

Veterinærinstituttets rapportserie 8 - 2006

Rapport

Restmengder av legemidler og forurensninger i levende dyr og animalske næringsmidler 2005

Dag Grønningen

ISSN 0809-9197 (trykt utg.)
ISSN 1890-3290 (online)



Veterinærinstituttet
National Veterinary Institute

Forord

På oppdrag fra Mattilsynet har Veterinærinstituttet administrert og koordinert overvåkingsprogrammet "Restmengder av legemidler og forurensninger i levende dyr og animalske næringsmidler" i 2005.

Prøvene har blitt analysert ved laboratorier ved Norges veterinærhøgskole, Veterinærinstituttet i Oslo, Hormonlaboratoriet ved Aker Sykehus, Pesticidlaboratoriet på Ås og Ghent Universitet, Belgia.

Takk til forskningstekniker Greta Indahl, Norges veterinærhøgskole, for godt samarbeid og oppfølging av prøvetakingen.

Kontaktpersoner i Mattilsynet har vært Christin Schultz og Inger Halle.

Oslo, 2006-03-30

Dag Grønningen
Seksjon for kjemi
Veterinærinstituttet

Innhold

Forord	2
Innhold	3
Sammendrag.....	4
English summary	4
1. Ordliste	5
2. Innledning	6
2.1 Bakgrunn og formål.....	6
2.2 Gjeldende regelverk	6
2.3 Stoffgrupper som inngår i programmet.....	7
<i>Gruppe A - Stoffe med anabol effekt og ikke-tillatte stoffer</i>	7
<i>Gruppe B - Veterinærpreparater og forurensende stoffer</i>	7
2.3.1 Stoffe med anabol effekt og ikke-tillatte stoffer (Gruppe A)	7
2.3.2 Veterinære legemidler (Gruppe B1 og B2)	8
2.3.3 Forurensende stoffer (Gruppe B3)	8
3. Materiale og metoder	10
3.1 Praktisk gjennomføring	10
3.2 Produksjonstall for 2003	11
3.3 Analyseplan for 2005	12
3.4 Endring av analyseplan.....	15
3.5 Metoder.....	15
3.5.1 Analysemetoder for syntetiske vekststimulerende stoffer og hormoner.....	16
3.5.2 Analysemetoder for tyreostatika	17
3.5.3 Analysemetoder for antibakterielle midler og coccidiostatika	17
3.5.4 Analysemetoder for anthelmintika, karbamater og pyretroider	18
3.5.5 Analysemetoder for andre farmakologisk aktive stoffer.....	18
3.5.6 Analysemetoder for organiske klorforbindelser og organofosfater	19
3.5.7 Analysemetoder for grunnstoffer	19
3.5.8 Analysemetoder for mykotoksiner	19
3.5.10 Metodeutvikling/validering.....	20
4. Resultater	20
4.1 Avvik i forhold til analyseplanen	24
4.2 Enkeltresultater og kommentarer	25
4.2.1 Stoffgruppe A6: Forbudte stoffer.....	25
4.2.2 Stoffgruppe B2a: Anthelmintika	25
4.2.3 Stoffgruppe B2b: Coccidiostatika	25
4.2.4 Stoffgruppe B3a: Organiske klorforbindelser	25
4.2.5 Stoffgruppe B3c: Grunnstoffer	26
4.2.6 Stoffgruppe B3d: Mykotoksiner.....	27
5. Referanser	28
6. Vedlegg	29

Sammendrag

Prosjektet for 2005 er et ledd i det program som har pågått fra 1985. Formålet er å systematisk innhente og presentere data for innhold av restmengder av legemidler, hormoner og andre vekststimulerende stoffer, pesticider, tungmetaller, miljøgifter og mykotoksiner i levende dyr og norskprodusert kjøtt og innmat fra storfe, gris, småfe, fjørfe, rein og hest, samt i melk, egg og honning. Programmet skal tilfredsstillere dokumentasjonsbehovet for eksport til EU, USA og Sveits. Prøver av elg, hjort og rådyr ble innhentet for å undersøke tungmetallinnholdet i disse artene.

