning av gassdannelse i et flytende laktoseholdig substrat (EC-buljong) og evt. dannelse av rødfarge i overflatesjiktet i trypton buljong (Indol buljong) etter tilsetning av kovacs reagens. Rørene ble inkubert ved 44 °C.

Enterokokker (NIFES metode nr. 116)

Antall enterokokker ble bestemt ved utsæd av kjente volum av prøven på overflaten til et selektivt medium (m-Enterokokk agar). Etter 48 timers inkubasjon ved 44 °C ble typiske lyserøde til mørkerøde kolonier telt. Typiske eller mistenkelige kolonier ble siden confirmert ved utstryk på bile esculin azide agar (ESC agar). På denne agaren vil enterokokker farge det omkringliggende mediet mørkebrunt til svart.

Listeria monocytogenes

I denne undersøkelsen ble analyser med hensyn på *L. monocytogenes* utført både med kvalitativ og kvantitativ metodikk.

Kvalitativ metode (NIFES metode nr. 259)

Undersøkelser med hensyn på *Listeria monocytogenes* skjer i flere trinn: Prøvene dyrkes opp i et anrikingsmedium for å oppkonsentrere *Listeria*-bakterier som eventuelt finnes i prøven, før den anrikes videre i et selektivt medium som dreper de fleste andre bakterier i prøven. Videre utføres analysen ved hjelp av et immunassay (mini Vidas) basert på ELFA teknologi (enzyme linked fluorescens assay). Eventuelle positive prøver bekreftes videre ved selektiv platespredning og isolatets biokjemisk profil (API Listeria).

Kvantitativ metode

Bestemmelse av antall *L. monocytogenes* ble utført i to trinn: Prøven ble først homogenisert i et på forhånd temperert anrikningsmedium. Deretter ble prøvene fortynnet og kjente volum ble spredd ut på overflaten til et selektivt medium (Rapid L.mono agar). Prøven ble inkubert ved 37 °C i 24-48 timer.

Salmonella (NIFES metode nr. 291)

Undersøkelser med hensyn på *Salmonella* skjer i flere trinn: Prøvene dyrkes opp i et anrikningsmedium for å oppkonsentrere *Salmonella*-bakterier som eventuelt finnes i prøven, før den anrikes videre i et selektivt medium som dreper de fleste andre bakterier i prøven. Deretter skjer det en postanrikning på ny buljong med et koketrinn. Videre utføres analysen med et immunassay-instrument (mini Vidas) som utfører et enzytbundet fluorescens immunassay. Eventuelle positive prøver bekreftes videre ved selektiv platespredning og biokjemisk bekreftelse (Mikro ID).

Analyse av parasitter (NIFES metode nr. 299)

Undersøkelse for innhold av rundorm (nematoder) ble utført ved hjelp av en nyutviklet pressmetode. Prøvebiter ble først lagt inn i plastposer, og deretter ”valset” til en tykkelse på 2-5 mm ved hjelp av en automatisert presse. Prøvene ble deretter plassert i en fryseboks (-20 °C) i ett døgn, før de ble undersøkt under UV-lys. Med denne framgangsmåten, vil eventuelle nematoder i prøvene fluorescere og kan lett påvises og telles.

Analysemetoder for bestemmelse av fremmedstoffer og medisinrester

Bestemmelse av metaller med ICPMS (NIFES metode nr. 197)

Det ble veid inn to paralleller fra hvert frysetørket prøvemateriale til bestemmelse av metaller. Før sluttbestemmelsen ble prøvene dekomponert i ekstra ren salpetersyre og hydrogenperoksid og oppvarmet i mikrobølgeovn (Milestone-MLS-1200). Alle målingene ble utført med bruk av Agilent 7500c induktiv koplet plasma-massespektrometer (ICPMS) med HP-datamaskin. Det ble anvendt kvantitativ ICPMS med ekstern kalibrering til bestemmelse av kobber, sink, arsen, sølv, kadmium, kvikksølv og bly, og rodium ble anvendt som intern standard for å korrigere for eventuell drift i instrumentet (Julshamn *et al.*, 2007). Riktighet og presisjon for metallbestemmelsene ble utført ved å analysere det sertifiserte referansematerialet Tort-2 (hepatopankreas av hummer; National Research Council, Canada). Kvantifiseringsgrensene for arsen, kadmium, kvikksølv og bly er henholdsvis 0,03, 0,01, 0,03 og 0,05 mg/kg tørrvekt. Metoden er akkreditert.

Bestemmelse av uorganisk arsen ved HPLC-ICPMS (NIFES metode nr. 261)

Frysetørket prøve ble veid inn og tilsatt 0,9 mol/l NaOH i 50 % (v/v) etanol og ekstrahert i mikrobølgeovn i 20 minutter ved 90 °C (CEM MARS5 Microwave Accelerated Reaction System, GreenChem Plus Teflonbomber). Før analyse ble prøven avkjølt, sentrifugert og filtrert. Uorganisk arsen ble separert på en polymerbasert sterk anionbytter-kolonne (ICSep ION-120) og bestemt som $^{75}\text{As}^+$ ved bruk av HPLC-ICPMS (Sloth *et al.*, 2005).

Uorganisk arsen kan finnes både som As(III) og As(V), men i mikrobølgeovnen blir As(III) oksidert til As(V), og uorganisk arsen bestemmes derfor som As(V). Stabiliteten til de organiske arsenspeciene har vært studert, og ingen degradering/omdannelse til uorganiske arsenspecier ble oppdaget. Det brukes aldri glass ved ekstraksjon av uorganisk arsen da glass kan inneholde arsen og derved kontaminere prøvene.

Ingen standard referansematerialer for uorganisk arsen er foreløpig kommersielt tilgjengelig, og de systematiske feilene er derfor beregnet ved bruk av gjenvinningsforsøk. Resultatene viste at gjenvinningen var god og ikke signifikant forskjellig fra 100 % (tabell 4). Kvantifiseringsgrensen er beregnet til 10 µg/kg tørr prøve. Metoden er under akkreditering.

Table 4. Method for the determination of inorganic arsenic. Results from recovery experiments using selected marine samples spiked with As(III) and As(V), 50 ng of each. (Data from the validation report).

Sample	Recovery (ng)		Recovery (%)	
	As(III)	As(V)	As(III)	As(V)
Tort-2 (Lobster hepatopancreas)	48	51	96	102
Dorm-2 (Muscle of dogfish)	46	46	91	92
Blue mussel	46	50	91	100
Crab meat	56	53	112	107
Lobster meat	47	54	94	108
Cod fillet	51	50	102	100
Herring fillet	45	55	90	110
Mackerel fillet	48	52	95	104
Mean ± Standard deviation	48 ± 7	51 ± 6	97 ± 15	103 ± 12

Bestemmelse av tributyltinn (TBT) med GC-ICPMS (NIFES metode nr. 286)

Frysetørket prøve ble veid inn, ekstrahert med syre/metanol og derivatisert med natriumtetraetylborat før måling med gasskromatograf koblet til induktivt koplet plasma massespektrometer (GC-ICPMS). Referansematerialet som ble benyttet var NIES no.11 (muskelvev fra havabbor; National Institute for Environmental Studies (NIES), Japan) og CRM 477 (skjell; Institute for Reference Material and Measurement (IRMM), Belgia). Kvantifiseringsgrensen er beregnet til 2 µg/kg tørr prøve. Metoden er innkjørt og under validering.

Bestemmelse av polysykliske aromatiske hydrokarboner (PAH) med GC-MS

PAH-bestemmelsene ble utført av Eurofins på homogenisert, vått materiale. Prinsippet for metoden baserer seg først på en forsåpning, dernest på GPC-opprensing (dvs. molekylstørrelses kromatografi), og til slutt bestemmes de forskjellige PAH forbindelsene med GC-MS.

