



Sluttrapport
2013

Mattilsynets program: Miljøgifter i fisk og
fiskevarer 2012. – Undersøkelse av
fremmedstoffer i kongekrabbe (*Paralithodes
camtschaticus*) og oljer

***Kåre Julshamn, Arne Duinker, Stig
Valdersnes, Bjørn Tore Lunestad og
Amund Måge***

**Nasjonalt institutt for ernærings- og
sjømatforskning (NIFES)**

18.06.2013

FORORD

Denne rapporten beskriver resultater av analyser av dioksiner (PCDD/F) og dioksinlignende PCB (dl-PCB), ikke dioksinlignende-PCB (ndl-PCB, PCB₆), polybromerte flammehemmere (PBDE₇), arsen, kadmium, kvikksølv, bly, perfluorerte alkylstoffer (PFAS) og salmonella i seks fiskeoljer, tre seloljer, en krillolje, samt analyser av klokjøtt av kongekrabbe for arsen, kadmium, kvikksølv, bly, uorganisk arsen, PCDD/F, dl-PCB, PCB₆ og PBDE₇ i kongekrabbe (*Paralithodes camtschaticus*) fanget i Barentshavet i løpet av september og oktober 2012.

Prosjektet ble gjennomført etter en bestilling fra Mattilsynet, Tilsynsavdelingen, Seksjon for fisk og sjømat.

Faglig ansvarlig ved Nasjonalt institutt for ernærings- og sjømatforskning (NIFES) har vært Kåre Julshamn, Stig Valdersnes, og Bjørn Tore Lunestad. Teknisk ansvarlig for prosjektet har vært Anne Margrethe Aase. En rekke båter har vært involvert i prøvetakingen av kongekrabbe, koordinert av Havforskningsinstituttet ved Kjell Nedreaas. Anne Margrethe Aase har stått for innkjøp av de konsumferdige fiskeoljeprøvene, og har også vært ansvarlig for prøveregistrering, prøvesplitting og prøveflyt til de forskjellige laboratoriene. I tillegg har prøvemottak ved Manfred Torsvik, Vidar Fauskanger, Kjersti Pisani og Kari Pettersen stått for homogenisering og frysetørrking av krabbeklørne.

Karstein Heggstad og Jannicke A. Berntsen har vært ansvarlig for bestemmelsene av dioksiner og dioksinlignende PCB. Dagmar Nordgård og Per-Ola Rasmussen har vært ansvarlig for bestemmelsene av PCB₆. Pablo Cortez og Vivian Mui har vært ansvarlig for bestemmelsene av polybromerte difenyletere (PBDE). Kari Breistein Sele, Per-Ola Rasmussen og Pablo Cortez har vært ansvarlig for prøveopparbeidelse for analyse for de organiske miljøgiftene. Per-Ola Rasmussen har vært ansvarlig for bestemmelsene av PFAS. Jorunn Haugsnes, Tonja Lill Eidsvik, Berit Solli, Edel Erdal og Laila Sedal har vært ansvarlig for metallbestemmelsene og Georg Smidt Olsen, Kari Pettersen og Elilta Hagos sto for bestemmelsene av fett. Mikrobiologiske analyser er utført av Tone Galluzzi og Leikny Fjeldstad.

Vi takker alle som har deltatt i gjennomføringen av prosjektet.

INNHOOLD

Forord	2
Oppsummering	5
Summary	6
INNLEDNING	7
Kongekrabbe (<i>Paralithodes camtschaticus</i>).....	7
Formål med prosjektet.....	11
MATERIALER OG METODER	11
Prøveinnsamling og -opparbeiding.....	11
Oljer til humant konsum.....	11
Krabbe	12
Analyser	14
Bestemmelse av Salmonella (NIFES metode nr. 291)	14
Bestemmelse av PBDE, PCB og PCDD, PCDF, non-orto og mono-orto PCB med felles opparbeidelsesmetode (NIFES metode nr. 292).....	15
Bestemmelse av metaller med ICPMS (NIFES metode nr. 197)	16
Bestemmelse av PFAS (NIFES metode nr. 349).....	17
RESULTATER OG KOMMENTARER	18
Oljer til humant konsum.....	18
Salmonella i oljer.....	18
Dioksiner og dioksinlignende PCB i oljer	19
PCB ₆ og PBDE ₇	20
Metaller i oljer	20
Perfluoreerte alkylstoffer i oljer	21
KONGEKRABBE	22
Skalbredde og hel vekt	22
Metaller i kongekrabbe.....	22
Arsen	22

Fremmedstoffer i fisk og fiskevarer 2012

Kadmium	22
Kvikksølv	24
Bly	24
Dioksiner og dioksinlignende PCB i kongekrabbe.....	24
PCB ₆ og PBDE ₇ i kongekrabbe.....	26
Perfluoreerte alkylstoffer i kongekrabbe.....	26
Konklusjoner	27
Referanser	28

OPPSUMMERING

I dette prosjektet ble seks prøver av fiskeoljer, tre prøver av selolje og en prøve av krillolje, kjøpt inn i mars fra forskjellige butikker i Bergensområdet, analysert for *Salmonella*, dioksiner (PCDD), furaner (PCDF) og non-orto- og mono-orto PCB (dioksinlignende PCB, dl-PCB), ikke-dioksinlignende PCB (ndl-PCB, PCB₆), polybromerte flammehemmere (PBDE₇), metaller (arsen, kadmium, kvikksølv og bly) og 18 forbindelser av perfluoreerte alkylstoffer (PFAS). Videre ble det inkludert analyser av klo- og bein kjøtt av kongekrabbe (*Paralithodes camtschaticus*) fra 23 posisjoner i Barentshavet. Det ble tatt ca. 10 krabber fra hver posisjon i perioden september til oktober 2012. Prøvene av kongekrabbe ble analysert for de samme parametrene som oljene, unntatt *Salmonella*.

Alle bestemmelsene ble utført ved NIFES med metoder som er akkreditert i henhold til NS-EN ISO 17025.

Konsentrasjonene av sum PCDD, PCDF og dl-PCB (sum PCDD/F + dl-PCB) i de analyserte oljene varierte fra 0,97 til 1,8 ng TE_{WHO-2005}/kg olje. Det var således ingen av oljene som hadde konsentrasjoner som oversteg EUs maksimums nivå for sum PCDD/F + dl-PCB på 6,0 ng TE_{WHO-2005}/kg olje. Arseninnholdet i krilloljen var betydelig høyere enn alle de andre oljene, og det var overraskende da arsenlipider er antatt å være aktuelle forbindelser i alle marine oljer.

Konsentrasjonene av sum PCDD/F + dl-PCB i kongekrabbe var lave sammenlignet med EUs og Norges øvre grenseverdier på 6,5 ng TE/kg våtvekt. Konsentrasjonene av sum PCB₆ og sum PBDE₇ i kongekrabbe var også lave. Konsentrasjonen av PCB₆ var lave sammenlignet med EUs maksimums grense på 75 µg/kg våtvekt som også gjelder for klokjøtt av krabbe gjeldende fra 2012.

Konsentrasjonene av kadmium, kvikksølv og bly i klo- og leggbeinkjøtt av kongekrabbe var også lave sammenlignet med EUs og Norges maksimums verdier. Konsentrasjonene av PFAS var lavere enn metodens kvantifiseringsgrense i alle prøvene bortsett fra PFOSA som ble funnet i to individprøver.

Det ble ikke påvist *Salmonella* i noen av de til sammen 10 undersøkte oljeprøvene.

SUMMARY

In this project, six samples of fish oil, three samples of seal oil and one sample of krill oil were purchased in different shops in the Bergen area in March 2012 and analyzed for *Salmonella*, dioxins (PCDDs), furans (PCDF) and non-ortho and mono-ortho PCBs (dioxin-like PCBs, dl-PCBs), non dioxin-like PCBs (PCB₆), polybrominated flame retardants (PBDEs), metals (arsenic, cadmium, mercury and lead) and 18 compounds of perfluorinated alky-1 substances (PFAS). Furthermore, samples of claw and leg meat of King crab (*Paralithodes camtschaticus*) were collected from 23 positions in the Barents Sea in the period September and October 2012. Approximately 10 crabs were sampled from each position. Samples of claw meat were analyzed for the same compounds as the oil samples, except for *Salmonella*.