Analyseplanen ble redusert av Mattilsynet fem måneder inn i året av økonomiske grunner.

Det ble påvist kloramfenikol (Stoffgruppe A6: Ikke-tillatte stoffer) i en prøve fra kalkun.

Kloramfenikol har MRPL lik 0,3 µg/kg, og laboratoriet kvantifiserte stoffet til 0,2 µg/kg.

Det ble funnet spor av coccidiostatikumet narasin (Stoffgruppe B2b: Coccidiostatika) i en eggprøve.

Konsentrasjonen var mellom deteksjonsgrense og kvantifiseringsgrensen (=10 µg/kg). Det er ikke fastsatt tillatt grense (MRL) eller satt minstekrav til (metodens) yteevne (MRPL) for stoffet. Det er forbudt benyttet til eggproduserende høner.

Funn av kadmium over EUs MRL ble påvist i prøver fra 29 storfe, 35 gris, 14 småfe og 13 fjørfe.

Kadmium finnes i varierende mengder i naturen (både naturlig, og som følge av forurensning) og tas opp av utmarksbeitende dyr (rein, elg, hjort, rådyr og småfe). I 2005 ble kadmium distribuert via kontaminert kraftfôr og fôrtilskudd til de fleste dyrearter i Norge. Mattilsynet innhentet prøver for å kartlegge situasjonen og iverksatte tiltak for å begrense skadevirkningen av det kontaminerte fôret.

Det ble planlagt å hente inn 3163 prøver for 2005. Totalt ble det tatt ut 2850 prøver av de forskjellige dyreartene/næringsmidlene. I 93 prøver (3,3 %) ble det gjort funn over tillatt grense (non-compliant).

English summary

The program of 2005 is one segment in an ongoing program started 1985. The aim of the programme is to monitor the occurrence of residues of substances having anabolic effect, prohibited substances, veterinary drugs, and contaminants in live animals and in primary animal products of bovine, ovine, caprine, porcine, equine, poultry, and farmed game, and in milk, eggs, and honey, thereby contributing to food safety. The programme also provides data to satisfy export documentation requirements from the EU, USA and Switzerland. Samples of elk, roe deer, and red deer were collected for investigation of heavy metals.

Norwegian Food Safety Authority reduced the sampling plan during the period of economic reasons.

Chloramphenicol (Group A6: prohibited substance) was detected in one sample of turkey.

Chloramphenicol has established MRPL equal 0,3 µg/kg. The laboratory quantified the substance to 0,2 µg/kg.

There was detected traces of narasin (Group B2b: Anticoccidials, including nitroimidazoles) in egg.

Concentration was between detection limit and quantification limit (= 10 µg/kg). Narasin has not established a MRL nor a MRPL. The substance is not allowed to be used to egg producing hens.

Residues of cadmium exceeding MRLs were detected in 29 samples of bovine, 35 samples of porcine, 14 samples of ovine, and 13 samples of poultry.

Chemical elements accumulate in organs throughout life as a result of environmental pollution, particularly in free ranging animals (farmed and wild game, sheep). In 2005 cadmium were distributed through contaminated feed to nearly every farmed species in Norway. Norwegian Food Safety Authority collected samples to get a picture of the situation and implement appropriate actions to reduce the effect of the incident.

It was planned to collect 3163 samples in 2005. Totally 2850 samples from animals and primary animal products were collected. 93 samples (3,3 %) were classified as non-compliant.

1. Ordliste

AHD: 1-amino-hydantoin fra Nitrofurantoin

Alfa (α)-feil: Sannsynligheten for at den analyserte prøven oppfyller kravene, selv om målingen viser det motsatte (falsk positiv beslutning).

AMOZ: 5 - methylmorpholino - 3 - amino - 2 - oxazolidone fra Furaltadon

Animalske næringsmidler: Animalske råvarer, herunder kjøtt, melk, egg, honning samt fisk og fiskevarer.