Følgende PAH forbindelser ble bestemt: antracen, benzo(a)antracen, benzo(a)pyren, benzo(b)fluoranten, benzo(g,h)perylene, benzo(k)fluoranten, krysen/trifenylen, dibenzo(a,h)antracen, fluoranten, fluoren, indeno(1,2,3-cd)pyren, fenantren og pyren. Kvantifiseringsgrensene for alle PAH forbindelsene er oppgitt å være 0,5 µg/kg prøve våtvekt. Metoden er akkreditert.

Bestemmelse av pesticider (NIFES metode nr. 263)

Homogenisert og frysetørket prøve ble tilsatt en blanding av ¹³C-merkede pesticider som internstandarder og deretter ekstrahert med heksan i en ASE 300® (Accelerated Solvent Extractor, Dionex, USA). Ekstraktet ble oppkonsentrert ved nitrogen og varme (Turbovap II™ Zymark, USA). Videre opprensing ble utført med oksidativ fjerning av fettrester ved svovelsyre. Konsentrasjonene av pesticidene ble målt ved gaskromatografi/masse-spektrometri (GC-MS) i SIM (single ion monitoring) modus med negativ kjemisk ionisering. Kvantifiseringen ble utført ved intern standard metode med isotopmerkede internstandarder.

Metoden bestemmer følgende pesticider: aldrin, oxy-chlordan, trans-klordan, cis-klordan, heptaklor, heptaklor-A, trans-nonaklor, cis-nonaklor, α-endosulfan, β-endosulfan, endosulfansulfat, α-HCH (α-heksaklorsykkloheksan), γ-HCH, HCB (heksaklorbenzen) og toksafen kongenerne TOX-26, -32, -50 og -62. Kvantifiseringsgrensene for de ulike pesticidene ligger i området 0,07-2,5 µg/kg våtvekt. Metoden er ikke akkreditert.

Bestemmelse av PCB₇ og DDT¹ med GC-MS (NIFES metode nr. 137)

Frysetørket prøve ble tilsatt intern standard (PCB-53) og blandet med hydromatriks før ekstraksjon med heksan på ASE 300 under hevet trykk og temperatur. Fettet ble brutt ned online ved at ASE-cellen ble pakket med svovelsyreimpregnert silicagel. Ekstraktet ble videre syrebehandlet med konsentrert svovelsyre for å bryte ned rester av fett. Prøven ble analysert på GC-MS i SIM mode med electron impact (EI) ionisering. Kvantifiseringen av de ulike analyttene baseres på intern standard og en ett-punkts kalibreringskurve, lineær gjennom origo. For kvalitetssikring av metoden ble det analysert blank og kontrollprøve sammen med prøven, og metoden prøves i minimum en ringtest per år.

Metoden kvantifiserer PCB₇ (PCB 28, 52, 101, 118, 138, 153 og 180) og DDT og dens metabolitter (pp-DDT, op-DDT, pp-DDD, op-DDD, pp-DDE og op-DDE). Kvantifiseringsgrensene for de ulike PCB-forbindelsene ligger i området 0,06-0,15 µg/kg tørrvekt, og kvantifiseringsgrensene for DDT-forbindelsene og metabolittene ligger i området 0,09-0,24 µg/kg tørrvekt. Metoden er ikke akkreditert.

Bestemmelse av dioksiner, furaner, non-orto PCB og mono-orto PCB ved HRGC-HRMS (NIFES metode nr. 228)

Metoden er en tilpasning av US-EPA (Environmental Protection Agency) metoder nr 1613 og 1668. Homogenisert og frysetørket prøve ble tilsatt en blanding av ¹³C-merkede internstandarder (én internstandard for hver analytt, totalt 29 standarder) og deretter ekstrahert med heksan i en ASE 300 under hevet trykk og temperatur. Ved videre opprensing på en Power-Prep (FMS-USA) ble først fett fjernet ved nedbryting på svovelsur silica. Deretter

¹ ”DDT” betegner her både DDT og dets metabolitter: pp-DDT, op-DDT, pp-DDD, op-DDD, pp-DDE og op-DDE

ble det gjort en suksessiv kromatografisk opprensing ved inn- og utkobling av tre kolonner: ”Multi layered silica”, basisk alumina og aktivt kull. For vasking og eluering av kolonnene ble det benyttet en serie av mobilfaser som følger: Heksan, 2 % diklormetan (DCM) i heksan, 50 % DCM i heksan, etylacetat/toluen og til slutt backflush med toluen. Mono-orto PCB ble eluert i 50 % DCM/heksan fraksjonen, mens PCDD/PCDF og non-orto PCB ble eluert i toluenfraksjonen. Etter inndamping av aktuell fraksjon til 10 µl ble ¹³C-merkede kongenere tilsatt som gjenvinningsstandard før analyse på høyoppløsende GC-MS (HRGC-HRMS) i SIM modus med EI ionisering.

Metoden kvantifiserer til sammen syv kongenere av dioksiner (PCDD), 10 kongenere av furaner (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). Konsentrasjonen av hver kongener ble regnet om til toksisitetsekvivalenter, ng TE/kg våtvekt, ved å multiplisere hver kongenerkonsentrasjon med sine respektive toksiske ekvivalensfaktorer (WHO-TEF 1998). Når summen beregnes settes konsentrasjoner som er mindre enn kvantifiseringsgrensen (LOQ) lik LOQ (upperbound LOQ).

Metodens kvantifiseringsgrense (LOQ) avhenger bl.a. av matrisen (varierende mengde prøve innveid) og beregnes for hver enkelt analyse. LOQ avhenger bl.a. av matriks (varierende mengde prøve innveid) og beregnes for hver enkelt bestemmelse. LOQ vil normalt ligge i området 0,008-0,4 pg/g tørrvekt. Metoden er akkreditert.

Bestemmelse av polybromerte flammehemmere PBDE og total-HBCD ved GC-MS (NIFES metode nr. 238)

Frysetørket prøve ble tilsatt intern standard (PBDE-139) før ekstraksjon med heksan og diklormetan i en ASE 300. Fettet ble brutt ned online ved at ASE-cellen ble pakket med svovelsyreimpregnert silicagel. Ekstraktet ble videre syrebehandlet med konsentrert svovelsyre for å bryte ned rester av fett. Prøven ble analysert på GC-MS (Thermo Quest Trace GC 2000/Trace DSQ massespektrometer). Prøveløsningene ble injisert i kolonnen ved hjelp av prøveveksler (Thermo Quest CE Instruments AS 3000), og analysen på GC-MS ble gjort i SIM modus med negativ kjemisk ionisering. Kvantifiseringen ble gjort ved hjelp av intern standard og en fempunkts kalibreringskurve. For kvalitetssikring prøves metoden i minimum én ringtest per år.

Metoden kvantifiserer syv ulike kongenere av polybromerte difenyletere (PBDE-28, 47, 99, 100, 153, 154 og 186) samt totalkonsentrasjon av heksabromcyklododekan (total-HBCD). Kvantifiseringsgrensene er 0,001 µg/kg våtvekt for PBDE-kongenene og 0,2 µg/kg våtvekt for total-HBCD. Metoden er akkreditert for fet og mager fisk, fôr og oljer.

Bestemmelse av polybromerte flammehemmere TBBP-A og α-, β- og γ-HBCD ved LC-MS-MS.

Tetrabrombisfenol A (TBBP-A) og HBCD ble ekstrahert fra homogenisert, våt prøve med aceton og cykloheksan. Fettet ble fjernet med syrebehandling. TBBP-A og α-, β-, γ- HBCD ble analysert ved bruk av LC-MS-MS med elektropray (ES) i negativ modus og med Multiple Reaction Monitoring (MRM).