All the determinations were carried out at NIFES using methods accredited according to EN-ISO 17025.

The concentrations of the sum of PCDDs, PCDFs and dl-PCBs (sum PCDD/F + dl-PCB) in the analyzed oils ranged from 0.97 to 1.8 ng TEQ/kg sample. It was thus none of the oils that had concentrations exceeding the upper limit for sum PCDD/F + dl-PCB of 6.0 ng TEQ/kg fat. Total arsenic content in krill oil was higher than found in all the other oils, and this was surprising as arsenolipids should be relevant compounds in all marine oils.

The concentrations of sum PCDD/F + dl-PCB in claw meat of King crab were low compared with the EU's maximum level. The concentrations of sum PCB₆ and sum PBDE₇ in these samples were also low. The concentrations of PCB₆ were low compared to EU's maximum level of 75 µg/kg wet weight, which also applies to claw meat of crab. The concentrations of cadmium, mercury and lead in claw meat of crab were also low compared with the EU's maximum level of these elements in such seafood products. The concentrations of PFCs were lower than the quantification limit of the method for all compounds except PFOSA which was quantified in two individual samples.

There was no detection of *Salmonella* in any of the 10 examined samples of marine oils included in this work.

INNLEDNING

Mattilsynet har i de senere år utført årlige overvåknings- eller kartleggingsprogrammer for dioksiner og dioksinlignende PCB i ulike matvarer. Fra 2002 ble dette en del av et felles overvåkningsprogram i EU/EØS området (Commission Recommendation 705/2004). Norske data var med i grunnlaget for utarbeidelse av nytt regelverk i EU/EØS som inkluderte etablering av maksimumsverdier for sum dioksiner, furaner og dioksinlignende PCB i forskjellige matprodukter (Commission Regulation (EC) No 1881/2006 of 19 December 2006 og FOR 2002-09-27). Fortsatt er datagrunnlaget for dioksiner og dioksinlignende PCB svært begrenset både i Norge og i EU, og det er således viktig at Norge bidrar til å styrke datagrunnlaget, spesielt på sjømatområdet. I tillegg ble det i 2010 etterspurt mer data for PFAS fra EU (Commission Recommendation 161/2010).

I 2012 har det blitt fokusert på fremmedstoffene dioksiner (PCDD), furaner (PCDF) og non-orto- og mono-orto PCB (dioksinlignende PCB, dl-PCB), ikke-dioksinlignende PCB (ndl-PCB, PCB₆), polybromerte flammehemmere (PBDE₇), metallene arsen, kadmium, kvikksølv og bly, i tillegg til perfluorerte alkylstoffer (PFAS) i kongekrabbe. I tillegg er det fortsatt behov for å kartlegge nivået av fremmedstoffer i det brede utvalget av konsumferdige marine oljer som tilbys i forretningene. Dette året er *Salmonella*- bakterier og perfluorerte alkylstoffer (PFAS) også inkludert i oljer.

Kongekrabbe (Paralithodes camtschaticus)

Kongekrabbe, også kjent under navnet kamtsjatkakrabbe og russerkrabbe, er en forholdsvis ny krabbeart i norske farvann (figur 1). Figuren viser krabbens klør og leggbein. Kongekrabben kan bli omkring 10 kg tung og skallet kan måle opptil 25 cm. Med utstrakte klør kan den måle 2 meter på tvers. Den fantes tidligere bare i det nordlige Stillehavet. Kongekrabben ble satt ut i Murmanskfjorden av sovjetiske forskere i perioden 1961-1969 for å øke verdigrunlaget for befolkningen i Murmansk. Siden har den spredd seg øst- og vestover i det sørlige Barentshavet.



Figure 1. King crab (*Paralithodes camtschaticus*). Photo: IMR.

I Norge ble den første kongekrabben tatt i Varangerfjorden i januar 1977, 150 km fra utslippsstedet i Russland. I norske farvann har den i dag sitt hovedutbredelsesområde langs kysten av Øst-Finnmark og Tana, og den ser ut til å spre seg vestover. I 2009 var det et registrert tilfelle av den ved Sotra utenfor Bergen, men denne var trolig satt ut lokalt. Utviklingen har medført store problemer med bifangst av kongekrabbe, særlig i de tradisjonelle garnfiskeriene i nord.

Gjennom Gråsoneavtalen mellom Norge og Russland i 1978 har det vært et generelt forbud mot fangst, men siden 1994 har det vært gjennomført en begrenset forsøksfangst etter krabben. Norge og Russland har da delt totalkvoten mellom seg. I 2000 ble det bestemt å innføre ordinær kommersiell fangst av kongekrabbe fra sesongen høst 2002 / vår 2003. Forskere la fram bestandsvurderinger som viste at det var ca. 500 000 hannkrabber over minstemål i norsk sone, og ca. 1 500 000 i russisk sone. Med en beskatningsgrad på 20 % gav dette kvoter på 100 000 i norsk sone og 300 000 i russisk sone for 2006. Siden kvotene fastsettes på grunnlag av bestanden i norsk og russisk farvann vil det ikke være noe fast forhold mellom norsk og russisk kvote. I det kommersielle kongekrabbefisket i Norge er det kun lov å fiske med teiner. Det norske minstemålet for skjoldlengde på fangstbar kongekrabbe er nå endret fra 137 til 130 mm. Det forventes middels rekruttering til den fangstbare bestanden i norsk sone både i 2011 og 2012. Det frie fisket vest for 26°Ø, som har pågått siden 2005, ser ut til å ha hatt betydelig effekt på spredningshastigheten vestover. Bare små mengder kongekrabber er registrert vest for områdene nærmest opp til denne grensen.

I juni 2008 ble en ny forvaltning av kongekrabbe i norsk sone innført. Denne innebærer en bærekraftig forvaltning av krabben i et avgrenset område i Øst-Finnmark. Utenfor dette

området er det et fritt fiske, med hovedmålsetning om å holde krabbebestanden så liten som mulig (se St. meld. nr. 40 (2006/2007) Forvaltning av kongekrabbe). Det frie fisket til havs i 2009 viste at kongekrabben hadde en begrenset utbredelse utenfor ca 12-14 nautiske mil fra land. Årsaken til dette kan være at bestanden utenfor det kvoteregulerte området blir hardt beskattet, eller at kongekrabben er en såpass ny art her at den enda ikke har etablert noe fast vandrings-/utbredelsesmønster. Når kongekrabben har spredt seg vestover langs Finnmarkskysten har den alltid først etablert seg innerst i de store fjordene før den har blitt vanlig i de ytre delene. Utbredelsen vestover langs kysten har ikke endret seg vesentlig i forhold til 2009, og det er bare fanget noen få kongekrabber vest for Måsøy/Hammerfest – området (www.Miljostatus.no) .

I likhet med andre krabber er kongekrabben særkjønnet. En hunnkrabbe kan ha opptil 450 000 egg som den bærer med seg i ca. 11 måneder. Larvene er pelagiske i de første 40-60 døgn. Kongekrabbe spiser hovedsaklig bunndyr som børstemark, muslinger og sjøstjerner, men den er også åtseleter. Stort sett vil det meste av fastsittende eller sakte bevegelige bunndyr bli funnet i magene til kongekrabben (www.imr.no).

Norsk kvote i 2011/2012 ble satt til 1200 tonn hannkrabber og 50 tonn hunnkrabber. Kongekrabbe er tilgjengelig som kokt, rå og levende fra produsent, i tillegg også som spesialprodukter som paté. Beinene, men spesielt klørne har godt med kjøtt. Produkter av kongekrabbe eksporteres til en rekke land som Sør Korea, Japan og Kina samt en rekke europeiske land.



Figure 2. Distribution area of King crab. Map from www.imr.no

Formål med prosjektet

Formålet med dette prosjektet var å skaffe til veie mer kunnskap om innholdet av spesielt metaller, men også dioksiner og dl-PCB, PCB₆, PBDE og PFAS i et stort utvalg av kongekrabbe fanget i Barentshavet samt analyser av diverse prøver av konsumferdige marine oljer kjøpt i diverse forretninger i Bergensområdet med hensyn på innhold av fremmedstoffer og bakterier i slekten *Salmonella*.