AOZ: 3 - amino - 2 - oxazolidinone fra Furazolidon

Beta-agonist: Beta-adrenoseptoragonist

Beta (β)-feil: Sannsynligheten for at den analyserte prøven egentlig ikke oppfyller kravene, selv om målingen viser det motsatte (falsk negativ beslutning).

Beslutningsgrense (CC α): Den grense som det ved og over kan fastslås med en feilsannsynlighet på α at en prøve ikke er i samsvar med kravene.

$\alpha = 1\%$ for stoffer uten MRL (Gruppe A i Annex I til direktiv 96/23/EC)

$\alpha = 5\%$ for stoffer med MRL

Påvisningsevne (CC β): Den minste mengde av et stoff som med en feilsannsynlighet på β kan påvises, identifiseres og/eller mengdebestemmes i en prøve (CC β).

For stoffer som det ikke er fastsatt en tillatt grense (MRL) for, er påvisningsevnen den laveste konsentrasjon der en metode med en statistisk sikkerhet på $1 - \beta$ ($\beta = 5\%$) kan påvise faktisk forurensede prøver.

For stoffer som det er fastsatt en tillatt grense (MRL) for, betyr dette at påvisningsevnen er den konsentrasjon der metoden kan påvise konsentrasjoner på den tillatte grensen med en statistisk sikkerhet på $1 - \beta$ ($\beta = 5\%$).

Deteksjonsgrense: Det laveste nivå for en gitt analysemetode hvor innholdet av stoffet kan påvises

DDT: Diklordifenyltrikloretan

DK: Mattilsynets distriktskontor

ELISA: Enzyme-linked Immunosorbent Assay

Fisk: Alle saltvanns- og ferskvannsdyr som benyttes til produksjon av næringsmidler.

Forbudte stoffer: Stilbener, stilbenderivater, herunder deres salter og estere, beta-agonister og stoffer med østrogen, androgen, gestagen og tyreostatisk virkning samt stoffer som er forbudt iht. forskrift 10. oktober 1996 nr. 997 om maksimumsgrenser for restmengder av veterinærpreparater i næringsmidler av animalsk opprinnelse, jf. artikkel 14 og vedlegg IV i forordning (EØF) nr. 2377/90.

Forurensende stoffer: Tungmetaller, organiske fosforforbindelser, organiske klorforbindelser, mykotoksiner og fargestoffer.

GC: Gas Chromatography

GC-MS: Gas Chromatography - Mass Spectrometry

HCB: Heksaklorbenzen

HCH: 1,2,3,4,5,6-heksaklorsyκλοheksan

HPLC: High Performance Liquid Chromatography

Ikke påvist: Stoffet er ikke funnet over metodens deteksjonsgrense: (i.p.)

Kvantifiseringsgrense: Det laveste nivå for en gitt analysemetode hvor innholdet av analytten kan kvantifiseres

LC-MS: Liquid Chromatography - Mass Spectrometry

Matrise: Bestemt prøvetype, f.eks. nyre, plasma, muskel, honning, osv.

Tillatt grense (MRL): Grenseverdi for restmengder, grenseverdi eller annen øvre toleransegrense for stoffer fastsatt andre steder i Fellesskapets regelverk. (Maximum Residue Limit)

Minstekrav til yteevne (MRPL): Den minste mengde av en analytt i en prøve som minst må påvises og bekreftes. Hensikten er å harmonisere metodenes analytiske yteevne når det gjelder stoffer som det ikke er fastsatt en tillatt grense for. (Minimum required performance limits.)

NSAIDs: Non-Steroid-Anti-Inflammatory-Drugs (Ikke-steroide-antiinflammatoriske midler)

PCB: Polyklorerte bifenyler

Produksjonsdyr: Storfe, svin, sau, geit, hest, fjørfe, tamrein, vilt og oppdrettsvilt, samt bier, som benyttes til produksjon av næringsmidler.