Metoden kvantifiserer TBBP-A og α-, β- og γ- HBCD. ¹³C-merket TBBP-A brukes som internstandard for TBBP-A og ¹³C-merket α-, β- og γ- HBCD brukes som internstandard for α-, β- og γ- HBCD. Kontroll av metodens kvalitet gjennomføres blant annet ved årlig deltakelse i ringtester, analyse av kontrollprøve i hver serie og føring av kontrollkort.

Kvantifiseringsgrensene for hver av forbindelsene er beregnet til 1 µg/kg våtvekt. Metoden er validert.

Bestemmelse av kloramfenikol ved LC-MS (NIFES metode nr. 143)

Homogenisert prøve ble ekstrahert med etylacetat, og ekstraktet ble dampet inn til tørrhet og deretter tilsatt saltvann. Fett og fettoppløselige komponenter ble fjernet fra ekstraktet i et væske/væske fordelingstrinn mellom saltvann og heptan. Etter fjerning av heptanfasen ble analytten skilt fra vannløselige komponenter i et nytt væske/væske fordelingstrinn mellom saltvann og etylacetat. Etylacetatfasen ble dampet inn, prøven ble løst i mobilfase og analysert på LC-MS ved hjelp av elektropray ionisering (API-ES) med negativt ladete ionefragmenter (SIM). Kvantifiseringen ble gjort ved hjelp av intern standard og en trepunkts kalibreringskurve.

Deteksjonsgrensen (LOD) for kloramfenikol med denne metoden er 0,3 µg/kg våtvekt. Metoden er akkreditert.

Bestemmelse av nitrofuraner

Bestemmelse av nitrofurantoin, nitrofurazone, furaltadon og furazolidone ble utført av Eurofins Norsk Matanalyse. Homogenisert prøve ble ekstrahert med saltsyre og derivatisert med nitrobenzaldehyd. Ekstraktet ble videre rensert med fast-fase ekstraksjon (SPE) og bestemt med LC-MS-MS i positiv modus.

Deteksjonsgrensen for alle nitrofuranene er 0,3 µg/kg våtvekt. Metoden er akkreditert.

Bestemmelse av malakittgrønt, leuco-malakittgrønt, krystallfiolett, leuco-krystallfiolett og briljantgrønt.

Bestemmelse av malakittgrønt, leuco-malakittgrønt, krystallfiolett, leuco-krystallfiolett og briljantgrønt ble utført av Eurofins Norsk Matanalyse. Homogenisert prøve ble ekstrahert med acetonitril/eddiksyre og bestemt ved hjelp av LC-MS-MS i positiv modus.

Deteksjonsgrensen for alle disse analyttene er 0,3 µg/kg våtvekt. Metoden er akkreditert.

Resultater og diskusjon

Mikrobiologiske parametre

Resultatene for de mikrobiologiske analysene er oppsummert i tabellene 5 og 6.

Kimtall er et mål for den generelle bakteriebelastningen til en prøve. I dette materialet hadde 45 av 50 undersøkte prøver et kimtall som var over påvisningsgrensen på 1×10^3 bakterier/g. Snittverdien for disse prøvene var på $4,9 \times 10^6$ bakterier/g, mens laveste og høyeste verdi var henholdsvis 1×10^3 og $>3 \times 10^7$ bakterier/g. Det er ikke laget egne mikrobiologiske retningslinjer for sushi, men i gjeldende retningslinjer er det gitt anbefalinger for andre sjømatprodukter som er beregnet på konsum uten varmebehandling. Eksempelvis inkluderer anbefalte grenseverdier for rå skall- eller bløtdyr (http://www.mattilsynet.no/regelverk/veiledere/mat/mikrobiologiske_retningslinjer_11633), en øvre grense (M) for kimtallet på 5×10^5 bakterier/g. Dersom en legger denne grenseverdien til grunn vil 22 av 50 undersøkte prøver ha verdier over denne anbefalte grensen. Kimtallet brukes oftest som en støtte i en sensorisk vurdering av et produkt, og overskridelser av grenseverdien i seg selv er sjelden tilstrekkelig for å vurdere produktet som ikke egnet til konsum.

For ulike matvarer vil forskjellige mikroorganismer dominere som den viktigste faktoren for kvalitetsreduksjon. For ikke varmebehandlet sjømat vil de H_2S produserende bakteriene bidra mest til kvalitetsforringelse, og disse blir dermed betegnet som den spesifikke bedervelsesfloraen. Det er ikke etablert egne grenseverdier for denne parameteren. For undersøkte prøver hadde 15 et innhold av H_2S produserende bakterier over påvisningsgrensen på 1×10^3 bakterier/g. Snittet for prøver over påvisningsgrensen var $4,3 \times 10^4$ bakterier/g, mens laveste og høyeste verdi var 1×10^3 og $3,1 \times 10^5$ bakterier/g.

I til sammen 18 av de 50 undersøkte prøvene kunne det påvises termotolerante koliforme bakterier/*E. coli*. For de positive prøvene var snittverdien 25 bakterier/g, mens laveste og høyeste verdi var henholdsvis 3 og 210 bakterier/g. Det er heller ikke etablert egne retningslinjer for termotolerante koliforme bakterier/*E. coli* i sushi. Legger en også her til grunn øvre grense (M) for innholdet av termotolerante koliforme bakterier i rå skall- eller bløtdyr, som er på 11 bakterier/g, vil sju av 50 prøver komme over denne grensen.

Seks av prøvene hadde et innhold av enterokokker over påvisningsgrensen på 100 bakterier/g. Snittverdien for de positive prøvene var 230 bakterier/g, mens laveste og høyeste verdi var henholdsvis 100 og 700 bakterier/g. Mikrobiologiske retningslinjer for sjømat setter ikke en øvre grense for innholdet av enterokokker i rå produkter til direkte konsum.

Som det framgår av tabell 6, ble det påvist *L. monocytogenes* i 10 av de 50 undersøkte prøvene (20 %). I alle positive prøver var mengden *L. monocytogenes* mindre enn 10 bakterier/g. Gjeldende EU regelverk tillater opp til 100 *L. monocytogenes* pr. gram vare ved utgangen av holdbarhetstiden, under forutsetning av at varen er beregnet på konsum hos friske voksne. Samme tabell viser at det ikke ble påvist *Salmonella* i noen av de undersøkte prøvene.

Table 5. Microbiological determination of bacterial plate count, hydrogen sulfide-producing bacteria, thermotolerant coliform bacteria/*E. coli* and enterococci in two replicates of each of 25 different sushi-products from shops and restaurants in Bergen and Trondheim.