MATERIALER OG METODER

Prøveinnsamling og -oppbeiding

Oljer til humant konsum

Det ble kjøpt seks forskjellige fiskeoljer, tre seloljer og en krillolje, til sammen 10 oljer, i forskjellige forretninger i Bergensområdet. Produktnavn og beskrivelse av de ulike oljene er gitt i tabell 1. Prøvene ble etter mottak hos NIFES gitt en egen kode og ført inn i laboratedatabasen, og informasjon knyttet til hvor og når prøvene var skaffet ble registrert. Prøvene ble lagret på kjølerom inntil de ble fordelt til laboratoriet for molekylærbiologi (bestemmelse av *Salmonella*), laboratoriet for fremmedstoff (bestemmelse av dioksiner og dioksinlignende PCB, ndl-PCB, PBDE og PFAS) og laboratoriet for grunnstoffer (bestemmelse av metaller og fett).

Table 1. Overview of product names of different analyzed marine oils, all purchased in different shops in the Bergen area in March 2012.

J. no. 2012-	Product name	Batch no.
308	Fish oil	BATCHNR.411719
310	Fish oil	ATCHNR.00550161
312	Fish oil	CL2987EX0912
314	Fish oil	BATCH:21402024E321
316	Fish oil	CL2985EX612
313	Fish oil	LOT A2 114803
319	Seal oil	BATCH:438101
320	Seal oil	BATCH: 4553
321	Seal oil	BATCH: 1000766
322	Krill oil	BATCH: 1002425

Krabbe

Krabbene ble prøvetatt i perioden fra 24. april 2012 til 2. november 2012, og størstedelen av prøvene ble tatt i september 2012. Prøvetakingen ble fordelt på 23 lokaliteter i Barentshavet fra 6848N og 3048E til 7105N og 2423E (figur 3, tabell 2). Prøvetakingen ble utført av mange ulike fiskere, i hovedsak ved hjelp av teiner. Ved hver lokalitet skulle det samles inn 10 krabber, men antall krabber fra hver lokalitet varierte fra 2 til 11. Prøvene ble tatt på dybder varierende fra 64 til 366 m.

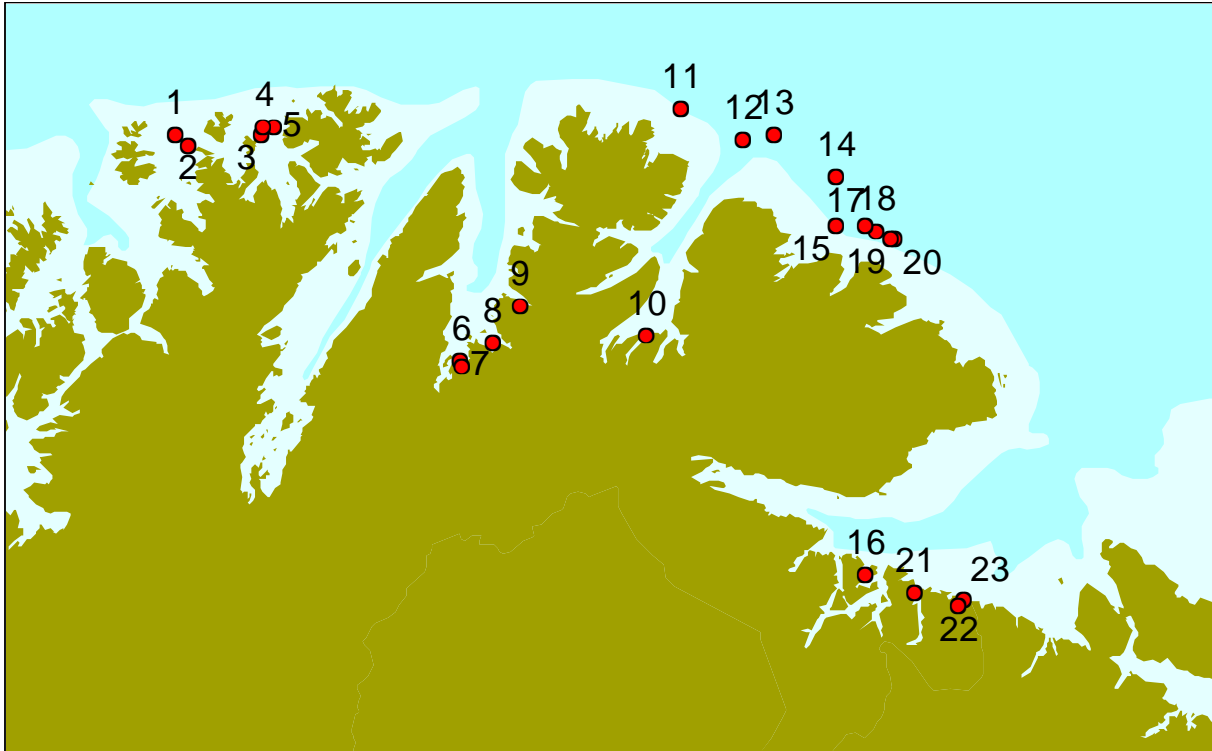


Figure 3. Map of the Barents Sea, showing the different sampling localities numbered from 1 to 23. (more information of the sampling is given in Table 1).

Table 2. Sampling localities with latitude and longitude (dd = degrees, mm = minutes) and sampling date, number of crabs sampled at each site (N) and sampling depth (N.A. = not available).

Loc. no.	J.no.	Number (N)	Sampling date		Depth (m)
			in 2012	Latitude °N Longitude °E	
1	1433	4	17.09	71.1 24.4	202
2	1432	10	17.09	71.0 24.5	168
3	1431	2	13.09	71.1 25.1	213
4	1434	10	13.09	71.1 25.1	221
5	1429	5	13.09	71.1 25.2	217
6	1826	4	11.09	70.5 26.7	175
7	1834	6	11.09	70.4 26.7	N.A.
8	1833	11	11.09	70.5 27.0	N.A.
9	1832	10	11.09	70.6 27.2	181
10	1831	10	21.09	70.5 28.2	163
11	1947	9	21.09	71.1 28.5	N.A.
12	1946	10	19.09	71.1 29.0	N.A.
13	1945	8	18.09	71.1 29.3	246
14	1944	9	17.09	71.0 29.8	307
15	1943	10	17.09	70.8 29.8	299
16	1827	10	05.09	69.9 30.0	176
17	1942	7	16.09	70.8 30.0	227
18	1631	10	18.05	70.8 30.1	366
19	1632	10	24.04	70.8 30.2	335
20	1630	10	02.11	70.8 30.2	366
21	1830	10	05.09	69.8 30.4	81
22	1829	3	04.09	69.8 30.8	156
23	1828	7	04.09	69.8 30.8	64

Klør og leggbein av hver enkelt krabbe ble lagt i en egen plastpose og frosset ned (-20 °C), deretter ble krabbene pakket i isoporkasser sammen med følgeskjema med prøveinformasjon, som inneholdt skallbredde og vekt av krabben, og sendt med posten ”ekspress-over-natt” til NIFES.

Ved NIFES’ prøvemottak ble prøvene registrert med egen kode og ført inn i laboratoriedatasystemet. For hver krabbe ble vekt og skallbredde lagt inn i LIMS. Deretter ble klørne og leggbeinene tint og deretter kokt. Kjøttet fra hver krabbe ble plukket ut av skallet, veid og frysetørket. Tørrstoffinnhold ble bestemt ved å veie hver prøve før og etter frysetørking. Etter frysetørking ble prøvene malt til fint pulver, homogenisert og oppbevart i tett emballasje inntil analyse. Prøvene ble delt i to, en del gikk til

laboratoriet for fremmedstoff til bestemmelse av dioksiner og dl-PCB, ndl-PCB, PBDE og PFAS, og den andre delen til laboratoriet for grunnstoff til bestemmelse av fett og metaller.

Analyser

Følgende analytter ble inkludert i de kjemiske undersøkelsene som inngikk i prosjektet: PCDD, PCDF og dl-PCB (PCDD/F og dl-PCB), ikke-dioksinlignende PCB, bromerte flammehemmere (PBDE), PFAS og metallene arsen, kadmium, kvikksølv, bly. I tillegg ble oljeprøvene analysert for fettinnhold og *Salmonella*. Hver av analysemetodenes prinsipp, status og kvantifiseringsgrense (LOQ) er gitt i tabell 3. Analysemetodene som anvendes er akkreditert i henhold til NS-EN-ISO 17025.