Range: Verdiområde; Laveste og høyeste konsentrasjon ved måling av flere prøver.

Restmengde: Rester av stoffer med farmakologisk virkning, deres omdanningsprodukter, samt andre stoffer som er overført til animalske næringsmidler og som kan være skadelig for menneskers helse.

SEM: Semicarbazide fra Nitrofurazon

2. Innledning

2.1 Bakgrunn og formål

Overvåking av fremmedstoffer i levende dyr og slakt startet i 1985 i regi av Norsk kjøttssamvirke. Det ble den gang tatt ut prøver av storfe og gris. Hensikten var å fremskaffe dokumentasjon som tilfredstilte krav fra land som importerte eller ønsket å importere norsk kjøtt. Overvåkingen skulle samtidig dekke det nasjonale behovet for dokumentasjon om restnivå av fremmedstoffer i kjøtt. Da Statens næringsmiddeltilsyn (SNT) ble opprettet i 1988 ble ansvaret for denne overvåkingen lagt dit. I 1993 ble overvåkingen utvidet til også å gjelde småfe, fjørfe og rein, i henhold til EUs direktiv 86/469/EC (1). I 1999 ble Norge pålagt å utvide overvåkingen ytterligere på bakgrunn av endringer i EUs krav til overvåking ved innføring av direktiv 96/23/EC (2) og beslutning 97/747/EC (3) av næringsmidlene melk, egg, honning og fisk. Dette medførte samtidig en betydelig økning i antall prøver og antall stoffer. Den omfattende utvidelsen resulterte i at ansvaret for overvåking av levende dyr og fisk ble lagt til henholdsvis Statens dyrehelsetilsyn (SDT) og Fiskeridirektoratet. Fra 1999 har SNTs overvåking dermed kun omfattet animalske næringsmidler av produksjonsdyr. Mattilsynet ble opprettet 1. januar 2004. Mattilsynet overtok ansvar og oppgaver som tidligere ble utført av: Statens næringsmiddeltilsyn, de kommunale næringsmiddeltilsynene, Fiskeridirektoratets sjømatkontroll, Statens dyrehelsetilsyn og Statens landbrukstilsyn. Derfor omfatter overvåkingen nå fisk, produksjonsdyr og animalske næringsmidler. Nasjonal institutt for ernærings- og sjømatforskning (NIFES) koordinerer overvåkingen av fisk og næringsmidler basert på disse. Formålet med det nåværende programmet er å overvåke innholdet av vekstfremmende stoffer, forbudte stoffer, legemidler og forurensende stoffer i fisk, produksjonsdyr og animalske næringsmidler. Programmet skal bidra til å sikre at maten ikke inneholder rester som kan være helseskadelige for forbruker. Overvåkingen skal samtidig skaffe dokumentasjon som tilfredsstiller de krav som stilles av EU, USA og Sveits for eksport av næringsmidler (og levende dyr). Det blir utarbeidet en separat rapport om resultatene for fisk og næringsmidler basert på disse av NIFES.

2.2 Gjeldende regelverk

For å sikre at næringsmidler ikke inneholder rester av fremmedstoffer, som kan være helseskadelige, er det fastsatt en forskrift (FOR 2000-01-27 nr. 65) (4) som skal hindre produksjon, bearbeiding, import og frambud av produksjonsdyr og animalske næringsmidler som inneholder restmengder av forbudte stoffer, forurensende stoffer samt restmengder av veterinærpreparater over fastsatte grenseverdier (Reststofforskriften). Forskriften gjennomfører direktiv 96/23/EC (2), og stiller blant annet krav om ulike kontrolltiltak for virksomheter som driver landbruksmessig primærproduksjon samt næringsmiddelvirksomheter. Forskriften gir tilsynsmyndighetene anledning til å gjennomføre de tiltak som er nødvendig for å sikre trygg mat.