Sampling place	Sample no	Plate count (number/g)	H ₂ S producing (number/g)	Thermotolerant coliform/ <i>E.coli</i> (MPN/g)	Enterococci (number/g)
A.	08-751/1A	2.4x10 ⁶	<1000	<3	<100
	08-751/1B	3.5x10 ⁶	1.1x10 ⁴	<3	<100
B.	08-754/1A	4.0x10 ⁷	<1000	<3	700
	08-754/1B	3.7x10 ⁵	<1000	<3	<100
C.	08-832/1A	<1000	<1000	<3	<100
	08-832/1B	<1000	<1000	<3	<100
C.	08-833/1A	1000	<1000	<3	<100
	08-833/1B	1000	<1000	<3	<100
C.	08-834/1A	1000	<1000	<3	<100
	08-834/1B	2000	<1000	<3	<100
D.	08-897/1A	1.8x10 ⁵	<1000	3	<100
	08-897/1B	2.6x10 ⁵	<1000	<3	100
E.	08-898/1A	1.7x10 ⁴	<1000	<3	<100
	08-898/1B	1.3x10 ⁵	<1000	23	200
F.	08-930/1A	2.9x10 ⁵	1.2x10 ⁴	23	<100
	08-930/1B	5.6x10 ⁶	3.1x10 ⁵	<3	<100
E.	08-931/1A	7.1x10 ⁵	6000	93	200
	08-931/1B	1.2x10 ⁶	3.6x10 ⁴	4	100
G.	08-1235/1A	2.5x10 ⁶	<1000	3	<100
	08-1235/1B	4.7x10 ⁶	6000	<3	<100
G.	08-1236/1A	2.8x10 ⁶	4000	210	<100
	08-1236/1B	1.6x10 ⁶	<1000	7	<100
H.	08-1253/1A	3.4x10 ⁷	1.1x10 ⁴	4	<100
	08-1253/1B	1.8x10 ⁷	8000	9	<100
H.	08-1253/2A	9.1x10 ⁵	<1000	<3	100
	08-1253/2B	1.3x10 ⁵	<1000	<3	<100
H.	08-1253/3A	4.6x10 ⁵	8000	4	<100
	08-1253/3B	4.6x10 ⁵	1000	<3	<100
I.	08-1253/4A	1.1x10 ⁵	<1000	<3	<100
	08-1253/4B	1.7x10 ⁵	<1000	4	<100
I.	08-1253/5A	>3.0x10 ⁷	1.4x10 ⁵	21	<100
	08-1253/5B	>3.0x10 ⁷	5.0x10 ⁴	23	<100
I.	08-1253/6A	>3.0x10 ⁷	5.0x10 ⁴	<3	<100
	08-1253/6B	1.1x10 ⁶	2000	<3	<100
J.	08-1253/7A	1.5x10 ⁴	<1000	<3	<100
	08-1253/7B	1000	<1000	<3	<100
J.	08-1253/8A	1000	<1000	11	<100
	08-1253/8B	1000	<1000	3	<100
K.	08-1253/9A	<1000	<1000	4	<100

Sampling place	Sample no	Plate count (number/g)	H ₂ S producing (number/g)	Thermotolerant coliform/ <i>E.coli</i> (MPN/g)	Enterococci (number/g)
	08-1253/9B	<1000	<1000	4	<100
K.	08-1253/10A	1000	<1000	<3	<100
	08-1253/10B	<1000	<1000	<3	<100
L.	08-1254/1A	2.1x10 ⁵	<1000	<3	<100
	08-1254/1B	3.2x10 ⁵	<1000	<3	<100
L.	08-1254/2A	3.6x10 ⁶	<1000	<3	<100
	08-1254/2B	1.4x10 ⁶	<1000	<3	<100
L.	08-1254/3A	3.2x10 ⁵	<1000	<3	<100
	08-1254/3B	1.1x10 ⁶	<1000	<3	<100
F.	08-1360/1A	7.2x10 ⁵	<1000	<3	<100
	08-1360/1B	3.0x10 ⁶	<1000	<3	<100

Table 6. Microbiological determination of *Listeria monocytogenes* and *Salmonella* in two replicates of each of 25 different sushi-products from shops and restaurants in Bergen and Trondheim.

Sampling place	Sample no	<i>Listeria monocytogenes</i> (pos./neg.)	<i>Listeria monocytogenes</i> (number/g)	<i>Salmonella</i> (pos./neg.)
A.	08-751/1A	neg		neg
	08-751/1B	neg		neg
B.	08-754/1A	neg		neg
	08-754/1B	neg		neg
C.	08-832/1A	neg		neg
	08-832/1B	pos	<10	neg
C.	08-833/1A	neg		neg
	08-833/1B	pos	<10	neg
C.	08-834/1A	neg		neg
	08-834/1B	pos	<10	neg
D.	08-897/1A	neg		neg
	08-897/1B	neg		neg
E.	08-898/1A	neg		neg
	08-898/1B	neg		neg
F.	08-930/1A	pos	<10	neg
	08-930/1B	neg		neg
E.	08-931/1A	neg		neg
	08-931/1B	neg		neg
G.	08-1235/1A	neg		neg
	08-1235/1B	neg		neg
G.	08-1236/1A	neg		neg
	08-1236/1B	neg		neg
H.	08-1253/1A	neg		neg

Sampling place	Sample no	<i>Listeria monocytogenes</i> (pos./neg.)	<i>Listeria monocytogenes</i> (number/g)	<i>Salmonella</i> (pos./neg.)
	08-1253/1B	neg		neg
H.	08-1235/2A 08-1253/2B	neg neg		neg neg
H.	08-1253/3A 08-1253/3B	neg neg		neg neg
I.	08-1253/4A 08-1253/4B	neg neg		neg neg
I.	08-1253/5A 08-1253/5B	neg neg		neg neg
I.	08-1253/6A 08-1253/6B	neg neg		neg neg
J.	08-1253/7A 08-1253/7B	pos pos	<10 <10	neg neg
J.	08-1253/8A 08-1253/8B	pos pos	<10 <10	neg neg
K.	08-1253/9A 08-1253/9B	neg neg		neg neg
K.	08-1253/10A 08-1253/10B	pos pos	<10 <10	neg neg
L.	08-1254/1A 08-1254/1B	neg neg		neg neg
L.	08-1254/2A 08-1254/2B	neg neg		neg neg
L.	08-1254/3A 08-1254/3B	neg neg		neg neg
F.	08-1360/1A 08-1360/1B	neg neg		neg neg

Parasitter

Det ble ikke påvist nematoder i noen av de 50 prøvene som ble undersøkt med pressmetoden. Denne metodens påvisningsytelse er like god, eller bedre enn den tidligere brukte pepsindegradasjonsmetoden. Pressmetoden vil oftest kunne erstatte degradasjonsmetoden, og er mindre plass- og arbeidskrevende.

Kjemiske parametre

Uorganiske parametre

Kadmium

Kadmiuminnholdet i de 25 ulike sushi-produktene er vist i tabell 7. Innholdet varierte fra <0,004 mg/kg våtvekt (v.v.) til 0,039 mg/kg v.v.. Det var hele 21 produkter som hadde et kadmiuminnhold som var lavere enn 0,020 mg/kg v.v., to produkter som hadde et innhold som lå mellom 0,020 og 0,030 mg/kg v.v. og to produkter som hadde et innhold som lå mellom 0,030 og 0,040 mg/kg v.v.. Det var således ingen av produktene som oversteg 0,050 mg/kg v.v. som er EUs øvre grenseverdi for kadmium i filet fra de fleste typer fisk. For filet fra tunfisk, for krepsdyr som scampi og krabbe (unntatt brunmat) og for ris er grenseverdiene for kadmium høyere, henholdsvis 0,10, 0,50 og 0,20 mg/kg v.v., og produktene oversteg dermed heller ikke disse grenseverdiene. De to produktene med høyest innhold av kadmium kom fra to ulike restauranter i Bergen, Nama Sushi & Noodles (0,034 mg/kg v.v.) og Red Sun restaurant & bar (0,039 mg/kg v.v.).