Table 3. Undesirable substances included, analytical methods used, status of the methods used in terms of accreditation, and limits of quantification (LOQ).

Analyte	Method	Status	
		(Accreditation)	LOQ ^{a)}
Arsenic	ICP-MS	Yes	0.01 mg/kg
Cadmium	ICP-MS	Yes	0.005mg/kg
Mercury	ICP-MS	Yes	0.005 mg/kg
Lead	ICP-MS	Yes	0.03 mg/kg
PCDD/PCDF	HRGC/HRMS	Yes	0.008-0.4 pg/g (matriseavhengig)
dl-PCB	HRGC/HRMS	Yes	0.01-0.5 pg/g
PBDE	GC-MS	Yes	30 pg/g
PFAS	LC-MS/MS	Yes	0.3 µg/kg ^{b)} (matrise/analyttavhengig)
Fat	Gravimetry	Yes	10 mg/100 g
<i>Salmonella</i>	ELFA	Yes	^{c)}

a) Based on dry weight. LOQ is matrix dependent for the halogenated organic compounds. b) Based on wet weight. c) The method is qualitative, and results are given as detected/not detected in 25 g of sample material.

Bestemmelse av *Salmonella* (NIFES metode nr. 291)

Påvisning av *Salmonella* - bakterier gjennomføres i flere trinn: innveing av 25 g prøve, preanrikning, anrikning, enzymbundet fluorescens immunoassay (miniVidas) for detektering av *Salmonella*-antigener, selektiv platespredning av positive prøver på Xylose lysin desoxycholatar (XLD),

Briljantgrønt fenolrødtagar (BGA) og , Briljantgrønt fenolrødt sorbitolagar (BGSA), biokjemisk konfirmering og verifisering ved nasjonalt referanselaboratorium (Nasjonalt folkehelseinstitutt eller Veterinærinstituttet, Oslo). Gjeldende metode er kvalitativ og basert på metodestandard fra AFNOR (VIDAS *Salmonella*, Bio-12/16-09/05). Denne AFNOR metoden er i hovedsak lik gjeldende NMKL metode nr. 71, ”*Salmonella*. Påvisning i livsmedel”, men har et ekstra innledende trinn der en raskt kan avgjøre om prøven er negativ eller positiv for *Salmonella*. Dersom prøven er positiv, blir en framgangsmåte som er i samsvar med NMKL 71 fulgt. For prøver av olje tilsettes det 1,5 % steril polysorbat (Tween 80) til preanrikingsbuljongen for dispergering av oljen og dermed frigjøring av lipidassosierte bakterier. Metoden er akkreditert.

Bestemmelse av PBDE, PCB og PCDD, PCDF, non-orto og mono-orto PCB med felles opparbeidelsesmetode (NIFES metode nr. 292)

Prøven ble blandet med hydromatriks og tilsatt internstandard for dioksiner og furaner, PCB og PBDE. Prøvene ble ekstrahert med heksan ved hjelp av Accelerated Solvent Extractor-300 (ASE) eller Pressurized Liquid Extraction (PLE). Fettet ble nedbrutt on-line med svovelsyreimpregnert kiselgel i cellene. Ekstraktet ble videre rensset kromatografisk på kolonner pakket med henholdsvis multilayer silica, alumina og karbon på en Power Prep. Det samlet seg to fraksjoner. Fraksjon 1 inneholdt PBDE, PCB₆ og mono-orto PCB, mens fraksjon 2 inneholdt dioksiner, furaner og non-orto PCB.

Table 4. Results for PCBs reported from the proficiency test (µg/kg) (found value, average value calculated from the organizer (National Institute of Public Health) and z-score).

PCB-congener	Sample	Found (mg/kg)	Calculated (mg/kg)	Z-score
28	Trout	0.15	0.23	-0.85
52	Trout	0.41	0.54	-0.77
101	Trout	2.63	2.64	-0.01
138	Trout	11.9	8.23	+1.37
153	Trout	11.1	9.95	+0.43
180	Trout	4.58	3.77	+0.72

PBDE ble analysert på GC-MS NCI og kvantifisert ved hjelp av intern standard og en fempunkts kalibreringskurve. Metoden kvantifiserer ti ulike kongenere av PBDE, inkludert syv kongenere som summeres til en ”standard sum PBDE₇” (PBDE-28, 47, 99, 100, 153, 154 og 183). I tillegg kvantifiseres PBDE-66, 119, og 138. Kvantifiseringsgrensene er henholdsvis 0,005 og 0,01 µg/kg for de ulike PBDE-kongenene.

PCB₆ ble analysert på GC-MS EI og kvantifisert ved hjelp av intern standard og ettpunkts kalibreringskurve gjennom origo. Metoden kvantifiserer PCB₆ (PCB 28, 52, 101, 138, 153 og 180). Kvantifiseringsgrensen for hver enkelt PCB₆-kongener var 0,03 µg/kg våtvekt.

Dioksiner, furaner og dioksinlignende PCB ble analysert på høyoppløsende GC-MS (HRGC-MS) og kvantifisert ved hjelp av isotopfortynning /intern standard. Toksiske ekvivalent verdier (TEQ), ble beregnet ved å multiplisere konsentrasjonene med kongenernes toksiske ekvivalent faktorer (TEF) fra 2005. Kvantifiseringsgrensen for de ulike kongenerne av dioksiner, furaner, non-orto og mono-orto PCB varierer mellom 0,008 og 0,4 pg/g.

Metoden ble prøvd ved ringtestdeltakelse våren 2012 med ørret som prøvemateriale og Folkehelseinstituttet som ringtestarrangør. Av de 29 kongenerne viste alle en tilfredsstillende z-score ($-2 < z < 2$), unntatt PCB-189, som hadde en z-score på 2,2. Tilsvarende gode ringtestresultater ble også oppnådd for PCB₆ (tabell 4).

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

Det ble veid inn to paralleller fra hvert 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 plasmamassespektrometer (ICPMS). Det ble anvendt kvantitativ ICPMS med ekstern kalibrering til bestemmelse av arsen, kadmium, kvikksølv og bly. Rodium ble anvendt som intern standard for å korrigere for eventuell drift i instrumentet, og gull ble tilsatt for å stabilisere kvikksølvsignalene. Riktighet og presisjon for metallbestemmelsene ble utført ved å analysere det sertifiserte referansematerialet (CRM) Tort-2 (hepatopankreas av hummer; National Research Council, Canada). Metoden er akkreditert for arsen, kadmium, kvikksølv og bly. Kvantifiseringsgrensen beregnet på tørr prøve for hvert av disse grunnstoffene er vist i tabell 3.

Table 5. Concentration of arsenic, cadmium, mercury and lead (means ± SD) in Certified Reference Materials (Tort-2, National Council of Canada) carried out in 2010.

Analyte	Number (N)	Mean (mg/kg)	SD (mg/kg)	RSD (%)	Certified value (mg/kg) ^{a)}
Arsenic	12	22.4	2.2	10	21.6±1.8
Cadmium	12	27.1	2.7	10	26.7±0.6
Mercury	12	0.28	0.03	11	0.27±0.06
Lead	12	0.33	0.04	12	0.35±0.13

^{a)} Mean and 95% uncertainty

Table 6. Proficiency test (PT) results for mercury, arsenic, cadmium and lead from Quasimeme and Fapas, found value and true value calculated from the organizer and z-score (satisfactory trueness was set on a z-scores of >-2 and z-score <+2).