Både Codex alimentarius (5) og EU arbeider med å fastsette tillatt grense for ulike medikamenter i næringsmidler. Forordning 2377/90/EC (6) innfører begrepet Maximum Residue Limit (MRL), som representerer det maksimale innhold av restmengder som er tillatt i spesifikke dyr og næringsmidler. The European Medicines Agency (7, 8) evaluerer og fastsetter MRL for legemidler og veterinærpreparater. EU har i forskjellige reguleringsvedtak satt maksimalt nivå for spesielle forurensninger i mat (466/2001/EC) (9) og (2375/2001/EC) (10).

Norge har én forskrift (FOR 1996-10-10 nr 997) (11) som innfører MRL i det norske regelverket (Veterinærpreparatrestforskriften). Hensikten med disse verdiene er å beskytte konsumentene mot helseskadelige rester. Det er kun tillatt å anvende legemidler til næringsmiddelproduserende dyr dersom de har fått fastsatt MRL eller ikke behøver MRL.

I direktiv 2002/657/EC (12) ble begrepet Minimum required performance limits (MRPL) innført. Begrepet gjelder for stoffer som ikke har fått fastsatt MRL eller er forbudt. I beslutning 2003/181/EC (13) og 2005/25/EC (14) innføres MRPL for stoffene kloramfenikol, medroxyprogesterone acetate, nitrofuraner, malakittgrønt og leucomalakittgrønt. Direktivet er fastsatt i Norsk lovverk via Reststofforskriften (4).

2.3 Stoffgrupper som inngår i programmet

Programmet omfatter følgende stoffgrupper, hvor grupperingen og nummereringen stammer fra direktiv 96/23/EC (2) og vil bli brukt videre i rapporten:

Gruppe A - Stoffer med anabol effekt og ikke-tillatte stoffer

1. Stilbener, stilbenderivater samt salter og estere
2. Tyreostatika
3. Steroider
4. Resorsylsyre-laktoner (herunder zeranol)
5. Beta-agonister
6. Forbindelser oppført i vedlegg IV til rådsforordning (EØF) nr. 2377/90 av 26. juni 1990 (inkl. kloramfenikol, nitrofuraner, dimetridazol og metronidazol)

Gruppe B - Veterinærpreparater¹ og forurensende stoffer

1. Antibakterielle stoffer, herunder sulfonamider, kinoloner
2. Andre veterinærpreparater
 - a. Anthelmintika
 - b. Coccidiostatika, herunder nitroimidazoler
 - c. Karbamater og pyretroider
 - d. Sedativa
 - e. Ikke-steroide antiinflammatoriske midler (NSAID'er)
3. Andre farmakologisk aktive stoffer
 - a. Andre stoffer og miljøforurensende stoffer
 - b. Organiske klorforbindelser, herunder PCB
 - c. Organiske fosforforbindelser
 - d. Grunnstoffer
 - e. Mykotoksiner
 - f. Fargestoffer
4. Andre

Hvilke stoffgrupper, arter og næringsmidler som skal undersøkes er fastlagt i EUs regelverk (2, 3). Det er imidlertid opp til hvert enkelt land å velge hvilke konkrete stoffer innenfor de ulike gruppene det skal undersøkes for. Utvelgelsen i Norge skjer ved at Mattilsynet innhenter opplysninger fra Statens legemiddelverk om hvilke legemidler som til en hver tid er tilgjengelig i Norge, og konkrete innspill fra de veterinære fagmiljøene ved Norges veterinærhøgskole (NVH) og Veterinærinstituttet. I 2005 ble arsen (gruppe B3c) tatt ut av programmet i forhold til programmet for 2004. Se tabell 3.1 for en fullstendig oversikt av stoffgrupper som ble analysert i de forskjellige produksjonsdyr og animalske næringsmidler i 2005.

2.3.1 Stoffer med anabol effekt og ikke-tillatte stoffer (Gruppe A)

Stoffer med anabol effekt og ikke-tillatte stoffer inkluderer vekstfremmende stoffer og veterinære legemidler som det ikke kan settes grenseverdi for.