Kvikksølv

Kvikksølvinnholdet i de 25 sushi-produktene er vist i tabell 7. Innholdet varierte fra <0,011 mg/kg v.v. til 0,065 mg/kg v.v.. Det var 20 produkter som hadde et kvikksølvinnhold som lå lavere enn 0,020 mg/kg v.v., tre produkter hadde et innhold som lå mellom 0,020 og 0,040 mg/kg v.v., ett produkt hadde et innhold som lå mellom 0,040 og 0,050 mg/kg v.v. og ett produkt hadde et innhold på 0,065 mg/kg v.v.. Den høyeste kvikksølvkonsentrasjonen ble funnet i en prøve fra East Sushi & Noodles i Trondheim. EUs øvre grenseverdi for kvikksølv i fiskemuskel og krepsdyr (unntatt brunmat fra krabbe) er 0,5 mg/kg v.v., og ingen av produktene hadde et kvikksølvinnhold som oversteg denne grenseverdien. For filet fra noen typer fisk, inkludert tunfisk og kveite, har EU satt en høyere grenseverdi for kvikksølv på 1,0 mg/kg v.v..

Bly

Blyinnholdet i de 25 sushi-produktene er vist i tabell 7. Innholdet varierte fra <0,014 mg/kg v.v. til 0,054 mg/kg v.v.. Fjorten av produktene hadde et blyinnhold som var lavere enn 0,020 mg/kg v.v., sju produkter hadde et innhold som lå mellom 0,020 og 0,030 mg/kg v.v., tre produkter hadde et innhold som lå mellom 0,030 og 0,040 mg/kg v.v. og ett produkt hadde et innhold på 0,054 mg/kg v.v.. Produktet med høyest innhold av bly var fra en Ultra-butikk på Lade i Trondheim. EUs øvre grenseverdi for bly i fiskemuskel er 0,3 mg/kg v.v., og det var således ingen av produktene som hadde et blyinnhold som oversteg denne grenseverdien. Grenseverdien for bly i kornprodukter (herunder ris) og i krepsdyr (unntatt brunmat fra krabbe) er henholdsvis 0,2 og 0,5 mg/kg v.v. og det var dermed heller ingen prøver som oversteg disse grenseverdiene.

Table 7. Concentrations of cadmium, mercury and lead (mg/kg wet weight) in 25 different sushi products from shops and restaurants in Bergen and Trondheim. The number of products with concentrations above the limit of quantification (LOQ) and the general EU upper limit for content in muscle meat of fish is given for each compound.

	Concentration range (mg/kg w.w.)	No of products >LOQ	EU's upper limit (mg/kg w.w.)
Cadmium	<0.004 – 0.039	24	0.050
Mercury	<0.011 - 0.065	13	0.50
Lead	<0.014 – 0.054	17	0.30

Arsen

Som et resultat av naturlige metabolske prosesser, forekommer arsen i et stort antall kjemiske former, både uorganiske og organiske former. I marine organismer er det normalt organiske former av arsen (som for eksempel arsenobetain) som dominerer, mens ris som er en viktig komponent i sushi-produkter, kan inneholde større mengder uorganisk arsen. Ulike arsenformer har svært ulik toksisitet, og for mennesker er uorganisk arsen mye mer toksisk enn organiske former av arsen. I dette prosjektet analyserer vi derfor både for total arsen og uorganisk arsen.

Arseninholdet i de ulike sushi-produktene er vist i tabell 8. Innholdet varierte fra 0,20 mg/kg v.v. til 1,1 mg/kg v.v.. Nitten av produktene hadde et arseninnhold som var lavere enn 0,5 mg/kg v.v., fem produkter hadde et innhold som lå mellom 0,5 og 1,0 mg/kg v.v. og ett produkt hadde et arseninnhold på 1,1 mg/kg v.v.. Denne høyeste verdien ble funnet i en prøve fra restauranten Nama Sushi & Noodles i Bergen. Konsentrasjonene av arsen som ble funnet i disse produktene er lave i forhold til de verdier som er funnet i ulike typer sjømat i Sjømatdata (www.NIFES.no/sjømatdata). Sammenligning med verdier i Sjømatdata har imidlertid begrenset verdi i dette prosjektet da prøvene som analyseres ikke bare inneholder sjømat, men også ris og andre komponenter som inngår i de forskjellige sushi-produktene.

Innholdet av uorganisk arsen i de ulike sushi-produktene er vist i tabell 8. Innholdet varierte fra 0,004 mg/kg v.v. til 0,015 mg/kg v.v.. De fleste produktene hadde et innhold av uorganisk arsen som var lavere enn 0,010 mg/kg v.v.; kun tre produkter hadde et innhold som lå mellom 0,010 mg/kg v.v. og 0,015 mg/kg v.v.. Andelen av uorganisk arsen i forhold til totalt arsen varierte mellom 0,6 % og 5,8 %. (tabell 8). Den høyeste andelen av uorganisk arsen (5,8 %) ble funnet i en prøve med lavt innhold av totalt arsen (0,24 mg/kg), mens de fire prøvene med lavest andel av uorganisk arsen (0,6-0,7 %) var de fire prøvene med høyest innhold av totalt arsen (0,73-1,1 mg/kg).

FAO/WHO har en foreløpig grenseverdi for tolererbart ukentlig inntak (PTWI) av uorganisk arsen på 15 µg/kg kroppsvekt/uke. Regnet om til inntaket for en person som veier 70 kg blir det 1,05 mg uorganisk arsen pr uke. Et måltid med sushi-produkter på 300 gram med et innhold av uorganisk arsen på 0,015 mg/kg vil gi et inntak av uorganisk arsen på 0,0045 mg, tilsvarende <1 % av det akseptable ukentlige inntaket som er foreslått av JECFA.

Table 8. Concentrations of arsenic (mg/kg wet weight), inorganic arsenic (mg/kg wet weight), percentage inorganic arsenic of total arsenic and concentrations of tributyltin ($\mu\text{g}/\text{kg}$ wet weight) in various sushi products from shops and restaurants in Bergen and Trondheim.

Sampling place	Sample no	Arsenic (mg/kg w.w.)	Inorganic arsenic (mg/kg w.w.)	Inorganic arsenic /total arsenic x 100 (%)	Tributyltin ($\mu\text{g}/\text{kg}$ w.w.)
A.	2008-751/1	0.26	0.009	3.3	<2.0
B.	2008-754/1	0.31	0.009	2.7	<2.0
C.	2008-832/1	0.24	0.014	5.8	<2.0
C.	2008-833/1	0.47	0.015	3.2	<2.0
C.	2008-834/1	0.41	0.013	3.2	<2.0
D.	2008-897/1	0.46	0.007	1.5	<2.0
E.	2008-898/1	1.10	0.008	0.7	<2.0
F.	2008-930/1	0.40	0.007	1.7	<2.0
E.	2008-931/1	0.49	0.007	1.5	<2.0
G.	2008-1235/1	0.51	0.008	1.6	<2.0
G.	2008-1236/1	0.45	0.009	1.9	<2.0
H.	2008-1253/1	0.32	0.005	1.6	<2.0
H.	2008-1253/2	0.32	0.005	1.5	<2.0
H.	2008-1253/3	0.31	0.004	1.4	<2.0
I.	2008-1253/4	0.79	0.005	0.7	<2.0
I.	2008-1253/5	0.73	0.005	0.7	<2.0
I.	2008-1253/6	0.49	0.005	0.9	<2.0
J.	2008-1253/7	0.63	0.009	1.5	<2.0
J.	2008-1253/8	0.27	0.009	3.1	<2.0
K.	2008-1253/9	0.42	0.009	2.2	<2.0
K.	2008-1253/10	0.20	0.010	4.9	<2.0
L.	2008-1254/1	0.38	0.007	1.8	<2.0
L.	2008-1254/2	0.49	0.006	1.3	<2.0
L.	2008-1254/3	0.41	0.007	1.7	<2.0
F.	2008-1360/1	0.94	0.005	0.6	<2.0

Tributyltinn

Innholdet av tributyltinn i de ulike sushi-produktene er vist i tabell 8. Resultatene viser at konsentrasjonen av tributyltinn var lavere enn kvantifiseringsgrensen på $2 \mu\text{g}/\text{kg}$ våtvekt i alle de 25 sushi-produktene. Under analysen for tributyltinn ble det observert at noen av

sushi-prøvene inneholdt andre organiske tinnforbindelser enn TBT, men disse ble ikke kvantifisert. En eventuell oppfølging av dette må gjøres i et eget prosjekt.