PT-organizer	Year	Test	Sample	Analyte	Found (mg kg ⁻¹)	True value (mg kg ⁻¹)	Z-score
Quasimeme	2010	QTM086BT	Fish liver	Mercury	0.070	0.069	+0.09
			Fish liver	Arsenic	12.0	9.2	+3.8
			Fish liver	Cadmium	0.030	0.027	+0.99
			Fish liver	Lead	0.020	0.019	+0.29
Fapas	2011	PT-0716	Canned crab meat	Mercury	0.083	0.098	-0.70
				Arsenic	14.5	12.0	+1.89
				Cadmium	0.0054	0.0056	-0.35
				lead	0.079	0.090	-0.57

Gjennomsnitt av analyserte verdier og relativ standardavvik, samt de sertifiserte referanseverdiene for hummer hepatopankreas (Tort-2, n=5) er vist i tabell 5. Alle de kvantifiserte grunnstoffene viste resultater der verdiene lå innenfor de akseptable konsentrasjonsområdene for CRM. Riktighet for henholdsvis arsen, kadmium, kvikksølv og bly er også dokumentert ved deltagelse i ringtester arrangert av Quasimeme og Fapas i 2010 og 2011 (tabell 6). Resultatene gitt som z-score er alle innenfor ± 2 , unntatt for As i fiskelever. Z-score mellom minus 2 og pluss 2 regnes som godkjente resultater.

For disse fire grunnstoffene synes både systematiske feil og tilfeldige feil å være under kontroll.

Bestemmelse av PFAS (NIFES metode nr. 349)

Innveid krabbeprøve (1 g) ble tilsatt internstandardløsning og ekstrahert med metanol i ultralydbad. Etter sentrifugering ble prøven filtrert og vann tilsatt før opprensing med ASPEC. Oljeprøver (0,2 g) ble spiket med internstandardløsning og tilsatt vann før opprensing på ASPEC. Ekstraktet fra ASPEC ble renset videre ved filtrering gjennom 3K ultrafilter. Prøvene ble til slutt analysert på LC-MS/MS i ESI negativ modus og kvantifisert ved hjelp av intern standard og syv punkts standard kurve. Metoden kvantifiserer følgende 18 PFAS; PFBS, PFHxS, PFOS, PFDS, PFOSA, PFBA, PFPeA, PFHxA, PFHpA, PFOA, PFNA, PFDA, PFUdA, PFDODA, PFTTrDA, PFTeA, PFHxDA, PFODA.

Kvantifiseringsgrensene i fiskemuskel varierer mellom 0,3-1,5 µg/kg for de fleste analytter (unntatt PFHxDA og PFODA). I olje varierer kvantifiseringsgrensene mellom 0,9-4,5 µg/kg (unntatt PFHxDA og PFODA).

Metoden ble prøvd ved ringtestdeltakelse i 2009 med fisk som prøvemateriale og Quasimeme som ringtestarrangør. Endelige resultater fra ringtesten er gitt i tabell 7 og NIFES' resultater for analytter med kvantifiserbart innhold hadde en z-score $<|1|$ som er godkjent.

Table 7. Proficiency test (PT) results for PFAS from Quasimeme, found value and true value calculated from the organizer and z-score (satisfactory trueness was set on a z-scores of >-2 and z-score $<+2$).

PFAS	Sample	Found ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	Calculated ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	Z-score
PFHpA	Pike perch	0.8	1.28*	-0.3
PFOA	Pike perch	0.3	0.38	-0.01
PFNA	Pike perch	0.8	0.52	0.17
PFDA	Pike perch	3.1	2.62	0.09
PFUdA	Pike perch	1.8	1.43	0.33
PFDoDA	Pike perch	0.3	0.27	0.02
PFTTrDA	Pike perch	0.3	0.73*	-0.11
PFOS	Pike perch	85	65.4	0.79
PFOSA	Pike perch	1.6	1.44	0.16

* Average of the reported values

RESULTATER OG KOMMENTARER

Oljer til humant konsum

Salmonella i oljer

Selv om *Salmonella* – bakterier har tarmen hos varmblodige dyr, inkludert mennesket, som sitt naturlige reservoar, har bakterier i denne slekten vist evne til å overleve og også vokse utenfor tamen når forholdene ligger til rette for det. Når det gjelder overlevelse av *Salmonella*- bakterier, ser den ut til å øke betraktelig ved økende fettinnhold og lavere innhold av tilgjengelig vann (vannaktivitet, A_w) i mediet der bakterien finnes (Grau, 1989). Det er blant annet vist at serovarianten *Salmonella* Agona, som er en av de vanligst forekommende i marine oljer, overlever flere måneder i en blanding av brisling- og tobisolje (Lunestad et al., 2007; Lunestad og Borlaug, 2009). Dette viser at *Salmonella*-kontaminert olje kan representere et spesielt smitteproblem, som bør overvåkes. Dette er særlig viktig siden infeksjonsdosen for *Salmonella*-bakterier er lavere når bakterien finnes i olje. Dette har sammenheng med at lipidassosierte bakterier blir beskyttet mot effekten av magesyre, og dermed bedre overlever passasjen over i tarmsystemet der en infeksjon kan finne sted.

Det ble ikke påvist *Salmonella* i noen av de 10 prøvene av oljer til humant konsum som inngikk i dette arbeidet.

Dioksiner og dioksinlignende PCB i oljer

Tabell 8 viser konsentrasjonene av sum PCDD, sum PCDF, sum non-orto PCB og sum mono-orto PCB samt sum PCDD/F og sum dl-PCB, i tillegg til sum PCDD/F + dl-PCB i 10 forskjellige produkter av fiske-, sel- og krilloljer til humant konsum. Innholdet av sum PCDD/F varierte fra 0,67 til 1,52 ng TE/kg olje og ingen av prøvene hadde konsentrasjoner som oversteg EUs maksimums grense på 1,75 ng TE/kg olje, selv om krilloljen dette året var nær EUs maksimums grense. Innholdet av sum PCDD/F + dl-PCB i de analyserte oljene varierte fra 0,97 til 1,76 ng TE/kg olje. Det var ingen produkter dette året som hadde et innhold over 6,0 ng TE/kg olje som er den maksimums grensen som er gitt av EU for sum PCDD/F + dl-PCB i oljer til humant konsum med TEF 2005. Krillolje hadde det høyeste innholdet av både sum PCDD/F og sum PCDD/F+dl-PCB (Tabell 8). Tidligere undersøkelser har også vist at krillolje har en noe høyere konsentrasjon av sum PCDD/F og dl-PCB enn fiskeoljer og seloljer (Måge et al., 2012, Julshamn et al. 2011).

Table 8. Content of dioxins (PCDD), furans (PCDF), non-ortho PCBs, mono-ortho PCBs, sum of dl-PCBs as well as sum of PCDD/F + dl-PCB (ng WHO-TEQ/kg oil, using TEF-2005; upper bound LOQ) in oil samples for human consumption purchased in different shops in the Bergen area in March 2012.

Product	PCDD	PCDF	Sum	Non-ortho	Mono-ortho	Sum	Sum PCDD/F +
			PCDD/F	PCB	PCB	dl-PCB	dl-PCB
----- ng TEQ/kg -----							
Fish oil (308)	0.55	0.12	0.67	0.27	0.03	0.30	0.97
Fish oil (310)	0.62	0.52	1.14	0.54	0.02	0.56	1.70
Fish oil (312)	0.53	0.52	1.05	0.31	0.03	0.34	1.39
Fish oil (314)	0.98	0.38	1.36	0.18	0.03	0.21	1.57
Fish oil (316)	0.44	0.30	0.74	0.20	0.03	0.23	0.97
Fish oil (313)	0.47	0.43	0.90	0.21	0.03	0.24	1.14
Seal oil (319)	0.45	0.26	0.71	0.24	0.07	0.31	1.02
Seal oil (320)	0.44	0.35	0.79	0.22	0.07	0.29	1.08
Seal oil (321)	0.44	0.35	0.79	0.25	0.18	0.43	1.23
Krill oil (322)	1.20	0.32	1.52	0.22	0.02	0.24	1.76
EU maximum level			1.75				6.0

PCB₆ og PBDE₇

Innholdet av sum PCB₆ (PCB-28, 52, 101, 138, 153 og 180) i de 10 forskjellige produktene av marine oljer til humant konsum er vist i tabell 9. Innholdet av sum PCB₆ varierte fra 1,1 til 69 µg/kg prøve. Det var ingen av oljene som hadde en konsentrasjon av sum PCB₆ som over steg 200 µg/kg olje som er EUs maksimums nivå for sum PCB₆ i oljer til humant konsum. Den høyeste konsentrasjonen av sum PCB₆ ble funnet i en selolje. Tilsvarende resultater ble også funnet i fjorårets undersøkelse (Maage et al., 2012).