Vekstfremmende stoffer: Ulike grupper av hormoner (kjønns hormoner, veksthormoner og såkalte beta-agonister) kan anvendes for å øke dyrets muskelmasse. Noen av stoffene øker også melkeproduksjonen. Beta-agonister virker ved at de minker proteinnedbrytningen og øker fettneidbrytningen i kroppen. Dermed får dyrene øket tilvekst og øket muskelmasse. Det er forekommet flere tilfeller av uheldige effekter på mennesker i Europa på grunn av at de har spist kjøtt som har inneholdt rester av beta-agonister (15). Stoffene er nå forbudt brukt til produksjonsdyr.

Tyreostatika: Forbindelser som hemmer produksjonen av skjoldbruskkjertelens hormoner. Tyreostatika ble tidligere benyttet da effektene bl.a. er nedsatt metabolisme med bedre fôrutnyttelse og økt tilvekst som resultat (16). Stoffene er nå forbudt brukt til produksjonsdyr.

¹ Herunder ikke-registrerte stoffer som kan brukes til veterinære formål.

Forbudte veterinære legemidler (Forbindelser oppført i vedlegg IV til rådsforordning (EØF) nr 2377/90 av 26 juni 1990): Disse stoffene er ikke tillatt å bruke til næringsmiddelproduserende dyr fordi rester av disse, uansett konsentrasjon, anses som helseskadelig for forbrukeren. Kloramfenikol er et bredspektret antibiotikum med bakteriostatisk effekt på bl.a. Gram-positive og Gram-negative bakterier. Resistensutvikling kan forekomme. Kloramfenikol gir økt risiko for alvorlig blodsykdom (aplastisk anemi) ved konsum av rester (15). Nitrofuraner og deres derivater er indisert ved profylaktisk og klinisk behandling av infeksjoner forårsaket av Gram-positive og Gram-negative bakterier og protozoer, og er oppgitt å ha karsinogen og mutagen effekt. Dimetridazol og metronidazol er nitromidazolener som benyttes i behandling av infeksjose tilstander i munnhule, men kan ha karsinogen og mutagen effekt.

2.3.2 Veterinære legemidler (Gruppe B1 og B2)

Veterinære legemidler benyttes for å forebygge og bekjempe sykdommer hos husdyr. For de enkelte legemidler finnes veiledning for dosering, hvilke dyr som kan behandles og tilbakeholdelsesfrister. Tilbakeholdelsesfristene skal sikre at det ikke er helseskadelige legemiddelrester igjen i næringsmidlene når disse når forbrukeren. Ved fastsettelse av grenseverdi vurderes toksikologiske forhold, eventuell risiko for immunreaksjoner og mikrobiologiske effekter.

Antibakterielle stoffer: Benyttes til behandling av en rekke sykdommer hos produksjonsdyr, slik som jurbetennelser, livmorbetennelser, luftveisinfeksjoner og sårinfeksjoner.

Anthelmintika: Benyttes profylaktisk og til klinisk behandling mot ekto- og endoparasitter, (gastrointestinale nematoder, lungeorm, bendelorm, midd m.fl.).

Coccidiostatika: Benyttes profylaktisk og til klinisk behandling mot coccidier (én-cellede parasitter). De ionofore coccidiostatika har en gunstig forebyggende effekt mot nekrotiserende enteritt (17).

Karbamater/pyretroider: Stoffe som benyttes til bekjempelse av insekter og skadedyr. Sedativer: Beroligende midler. Benyttes bl.a. ved immobilisering av dyr.

NSAIDs: Ikke-steroide antiinflammatoriske midler. Benyttes til behandling av inflammatoriske tilstander.

Sett i et større perspektiv er det utviklingen av resistens mot antibiotika hos sykdomsfremkallende mikroorganismer på grunn av utstrakt bruk (av slike midler) som har størst potensiell betydning for folkehelsen. Det er stort sett de samme stoffene som brukes i veterinær- som i humanmedisin, og resistente bakterier fra dyr vil lett kunne finne veien til mennesker gjennom direkte kontakt og gjennom næringsmidler. Dette sammen med et høyt forbruk av antibakterielle midler innen humanmedisin gjør at antibiotikaresistente bakterier er i ferd med å bli en alvorlig trussel mot folkehelsen (15).