Organiske miljøgifter

PAH (polyaromatiske hydrokarboner)

Polyaromatiske hydrokarboner (PAH) er betegnelsen på en stor stoffgruppe som inkluderer flere mutagene forbindelser, slik som benzo(a)pyren, BaP. BaP kan benyttes som indikatorsubstans for mulig helseskade ved PAH eksponering, og EU har satt grenseverdier for hva som er akseptabelt nivå av BaP i forskjellige typer mat. Den øvre grenseverdien for BaP i fiskefilet, fiskefilet fra røkt fisk, krepsdyr og prosessert mat basert på kornprodukter (bl.a. ris) er henholdsvis 2,0 µg/kg våtvekt, 5,0 µg/kg våtvekt, 5,0 µg/kg våtvekt og 1,0 µg/kg våtvekt.

Innholdet av 13 ulike PAH-forbindelser i de 25 sushi-produktene er vist i tabell 9. Resultatene viser at innholdet av BaP var lavere enn kvantifiseringsgrensen på 0,5 µg/kg våtvekt i alle de 25 sushi-produktene. Det var således ingen av produktene som overskred EUs grenseverdier for BaP.

For de fleste sushi-produktene var innholdet også av de øvrige PAH-forbindelsene lavere enn kvantifiseringsgrensen på 0,5 µg/kg våtvekt. Bare for fluoren, fenantren, fluoranten, pyren og antracen hadde noen av sushiproduktene (henholdsvis sju, 13, 10, sju og ett) et innhold høyere enn kvantifiseringsgrensen på 0,5 µg/kg våtvekt. Generelt var alle verdiene lave også for disse PAH-forbindelsene.

Table 9. Concentrations of various polyaromatic hydrocarbons (PAH) (µg/kg wet weight) in 25 sushi products from shops and restaurants in Bergen and Trondheim. The number of products with concentrations above the limit of quantification (LOQ) is given for each compound.

Compound	Concentration range (µg/kg w.w.)	No of products >LOQ
Fluorene	<0.5 – 13	7
Phenantrene	<0.5 – 4.5	13
Fluoranthene	<0.5 – 3.2	10
Pyrene	<0.5 – 2.8	7
Anthracene	<0.5 - 1.3	1
Benzo(a)anthracene	<0.5	0
Benzo(a)pyrene	<0.5	0
Benzo(b)fluoranthene	<0.5	0
Benzo(ghi)perylene	<0.5	0
Benzo(k)fluoranthene	<0.5	0
Chrysene/Triphenylene	<0.5	0
Dibenzo(a,h)anthracene	<0.5	0
Indeno(1,2,3-cd)pyrene	<0.5	0
Sum PAH (lower bound LOQ)	<0.5 – 20	14

Pesticider

Konsentrasjonene av en rekke klorerte pesticider som kan finnes i matvarer er vist i tabellene 10 og 11.

Innholdet av DDT og dets metabolitter i de 25 sushiproduktene er vist i tabell 10.

Konsentrasjonen av sum DDT varierte fra 0,12 til 2,6 µg/kg våtvekt, der den høyeste verdien ble funnet i en prøve fra Ica Maxi Tiller i Trondheim.. Alle verdiene for sum DDT i denne undersøkelsen er lave i forhold til verdier funnet i filet av oppdrettslaks og like eller noe høyere enn verdier funnet i filet av villfanget torsk i Sjømatdata (www.NIFES.no/sjømatdata). Som nevnt over har imidlertid sammenligning med verdier i Sjømatdata begrenset verdi i dette prosjektet da prøvene som analyseres her ikke bare inneholder sjømat, men også ris og andre komponenter. Resultatene viser ellers at pp-DDE er den mest dominerende metabolitten av DDT, og den utgjør i denne undersøkelsen mer enn 50 % av summen av DDT. DDE er antatt å være en hormonhermer.

Table 10. Concentrations of DDT and its metabolites (µg/kg wet weight) in 25 sushi products from shops and restaurants in Bergen and Trondheim. The number of products with concentrations above the limit of quantification (LOQ) is given for each compound.

Compound	Concentration range (µg/kg w.w.)	No of products > LOQ
op-DDD	<0.09 -0.10	1
op-DDE	<0.15-0.28	3
op-DDT	<0.18	0
pp-DDD	< 0.09 – 0.51	23
pp-DDE	0.12 -1.4	25
pp-DDT	< 0.24 – 0.31	2
Sum DDT	0.12- 2.6	

Innholdet av aldrin, oxy-, trans- og cis-klordan, heptaklor og heptaklor A (heptaklor endoepoxid), cis-nonaklor, α-endosulfan og β-endosulfan, α-HCH og γ- HCH, toksafen-26, toksafen-32, toksafen-50 og toksafen-62 var lavere enn kvantifiseringsgrensene i alle de 25 ulike sushi-produktene (se tabell 11).

For endosulfan-sulfat og trans-nonaklor ble det funnet henholdsvis én prøve (Quick sushi, Bergen: 0,65 µg/kg våtvekt) og fem prøver (0,53-0,82 µg/kg våtvekt med konsentrasjoner over kvantifiseringsgrensen på 0,5 µg/kg våtvekt (se tabell 15). Verdiene for trans-nonaklor ligger innenfor de konsentrasjonsområder som ligger inne i Sjømatdata for filet av laks, kveite, makrell og regnbueørret i 2006 og 2007.

For heksaklorbenzen (HCB) var det to produkter som hadde konsentrasjoner lavere enn kvantifiseringsgrensen på 0,07 µg/kg våtvekt. Resten av prøvene hadde konsentrasjoner av HCB i området 0,10-0,35 µg/kg våtvekt (se tabell 11). Sammenligning med resultater fra Sjømatdata viser at disse konsentrasjonene er lave i forhold til verdier funnet i filet av laks og ligger i samme område som verdier funnet i filet av torsk for tidligere år.

Table 11. Concentrations of various chlorinated pesticides ($\mu\text{g}/\text{kg}$ wet weight) in 25 sushi products from shops and restaurants in Bergen and Trondheim. The number of products with concentrations above the limit of quantification (LOQ) is given for each compound.

Compound	Concentration range ($\mu\text{g}/\text{kg}$ w.w.)	No of products > LOQ
Aldrin	<0.60	0
Oxychlordane	<1.3	0
cis-Chlordane	<0.50	0
trans-Chlordane	<0.70	0
Heptachlor	<2.5	0
Heptachlor A	<0.5	0
cis-Nonachlor	<1.5	0
trans-Nonachlor	<0.5 – 0.82	5
α -Endosulfan	<0.30	0
β - Endosulfan	<0.30	0
Endosulfan sulphate	<0.5 – 0.65	1
α -heksachlorcyklohexane (α -HCH)	<0.60	0
γ -heksachlorcyklohexane (γ -HCH)	<2.0	0
Hexachlorobenzene (HCB)	<0.07 – 0.35	23
Toxaphene-26	<1.0	0
Toxaphene-32	<0.70	0
Toxaphene-50	<2.5	0
Toxaphene-62	<1.5	0

Dioksiner (PCDD/PCDF) og dioksinlignende PCB (non-orto PCB og mono-orto PCB)

I dette prosjektet er det analysert for dioksiner (PCDD), furaner (PCDF) og dioksinlignende PCB (non-orto PCB og mono-orto PCB). Disse stoffgruppene består av mange forbindelser med ulik giftighet, og derfor er konsentrasjonene av hver forbindelse regnet om til såkalte toksisitetsekvivalenter (WHO-TE) før de er summert sammen til de fire hovedgruppene PCDD, PCDF, non-orto PCB og mono-orto PCB, samt summen av dioksiner og furaner (sum PCDD/F) og summen av alle forbindelsene (sum PCDD/F og dioksinlignende PCB).