Innholdet av sum PBDE₇ i de 10 oljene varierte fra 0 til 11 µg/kg prøve. Null µg/kg prøve fremkommer ved at alle PBDE kongenerne er mindre enn LOQ, og alle verdier som er mindre enn LOQ settes lik null. For PBDE er det seloljene som har de høyeste konsentrasjonene. Dette er en bekreftelse på tidligere resultater for PBDE i marine oljer (Maage et al., 2012, Julshamn et al. 2011). Det er foreløpig ikke satt maksimums nivåer for PBDE i marine oljer av EU.

Table 9. Contents of fat, sum PCB₆ (PCB-28, 52, 101, 138, 153 og 180) and sum PBDE₇ (PBDE-28, 47, 99, 100, 153, 154 og 183) in oil samples for human consumption purchased in different shops in the Bergen area in March 2012.

Product	PCB ₆ (µg/kg)	PBDE ₇ (µg/kg)
Fish oil (308)	5.8	3.2
Fish oil (310)	3.4	0.97
Fish oil (312)	5.9	0.4
Fish oil (314)	1.6	0 ^{a)}
Fish oil (316)	3.3	0.5
Fish oil (313)	2.5	0.1
Seal oil (319)	27	5.5
Seal oil (320)	25	6.0
Seal oil (321)	69	11
Krill oil (322)	1.1	0 ^{a)}
EU maximum level	200	

^{a)} Lower bound LOQ (concentration of all congeners less than LOQ is given the value zero)

Metaller i oljer

Konsentrasjonene av grunnstoffene arsen, kadmium, kvikksølv og bly i ulike marine oljer til humant konsum er gitt i tabell 10. Det var bare arsen som forekom i konsentrasjoner over

kvantifiseringsgrensen. Konsentrasjonene av arsen varierte fra mindre enn 0,01 (LOQ) til 5,2 mg/kg prøve. Den høyeste konsentrasjonen ble funnet i prøven av krillolje med en konsentrasjon på 5,2 mg/kg prøve. Arsen i oljer foreligger mest sannsynlig som arsenlipider (Schmeisser et al., 2005). Tilsvarende konsentrasjoner av arsen i krillolje ble også funnet i tidligere undersøkelser (Maage et al., 2012, Julshamn et al., 2011, Julshamn et al., 2010). Konsentrasjonene av kadmium, kvikksølv og bly var alle mindre enn LOQ for de respektive stoffene (dvs 0,003 mg/kg prøve for kadmium og kvikksølv og 0,02 mg/kg prøve for bly). De lave nivåene for kadmium, kvikksølv og bly er i samsvar med tidligere funn (Maage et al., 2012, Julshamn et al., 2011, Julshamn et al., 2010).

Table 10. Content of arsenic, cadmium, mercury and lead in samples of oil for human consumption purchased in different shops in the Bergen area in March 2012.

Produkt Product	Arsenic (mg/kg)	Cadmium (mg/kg)	Mercury (mg/kg)	Lead (mg/kg)
Fish oil (308)	<0.01	<0.003	<0.003	<0.02
Fish oil (310)	<0.01	<0.003	<0.003	<0.02
Fish oil (312)	<0.01	<0.003	<0.003	<0.02
Fish oil (314)	<0.01	<0.003	<0.003	<0.02
Fish oil (316)	<0.01	<0.003	<0.003	<0.02
Fish oil (313)	0.014	<0.003	<0.003	<0.02
Seal oil (319)	<0.01	<0.003	<0.003	<0.02
Seal oil (320)	<0.01	<0.003	<0.003	<0.02
Seal oil (321)	<0.01	<0.003	<0.003	<0.02
Krill oil (322)	5.2	<0.003	<0.003	<0.02

Perfluorerte alkylstoffer i oljer

Det var ikke kvantifiserbare utslag for noen PFAS forbindelser i de 10 undersøkte prøvene (Tabell 11). Dette stemmer bra med tidligere studier som har vist at PFAS ikke samles opp i fettet i motsetning til for eksempel dioksiner, PCB og PBDE.

Table 11: Content of PFCs (µg/kg) in samples of oil for human consumption purchased in different shops in the Bergen area in 2010. Products, see table 1.

Produkt Product	PFBS	PFHxS	PFOS	PFDS	PFOSA	PFBA	PFPeA	PFHxA	PFHpA	PFOA	PFNA	PFDA	PFUdA	PFDoDA	PFTTrDA	PFTTeDA	PFHxDA	PFODA
All products	<4.5	<0.9	<1.5	<0.9	<2.7	<3	<3	<1.5	<3	<1.8	<1.5	<0.9	<1.5	<2.4	<2.4	<2.4	<24	<24

KONGEKRABBE

Skalbredde og hel vekt

Skalbredde og rund vekt ble målt for hver krabbe. Krabbene som ble prøvetatt varierte i gjennomsnittlig skalbredde for hele materialet fra 9 til 19 cm, med et gjennomsnitt på 14 cm (tabell 12). Stasjonsvis gjennomsnittsvekt av hel krabbe varierte fra 1,0 til 2,1 kg. Enkeltindividene for hele materialet varierte i vekt fra 0,3 til 4,1 kg. De største krabbene ble fanget i posisjon 70.95 N og 29.75 E (posisjon 14), med gjennomsnitts skalbredde på 14 cm og gjennomsnitts vekt på 2,4 kg, mens krabbene fra posisjon 69,78 °N og 30,75 °E (posisjon 20) hadde minst skalbredde med et gjennomsnitt på 12,7 cm og gjennomsnitts hel vekt på 0,31 kg.

Metaller i kongekrabbe

Konsentrasjonene av grunnstoffene arsen, kadmium, kvikksølv og bly i kjøtt fra klør og leggbein fra kongekrabbe er gitt i tabell 12.

Arsen

Konsentrasjonene av arsen varierte for hele materialet fra 3 til 25 mg/kg våtvekt med et gjennomsnitt på 10 mg/kg våtvekt. De høyeste gjennomsnittsverdier for posisjoner ble funnet i krabber fangstet lengst vest. Arseninnholdet i kongekrabbe er noe lavere enn det som ble funnet i taskekrabbe fangstet langs norskekysten i 2011. I taskekrabbe ble det funnet en variasjon av arsen fra 4 til 50 mg/kg våtvekt med et gjennomsnitt på 19 mg/kg våtvekt (Julshamn et al., 2012). Konsentrasjonen av uorganisk arsen i kongekrabbe varierte fra 1 til 90 µg/kg våtvekt, med et gjennomsnitt for hele materialet på 23 µg/kg våtvekt. Resultatene viste ingen sammenheng mellom konsentrasjonene av total arsen og uorganisk arsen i klo- og leggbeinkjøtt av kongekrabbe. EU har foreløpig ikke satt maksimums grenser verken for total arsen eller uorganisk arsen i noen matvarer og heller ikke i sjømat.

Kadmium

Konsentrasjonene av kadmium varierte for hele materialet fra 0,001 og 0,26 mg/kg våtvekt (tabell 12), med et gjennomsnitt på 0,02 mg/kg våtvekt. De høyeste gjennomsnittsverdiene av kadmium fra enkelt

posisjoner ble funnet for posisjoner lengst vest, posisjonene 3 og 5 med gjennomsnittsverdier på henholdsvis 0,16 og 0,13 mg/kg våtvekt, mens krabbe fangstet lenger øst hadde betydelig lavere kadmiuminnhold. Det var ingen enkelt krabber som hadde kadmiumverdier som oversteg EUs maksimums grense på 0,5 mg/kg våtvekt.

Table 12. Content of arsenic, inorganic arsenic, cadmium, mercury and lead (mg/kg wet weight) in claw and leg meat of King crab sampled at 23 different positions (see Figure 1) in the Barents Sea from 2012. (N.A. = not available).