2.3.3 Forurensende stoffer (Gruppe B3)

Organiske miljøgifter: Inkluderer organiske klorforbindelser som DDT, klordaner, lindan, heksaklorbenzen, aldrin, dieldrin og industrikjemikalier som polyklorerte bifenyler (PCB). Karakteristisk for disse stoffene er at de er svært fettløselige og persistente. Flere av de klorerte pesticidene ble tidlig registrert som miljøgifter (1950-tallet), mens PCB først ble karakterisert og bestemt på 60-tallet. PCB har vært anvendt kommersielt i stor utstrekning siden 1930-tallet i hydraulikkoljer, kondensatorer, transformatorer, farger, lim, fugemasser, etc. Ingen av de nevnte pesticider er i dag tillatt brukt i Norge og PCB ble utfaset i 1995. Det har skjedd en stor spredning av spesielt PCB i miljøet og det finnes fortsatt produkter og avfallsproblemer når det gjelder PCB, samt utlekking av PCB til miljøet.

På grunn av fettløselighet og lav nedbrytbarhet vil organiske miljøgifter oppkonsentreres i næringskjedene. Nivåene vil variere fra art til art, avhengig av eksempelvis fødevalg og evne til å bryte ned de forskjellige stoffene.

Når det gjelder toksiske effekter vet man en god del om akutte og kroniske effekter av disse forbindelsene hos forsøksdyr. Hvilke mulige langtidseffekter kronisk eksponering av lave

konsentrasjoner organiske klorforbindelser kan ha på mennesket og miljøet for øvrig vet man mindre om, men de mulige effektene man er mest opptatt av er skader på arvestoffet, reproduksjonsevnen, nervesystemet, immunforsvaret og kreftfremkallende effekter (15,16).

Organofosfater: Organiske fosforinsekticider har fått økende utbredelse både som antiparasittmidler, som plantevernmidler og til utøybekjempelse i bygninger. Bruk av fosforinsekticider medfører ikke miljøgiftis risiko da nedbrytningstiden er kort. Imidlertid innebærer bruk av de giftigste forbindelsene stor fare for akutt forgiftning og krever strenge beskyttelsestiltak ved bruk. Mange tilfeller av dødelig forgiftning har forekommet, både hos dyr og mennesker. Utviklingen av fosforinsekticidene fant sted på grunnlag av syntetiseringen av kjemiske stridsmidler av nervegasstypen. Fra de tidligste insekticidene som er svært giftige og bare tillatt brukt som plantevernmidler av yrkesdyrkere, er det senere utviklet mer selektive insekticider med moderat toksisitet som har fått utstrakt anvendelse til alle de tre nevnte formål (15,16).

Grunnstoffer: Den vesentligste kilden for bly er nå maten, men eksponering kan også forekomme fra andre kilder som f.eks. luftforurensning. Imidlertid er bruken av bly i bensin betydelig mindre enn tidligere, noe som har redusert denne eksponeringskilden. Barn og spedbarn tar opp bly lettere enn voksne. Bly akkumuleres særlig i benbygningen, med svært lang utskillingstid. Symptomer på kronisk blyforgiftning er trøtthet, søvnproblemer, hodepine, forstoppelse, vanskeligheter med å svelge, anoreksi, smerter i mellomgulvet, anemi, blekhet, redusert muskelkraft og skader på hjerne og øvrig nervesystem. Hjerneskadene viser seg ofte som adferdsforandringer og tilpasningsvanskeligheter. Det har særlig vært rapportert om mange tilfeller av bly som gir skader på hjernefunksjonen hos barn. Bly blokkerer for jernets rolle i hemoglobinproduksjonen, og hindrer signaloverføring mellom nervetråder. Langtidseksponering for bly kan også føre til alvorlige nyreskader, og er i en del tilfelle også rapportert å skade leverfunksjonen. Det er rapportert en rekke forgiftningstilfeller fra sørstatene i USA, hvor gamle bilradiatorer som inneholder bly har blitt brukt til å produsere hjemmebrent. Det foreligger en rekke rapporter som setter bly i forbindelse med spontanaborter og dødfødsler (15, 16).