Konsentrasjonene av dioksiner (PCDD), furaner (PCDF), non-orto PCB og mono-orto PCB samt summen av dioksiner og furaner og summen av dioksiner og dioksinlignende PCB i de 25 ulike sushi-produktene er vist i tabell 12. Konsentrasjonene er gitt som ”Upperbound LOQ”, det vil si at verdier under kvantifiseringsgrensen er satt lik kvantifiseringsgrensen.

Innholdet målt som summen av dioksiner og furaner (Sum PCDD/F) varierte fra 0,0063 ng TE/kg v.v. til 0,097 ng TE/kg v.v.. Alle produktene lå således langt under EUs øvre

grenseverdi for sum PCDD/F i fiskefilet (unntatt ål) på 4,0 ng TE/kg v.v.. Innholdet målt som summen av dioksiner og dioksinlignende PCB (sum PCDD/F + non-orto PCB og mono-orto PCB) varierte fra 0,013 ng TE/kg v.v. til 0,34 ng TE/kg v.v.. Det var 21 produkter som hadde et innhold lavere enn 0,20 ng TE/kg v.v. og 4 produkter med et innhold mellom 0,20 og 0,34 ng TE/kg v.v.. Den høyeste verdien på 0,34 ng TE/kg v.v. ble funnet i en prøve fra East Sushi & Noodles i Trondheim, men også denne verdien lå langt under EUs øvre grenseverdi for sum dioksiner og dioksinlignende PCB i fiskefilet (unntatt ål) på 8,0 ng TE/kg v.v.

Resultatene viser videre at non-orto PCB bidrar mest til sum dioksin og dioksinlignende PCB, dernest bidrar mono-orto PCB og PCDF omtrent like mye, mens PCDD bidrar minst til summen.

Table 12. Concentrations of dioxins (PCDD), furans (PCDF), dioxin-like PCBs (non-ortho and mono-ortho PCB), sum PCDD/F and sum PCDD/F + dioxin-like PCBs (pg WHO TEQ/g wet weight) in 25 sushi products from shops and restaurants in Bergen and Trondheim and EU's maximum level for dioxins and dioxin-like PCBs in muscle meat of fish.

Compounds	Mean concentration (min-max) (ng TEQ/kg w.w.)	EU's upper limit (ng TEQ/kg w.w.)
Dioxins (PCDD)	0.012 (0.0051 – 0.035)	
Furans (PCDF)	0.022 (0.0049 – 0.062)	
Non-ortho-PCB	0.070 (0.0061 – 0.18)	
Mono-ortho-PCB	0.026 (0.0009 – 0.066)	
Sum PCDD /F	0.034 (0.0063 – 0.097)	4.0
Sum PCDD/F + dioxinlike PCBs	0.13 (0.013 - 0.34)	8.0

PCB

Konsentrasjonene av sju forskjellige kongener av PCB (PCB-28, -52, -101, -118, -138, -153 og -180) samt summen av disse (sum PCB₇) i de ulike sushi-produktene er vist i tabell 13. Antallet produkter med konsentrasjoner høyere enn kvantifiseringsgrensen er også oppgitt i tabellen. For de fleste kongenerne (unntatt PCB-180 som har en litt høyere kvantifiseringsgrense) lå konsentrasjonen over kvantifiseringsgrensen for de fleste produktene.

Resultatene viste at sum PCB₇ varierte fra 0,09 µg/kg våtvekt til 1,5 µg/kg våtvekt der den høyeste verdien ble funnet i en prøve fra Ultra Lade i Trondheim. Det var 19 produkter som hadde et innhold av sum PCB₇ lavere enn 1,0 µg/kg våtvekt, mens seks produkter hadde et innhold fra 1,0 til 1,5 µg/kg våtvekt.

De dominerende kongenerne i alle sushi-produktene var PCB-138 og PCB-153. Dette er tilsvarende kongenerprofil som er funnet også i andre marine produkter som for eksempel i prosesserte makrellprodukter og prosesserte laks- og ørretprodukter (årsrapporter 2006 og 2007).

Table 13. Concentrations of the PCB congeners PCB-28, -52, -101, -118, -138, -153 and -180, and the sum PCB₇ (µg/kg wet weight) in 25 sushi products from shops and restaurants in Bergen and Trondheim. The number of products with concentrations above the limit of quantification (LOQ) is given for each congener.

Compound	Concentration range (µg/kg w.w.)	No of products > LOQ
PCB-28	<0.060 – 0.13	16
PCB-52	<0.090 -0.19	16
PCB-101	<0.090 -0.28	20
PCB-118	<0.090 -0.19	16
PCB-138	<0.12 -0.41	20
PCB-153	<0.090 -0.44	23
PCB-180	<0.15	0
Sum PCB ₇	0.090 – 1.5	

Polybromerte flammehemmere (PBDE, HBCD og TBBP-A)

De polybromerte flammehemmerne som er bestemt i dette prosjektet er sju kongenere av polybromerte difenyletere (PBDE-28, -47, -99, -100, -153, -154 og -183), heksabromsyklododekan (HBCD) og tetrabrombisfenol A (TBBP-A). Konsentrasjonene av hver av disse forbindelsene samt sum PBDE₇ i de 25 sushi-produktene er vist i tabell 14.

Resultatene for sum PBDE₇ varierte fra <0,001 µg/kg våtvekt til 0,37 µg/kg våtvekt. Tjue produkter hadde et innhold av sum PBDE₇ som var lavere enn 0,2 µg/kg våtvekt og fem produkter hadde et innhold mellom 0,23 µg/kg våtvekt og 0,37 µg/kg våtvekt. Det høyeste innholdet av sum PBDE₇ ble funnet i en prøve fra East Sushi & Noodles i Trondheim. Den dominerende PBDE-kongenere var PBDE-47 som utgjorde mer enn 50 % av sum PBDE₇.

Innholdet av HBCD og TBBP-A var lavt i alle sushi-produktene. Konsentrasjonen av sum HBCD var lavere enn kvantifiseringsgrensen på 0,2 µg/kg våtvekt for 24 av de 25 sushi-produktene og lik 0,2 µg/kg våtvekt i ett av produktene. Konsentrasjonene av TBBP-A var lavere enn kvantifiseringsgrensen på 1,0 µg/kg våtvekt i alle produktene.

Table 14. Concentrations of the PBDE congeners PBDE-28, -47, -99, -100, -153, -154 and -183, the sum PBDE₇, sum HBCD and TBBP-A (µg/kg wet weight) in 25 sushi products from shops and restaurants in Bergen and Trondheim. The number of products with concentrations above the limit of quantification (LOQ) is given for each compound.