Position	Width (cm)	Weight (kg)	Arsenic (mg/kg ww)	Inorganic As (µg/kg ww) (N=100)	Cadmium (mg/kg ww)	Mercury (mg/kg ww)	Lead (mg/kg ww)
1	16 (13-18)	2.1 (1.4-3.0)	15 (12-17)	25(4-30)	0.08(0.004-0.15)	0.04(0.02-0.06)	<0.01
2	14 (11-19)	1.6 (0.7-3.4)	13 (7-20)	31(9-90)	0.04(0.009-0.048)	0.04(0.02-0.05)	<0.01
3	12 (10-15)	1.1 (0.5-1.7)	21 (10-22)	33(5-60)	0.16(0.05-0.26)	0.05(0.03-0.07)	<0.01
4	15 (13-18)	1.7 (1.3-2.5)	17 (11-21)	14(6-40)	0.06(0.003-0.17)	0.03(0.02-0.05)	<0.01
5	15 (13-18)	1.8 (1.4-3.1)	17 (13-20)	17(4-30)	0.13(0.06-0.21)	0.06(0.03-0.08)	<0.01
6	11 (10-13)	1.2 (0.8-2.0)	13 (5-22)	21(16-30)	0.007(0.004-0.010)	0.05(0.03-0.11)	<0.01
7	14 (12-17)	2.4 (1.3-4.1)	11 (7-15)		0.008(0.005-0.011)	0.03(0.02-0.05)	<0.01
8	13 (9-14)	1.7 (0.7-2.4)	8 (6-10)	19(7-40)	0.005(0.002-0.013)	0.04(0.03-0.05)	<0.01
9	13 (10-16)	1.8 (0.7-3.6)	7 (4-10)	33(6-70)	0.006(0.003-0.013)	0.04(0.03-0.0)	<0.01
10	13 (11-17)	1.8 (1.0-4.1)	12 (5-20)		0.008(0.003-0.018)	0.03(0.02-0.05)	<0.01
11	14 (11-16)	N.A.	9 (4-16)		0.020(0.004-0.088)	0.08(0.05-0.14)	<0.01
12	13 (11-16)	N.A.	9 (5-14)		0.007(0.005-0.014)	0.05(0.03-0.07)	<0.01
13	14 (12-16)	N.A.	8 (3-13)		0.007(0.005-0.015)	0.04(0.03-0.09)	<0.01
14	14 (13-18)	N.A.	6 (4-9)		0.010(0.005-0.019)	0.04(0.02-0.08)	<0.01
15	13 (11-16)	N.A.	8 (3-11)		0.007(0.003-0.014)	0.04(0.03-0.09)	<0.01
16	13 (11-15)	1.7 (1.0-3.0)	8 (5-10)	23(11-40)	0.014(0.004-0.038)	0.03(0.02-0.05)	<0.01
17	13 (10-16)	N.A.	7 (5-14)	22(6-50)	0.008(0.005-0.015)	0.04(0.02-0.08)	<0.01
18	14 (10-16)	1.5 (0.5-2.1)	10 (5-14)	20(3-60)	0.013(0.001-0.022)	0.04(0.0-0.05)	<0.01
19	14 (12-17)	1.6 (1.1-2.2)	12 (7-18)	17(6-30)	0.011(0.009-0.013)	0.03(0.02-0.03)	<0.01
20	14 (11-16)	1.5 (0.7-2.0)	11 (7-18)	22(1-60)	0.011(0.006-0.012)	0.04(0.02-0.06)	<0.01
21	12 (10-16)	1.6 (0.5-2.7)	10 (7-25)	31(10-60)	0.015(0.009-0.036)	0.04(0.02-0.06)	<0.01
22	14 (13-15)	1.7 (1.5-1.9)	10 (7-13)		0.030(0.008-0.070)	0.04(0.02-0.05)	<0.01
23	13 (10-15)	1.0 (0.3-3.2)	8 (1-10)		0.005(<0.001-0.007)	0.03(0.01-0.07)	<0.01

Position	Width (cm)	Weight (kg)	Arsenic (mg/kg ww)	Inorganic As (µg/kg ww) (N=100)	Cadmium (mg/kg ww)	Mercury (mg/kg ww)	Lead (mg/kg ww)
Total	14(9-19)	1.7 (0.3-4.1)	10(3-25)	23(3-90)	0.02 (0.001-0.26)	0.04 (0.01-0.14)	<0.01

Til sammenligning har en tidligere undersøkelse vist at kadmiumkonsentrasjonen i klokjøtt av taskekrabbe varierte fra 0,004 til 3,7 mg/kg våtvekt, med et gjennomsnitt på 0,25 mg/kg våtvekt (Julshamn et al, 2012).

Kvikksølv

Gjennomsnittsinholdet av kvikksølv i alle prøvene var 0,04 mg/kg våtvekt, med en variasjon fra 0,01 til 0,14 mg/kg våtvekt. Ingen av prøvene hadde et kvikksølvinnhold som oversteg EUs maksimums grense for kvikksølv i klokjøtt på 0,5 mg/kg våtvekt. Gjennomsnittsverdiene av kvikksølv fra de enkelte lokalitetene varierte fra 0,03 til 0,08 mg/kg våtvekt. Den lokaliteten med høyest kvikksølvinnhold (0,08 mg/kg våtvekt) ble funnet lengst øst (posisjon 23). Kvikksølvinnholdet i klokjøtt fra taskekrabbe viste et noe høyere innhold med et gjennomsnitt på 0,095 mg/kg våtvekt, med en variasjon fra 0,021 til 0,40 mg/kg våtvekt (Julshamn et al., 2012). Heller ikke klokjøtt av taskekrabbe viste kvikksølvverdier som oversteg EUs maksimums grense på 0,5 mg/kg våtvekt. Det kan virke som om kvikksølv anrikes lettere i taskekrabbe enn i kongekrabbe selv om vekstområdene er forskjellige.

Bly

Innholdet av bly i alle prøvene var lavere enn LOQ på 0,01 mg/kg våtvekt (tabell 12).

Dioksiner og dioksinlignende PCB i kongekrabbe

Tabell 13 viser konsentrasjonene av sum PCDD, sum PCDF, sum non-orto PCB og sum mono-orto PCB, samt sum PCDD/F og sum PCDD/F + dl-PCB i klør og leggbein av kongekrabbe fra 23 forskjellige posisjoner i Barentshavet (figur 1, tabell 1). Krabbeklør og kjøtt fra leggbein er et magert produkt og således er innholdet av disse organiske miljøgiftene lave. Innholdet av sum PCDD/F varierte fra 0,05 til 0,35 ng TE/kg våtvekt, og ingen av prøvene hadde konsentrasjoner som oversteg EUs maksimums grense på 3,5 ng TE/kg våtvekt. Innholdet av sum PCDD/F og dl-PCB i de

analyserte prøvene varierte fra 0,07 til 0,38 ng TE/kg våtvekt, og ingen av prøvene hadde et innhold over 6,5 ng TE/kg våtvekt som er maksimums grensen som gjelder i EU og Norge for sum PCDD/F og dl-PCB i fisk til humant konsum. Den høyeste gjennomsnitts konsentrasjonen av sum PCDD/F og dl-PCB i krabbe fra en posisjon ble funnet i krabber fra posisjon 19 (figur 1), og her var det sum PCDD som bidro mest til total TE med en andel på nærmere 75 %. Den laveste konsentrasjonen ble funnet i krabber fra posisjon 23, med et gjennomsnitt av sum PCDD/F og dl-PCB på 0,10 ng TE/kg våtvekt.

Table 13. Content of dioxins (PCDD), furans (PCDF), non-ortho PCBs and mono-ortho PCBs as well as sum PCDD/F and sum PCDD/F and dl-PCB (ng WHO-TEQ/kg oil, using TEF, 2005; upper bound LOQ) in claw and leg meat of King crab sampled at 23 different positions in the Barents Sea from 2012.