Compound	Concentration range (µg/kg w.w.)	No of products > LOQ
PBDE-28	<0.001 - 0.014	24
PBDE-47	<0.001 - 0.25	24
PBDE-99	<0.001 - 0.034	24
PBDE-100	<0.001 - 0.043	24
PBDE-153	<0.001 - 0.007	21
PBDE-154	<0.001 - 0.020	24
PBDE-183	<0.001 - 0.003	4
Sum PBDE ₇	<0.001 - 0.37	24
Sum HBCD	<0.2 -0.2	1
TBBP-A	<1.0	0

Medisinrester

I dette prosjektet ble 13 produkter, tilfeldig utvalgt blant de 25 ulike sushi-produktene, analysert for kloramfenikol, nitrofuraner (furazolidon, furaltadon, nitrofurantoin og nitrofurazon), malakittgrønt, leuco-malakittgrønt, krystallfiolett, leuco-krystallfiolett og briljantgrønt. Dette er en gruppe forbindelser som EU har klassifisert som ulovlige legemidler for oppdrettsfisk.

Ved bestemmelse av medisinrester som ikke er tillatt i prøven, skal enhver sikker påvisning av forbindelsen rapporteres. For medisinrester benyttes derfor deteksjonsgrense (LOD, laveste mengde analytt som kan detekteres) i stedet for kvantifiseringsgrense (LOQ, laveste mengde analytt som kan kvantifiseres) når resultatene skal rapporteres.

Analyse av de 13 ulike sushi-produktene viste at konsentrasjonen av alle disse forbindelsene var lavere enn deteksjonsgrensene for hver enkelt forbindelse i alle produktene (tabell 15). Det ble således ikke funnet ulovlige medisinrester i noen av produktene.

Table 15. Concentrations of various antibacterial substances ($\mu\text{g}/\text{kg}$ wet weight) in 13 sushi products from shops and restaurants in Bergen and Trondheim. The number of products with concentrations above the limit of detection (LOD) is given for each compound.

Compound	Concentration ($\mu\text{g}/\text{kg}$ w.w.)	No of products > LOD
Chloramphenicol	<0.3	0
Furaltadone	<0.2	0
Furazolidone	<0.2	0
Nitrofurantoin	<0.3	0
Nitrofurazone	<0.3	0
Malachite green	<0.3	0
Leuco-malachite green	<0.3	0
Crystal violet	<0.3	0
Leuco- crystal violet	<0.3	0
Brilliant green	<0.3	0

Konklusjoner

- Termotolerante koliforme bakterier/*E.coli* ble påvist i 18 av 50 undersøkte sushi-prøver. Seks av prøvene hadde verdier høyere enn den øvre grensen for innhold av termotolerante bakterier som er satt i mikrobiologiske retningslinjer for sjømat.
- Enterokokker ble påvist i seks av 50 prøver, men ingen av prøvene hadde verdier over den øvre grensen som er satt for enterokokker i mikrobiologiske retningslinjer for sjømat.
- *Listeria monocytogenes* ble påvist i 10 av 50 undersøkte prøver, men i alle positive prøver var mengden *L. monocytogenes* mindre enn 10 bakterier/g.
- Det ble ikke påvist *Salmonella* i noen av prøvene.
- Det ble ikke påvist parasitter i noen av prøvene.
- Konsentrasjonene av tungmetallene kadmium, kvikksølv og bly i de 25 ulike sushi-produktene var stort sett lave, og ingen av prøvene hadde nivåer av tungmetaller som overskred EUs øvre grenseverdier for disse.
- Nivåene av arsen og tributyltinn (TBT) i prøvene var lave. Den høyeste konsentrasjonen av totalarsen og uorganisk arsen i prøvene var henholdsvis 1,1 mg/kg og 0,015 mg/kg våtvekt. Konsentrasjonen av TBT var lavere enn kvantifiseringsgrensen i alle prøvene. Under analysen for tributyltinn ble det observert at noen av sushi-prøvene inneholdt andre organiske tinnforbindelser enn TBT, men disse ble ikke kvantifisert. En eventuell oppfølging av dette må gjøres i et eget prosjekt.
- Innholdet av organiske miljøgifter i sushi-prøvene var stort sett svært lave. Konsentrasjonen av ulike PAH-forbindelser var lavere enn kvantifiseringsgrensen i de fleste prøvene, og ingen prøver hadde konsentrasjoner av benzo(a)pyren over EUs øvre grenseverdi.
- Konsentrasjonene av en rekke klorerte pesticider, PCB og bromerte flammehemmere lå for svært mange prøver under kvantifiseringsgrensen for de enkelte analyttene, og for alle prøver var konsentrasjonene av disse miljøgiftene lave.
- Innholdet av dioksiner og dioksinlignende PCB var svært lavt i alle prøver, og selv den prøven som hadde høyest konsentrasjon av dioksiner (0,34 ng TE/kg våtvekt for sum dioksin og dioksinlignende PCB) lå langt under EUs øvre grenseverdi på 8,0 ng TE/kg våtvekt.
- Ingen av de 13 sushi-prøvene som ble analysert for medisinerester inneholdt detekterbare mengder av kloramfenikol, nitrofuraner, malakittgrønt, leuco-malakittgrønt, krystallfiolett, leuco-krystallfiolett eller briljantgrønt.

Referanser

- Adams, M.R. and Moss, M.O. (2008). Food microbiology, Guildford, UK, RSC Publishing, ISBN-978-0-85404-284-5.
- Anonymous (2004). Regulation (EC) No 853/2004 of The European Parliament and of the Council of 29 April 2004 laying down specific hygiene rules for food of animal origin.
- Ericsson, H., Eklow, W., Danielson-Tham, M.L., Loncarevic, S., Mentzing, L.O., Unnerstad, H. and Tham, W. (1997). An outbreak of listeriosis suspected to have been caused by rainbow trout. *J. Clin. Microbiol.* 35: 2904-2907.
- Gram, L. (1992). Evaluation of the bacteriological quality of seafood. *Int. J. Food Microbiol.*, 16:25-39.
- Julshamn, K., Maage, A., Norli, S.N. Grobecker, K.H., Jorhem, L. and Fecher, P. (2007) Determination of arsenic, cadmium, mercury and lead by inductively coupled plasma/mass spectrometry in foods after pressure digestion: NMKL Interlaboratory Study. *J. AOAC Int.* 90: 884-856.
- Julshamn, K., Lunestad, B.T., Måge, A. og Borlaug, K. (2008) Fremmedstoffer i prosesserte sjømatprodukter - en rapport om fremmedstoffer og mikrobiologisk status for prosesserte produkter av laks og ørret. Årsrapport 2007 til Mattilsynet, mars 2008.
- Julshamn, K., Lunestad, B.T., Levsen, A., Måge, A. og Borlaug, K. (2008) Fremmedstoffer i prosesserte sjømatprodukter - en rapport om fremmedstoffer, mikrobiologisk og parasitologisk status for 35 prosesserte makrellprodukter. Årsrapport 2006 til Mattilsynet, mars 2007.
- Levsen, A., Lunestad, B.T. and Berland, B.(2008). Parasites in farmed fish and fisheries products, Ch. 17 in Lie (Ed.), *Improving farmed fish quality and safety*, Woodhead Publishing, Cambridge, England, ISBN 978-1-84569-299-5, pp. 428-445.
- Miettinen, M.K., Siitonen, A., Heiskanen, P., Haajanen, H., Bjorkroth, K.J. and Korkeala, H.J. (1999). Molecular epidemiology of an outbreak of febrile gastroenteritis caused by *Listeria monocytogenes* in cold smoked rainbow trout. *J. Clin. Microbiol.* 37: 2358-2360.
- Sloth, J.J., Larsen, E.H. and Julshamn, K. (2005) Survey of inorganic arsenic in seafood and marine certified reference materials by anion-exchange HPLC-ICPMS. *J. Agric. Food Chem.* 53:6011-6018.
- Vitenskapskomiteen for mattrygghet, faggruppe for hygiene og smittestoffer (2006) ”Risikovurdering vedrørende *Listeria monocytogenes* relatert til gravides konsum av sushi.”, februar 2006, www.vkm.no.