Position	PCDD	PCDF	ng TEQ/kg				Sum PCDD/F + dl-PCB
			Sum PCDD/F	Non-ortho PCB	Mono-ortho PCB	Sum	
6	0.09(0.03-0.11)	0.02(0.02-0.03)	0.11(0.08-0.14)	0.03(0.02-0.04)	0.003(0.002-0.003)	0.03(0.02-0.05)	0.15(0.11-0.18)
16	0.07(0.04-0.08)	0.02(0.01-0.03)	0.09(0.05-0.12)	0.04(0.01-0.06)	0.004(0.002-0.008)	0.05(0.01-0.07)	0.13(0.11-0.17)
18	0.07(0.04-0.11)	0.02(0.02-0.03)	0.11(0.08-0.14)	0.03(0.02-0.04)	0.003(0.002-0.003)	0.03(0.02-0.05)	0.15(0.11-0.18)
19	0.19(0.06-0.31)	0.03(0.02-0.04)	0.20(0.08-0.35)	0.05(0.02-0.06)	0.004(0.002-0.006)	0.05(0.03-0.07)	0.25(0.14-0.38)
22	0.07(0.02-0.12)	0.04(0.03-0.04)	0.11(0.10-0.13)	0.05(0.03-0.06)	0.004(0.003-0.004)	0.05(0.04-0.07)	0.16(0.15-0.18)
23	0.08(0.06-0.08)	0.02(0.01-0.02)	0.08(0.06-0.11)	0.03(0.01-0.05)	0.003(0.002-0.004)	0.03(0.01-0.05)	0.10(0.07-0.13)
Total	0.08(0.02-0.31)	0.02(0.01-0.04)	0.10(0.05-0.35)	0.04(0.01-0.06)	0.003(0.002-0.008)	0.04(0.01-0.10)	0.14(0.07-0.38)
EU maximum level			3.5				6.5

PCB₆ og PBDE₇ i kongekrabbe

Innholdet av sum PCB₆ (PCB-28, 52, 101, 138, 153 og 180) i klør og leggbein av 34 krabber er gitt i tabell 14. Innholdet av sum PCB₆ varierte fra 0,08 til 0,61 µg/kg våtvekt mellom stasjonene med et gjennomsnitt for alle analyserte prøver på 0,25 µg/kg våtvekt. Det var heller ingen enkeltprøver som hadde konsentrasjoner av PCB₆ som oversteg EUs maksimumsgrense på 75 µg/kg våtvekt for den type sjømatprodukt til humant konsum.

Table 14. Content of sum PCB₆ (PCB-28, 52, 101, 138, 153, og 180) and sum PBDE₇ (PBDE-28, 47, 99, 100, 153, 154 og 183) in samples of king crab collected in the Barents Sea from 2012.

Position	PCB ₆ (µg/kg ww)	PBDE ₇ (µg/kg ww)
6	0.34 (0.20-0.57)	0.004 (0 ^a)-0.007)
16	0.26 (0.14-0.61)	0.003 (0 ^a)-0.010)
18	0.24 (0.19-0.55)	0.009 (0.005-0.020)
19	0.32 (0.21-0.38)	0.015 (0.005-0.020)
22	0.21 (0.19-0.23)	0.006 (0 ^a)-0.010)
23	0.17 (0.08-0.35)	0.007 (0 ^a)-0.010)
Total	0.25 (0.08-0.61)	0.005 (0-0.020)
EU maximum level	75	

^a) Lower bound LOQ is used for PBDE. 0 means that concentrations of all congeners are less than LOQ.

Dette er de samme to produktene som hadde de høyeste konsentrasjonene av sum PCDD/F og dl-PCB. Den dominerende kongeneren i alle prøvene var PCB-153, og summen av denne utgjorde mer enn 50 % av sum PCB₆.

Innholdet av bromerte flammehemmere (PBDE) er også vist i tabell 14. Nivåene er lave og for de fleste kongenerne lavere enn LOQ.

Perfluorerte alkylstoffer i kongekrabbe

Av de undersøkte prøvene var det bare to enkeltprøver som hadde kvantifiserbart innhold av PFOSA (Tabell 15). For alle andre prøver og analytter var det ikke kvantifiserbart innhold av noen PFAS.

Table 15. Content of PFCs ($\mu\text{g}/\text{kg}$ wet weight) in samples of king crab collected in the Barents Sea from September and October 2012

Produkt Product	PFBS	PFHxS	PFOS	PFDS	PFOSA	PFBA	PFPeA	PFHxA	PFHpA	PFOA	PFNA	PFDA	PFUdA	PFDoDA	PFTTrDA	PFTeDA	PFHxDA	PFODA
10	<3	<0.6	<0.6	<0.6	1.6*	<2.1	<2.1	<0.6	<1.2	<0.6	<0.6	<0.6	<0.9	<0.6	<0.9	<0.6	<24	<24
11	<3	<0.6	<0.6	<0.6	1.6*	<2.1	<2.1	<0.6	<1.2	<0.6	<0.6	<0.6	<0.9	<0.6	<0.9	<0.6	<24	<24
All other products	<3	<0.6	<0.6	<0.6	<1.5	<2.1	<2.1	<0.6	<1.2	<0.6	<0.6	<0.6	<0.9	<0.6	<0.9	<0.6	<24	<24

* One individual sample

KONKLUSJONER

Ingen av de oljene som ble inkludert i denne undersøkelsen hadde et innhold av sum PCDD/F som overskred EUs maksimums nivå på 1,75 ngTE/kg fett, og det var heller ingen oljer som hadde et innhold av sum PCDD/F og dl-PCB som overskred EUs maksimums grense på 6 ng TE/kg fett. Det ble ikke påvist noen PFAS forbindelser i oljeprøvene, og *Salmonella* ble heller ikke påvist i noen av oljeprøvene.

Konsentrasjonene av metaller, sum PCB₆, sum PBDE₇, og sum PCDD, PCDF og dl-PCB i prøver av klør og leggbein av kongekrabbe var lave sammenlignet med de øvre grenseverdiene som er gitt av EU der slike finnes. Det ble funnet kvantifiserbart innhold av PFOSA i to prøver av kongekrabbe, ellers ble det ikke funnet kvantifiserbare mengder av noen PFAS i prøvene.

REFERANSER

- 2004/705: Commission Recommendation of 11 October 2004 on the monitoring of background levels of dioxins and dioxin-like PCBs in foodstuffs (notified under document number C(2004) 3462) L 321, side 45–52.
- 2010/161: Commission Recommendation of 17 March 2010 on the monitoring of perfluoroalkylated substances in food L 68, side 22–23.
- Commission Regulation (EC) No 1881/2006 of 19 December 2006 setting maximum levels for certain contaminants in foodstuffs [cons. leg] L 364, side 5–24
- FOR 2002-09-27 nr 1028: Forskrift om visse forurensende stoffer i næringsmidler.
- Grau, F.H. (1989). *Salmonella*: Physiology, pathogenicity and control. In *Foodborne microorganisms of public health significance*. Edited by Buscle KA. Alexandria, Australia; Australian Institute of Food Science and Technology.
- Julshamn, K. og Frantzen, S. (2010) Miljøgifter i fisk og fiskevarer - En rapport om dioksiner og dioksinlignende PCB, polybromerte flammehemmere og tungmetaller i oljer til humant konsum. Mattilsynet, årsrapport 2009, 13 sider.
- Julshamn, K., Frantzen, S., Valdersnes, S. og Lunestad, B.T. (2011). Miljøgifter i fisk og fiskevarer En rapport om dioksiner og dioksinlignende PCB, PCB₇ polybromerte flammehemmere (PBDE), perfluoralkylerte forbindelser (PFOS og PFOA) og tungmetaller i oljer til humant konsum og brisling (hermetiserte og villfanget). Mattilsynet, årsrapport 2010, 33 sider.
- Julshamn, K., Nilsen, B., Valdersnes, S. og Frantzen, S. (2012). Årsrapport 2011. Mattilsynets program: Fremmedstoffer i villfisk med vekt på kystnære farvann: Delrapport I. Undersøkelser av miljøgifter i taskekrabbe. Mattilsynet September 2012, 52 sider.
- Lunestad, B.T., L. Nesse, J. Lassen, B. Svihus, T. Nesbakken, K. Fossum, J. T. Rosnes, H. Kruse and S. Yazdankhah (2007). *Salmonella* in fish feed; occurrence and implications for fish and human health in Norway, *Aquaculture*, 256:1-8.
- Lunestad, B.T. and K. Borlaug (2009). Persistence of *Salmonella enterica* serovar Agona in oil for fish feed production, *J. Aquaculture Feed Sci. Nutr.*, 1(3):73-77.
- Måge, A., Bjelland, O., Olsvik, P., Nilsen, B. og Julshamn, K. (2012) Miljøgifter i fisk og fiskevarer 2011: Kvikksølv i djupvassfisk og skaldyr frå Hardangerfjorden samt miljøgifter i marine oljer. Mattilsynet, årsrapport 2011, 24 sider.