Kadmium er et biprodukt ved fremstilling av sink og forekommer ofte sammen med sink i naturen. Kadmium anvendes først og fremst til batterier. Tilførsel av kadmium til jordsmonn kan skje gjennom nedfall av langtransporterte luftforurensninger og som forurensning i kunstgjødsel. Nye bestemmelser har redusert innholdet av kadmium i kunstgjødsel betydelig. Kadmium beveger seg lett i jorda og tas opp gjennom planterøttene.

Kadmium akkumuleres i lever, og i særdeleshet i nyrene. Nyrene er også det organ som er mest utsatt for skader. Kadmium skilles meget langsomt ut fra kroppen og halveringstiden er opp til 30 år. Det betyr at vi gjennom hele livet vil få en oppbygning av kadmiumnivåene i kroppen. Høye nivåer av kadmium kan forstyrre omsetningen av kalk og føre til skader på skjelettet.

Symptomer på kadmiumforgiftning er tap av luktesans på grunn av ødelagte nervetråder, nyresvikt og emfysem. Kadmium kan også gi lungekreft hvis metallet pustes inn. Kadmium finnes med relativt høye verdier i tobakk, og røykere har normalt omlag dobbelt så mye kadmium i kroppen som ikke-røykere. Enkelte vegetarianere kan også få tilsvarende høye nivåer av kadmium, bl.a. fra kornprodukter. Det er antatt at kadmium spiller en viktig rolle i arteriosklerose, økt blodtrykk og hjertesvekkelse.

Dyreforsøk med kronisk eksponering har vist redusert vekst, skader på nyre og lever, hjerneblødninger og dekalsifisering og dertil hørende deformasjoner av skjelettet.

I flere undersøkelser fra forskjellige land og industrier er det vist klar sammenheng mellom eksponering for kadmium og prostatakraft. (15,16)

Mykotoksiner: En rekke muggsopper produserer mykotoksiner. Det finnes beskrevet flere hundre mykotoksiner. For å begrense dannelse av mykotoksiner, er det viktig å lagre og behandle matvarer på en slik måte at soppveksten mest mulig forhindres. Noen muggsopparter kan imidlertid også vokse og produsere toksiner på planter i vekst (f. eks. korn). Sterk varmebehandling vil drepe de fleste sopparter og sopp sporer, mens toksinene gjerne tåler høy varmebehandling. Aflatoksiner produseres av soppartene *Aspergillus flavus* og *A. parasiticus*. Aflatoksin i fôr stammer oftest fra importert fôr, men kan også oppstå ved mislykket behandling av fôr i silo. Aflatoksin B1 er mest

giftig og forekommer ofte i størst mengde av de fire aflatoksinene B1, B2, G1 og G2. Aflatoksin M1 er en metabolitt av aflatoksin B1 hos drøvtyggere og skilles ut i melk. Aflatoksin er potent genskadende og kreftfremkallende stoffer. Både dyreeksperimentelle og epidemiologiske studier viser at aflatoksiner er sterkt kreftfremkallende stoff, særlig i forbindelse med hepatitt B-infeksjon (15, 16).

Okratoksin A produseres i vårt klima av muggsoppen *Penicillium verrucosum* som kan infisere korn og belgvekster under lagring hvis ikke tørkingen har vært god nok. Nyere undersøkelser har også påvist okratoksin A i tørkede frukter, druesaft, øl og kaffe. Via fôr kan også soppgiften overføres til animalske produkter. Okratoksin er nyreskadelig, samt fosterskadende og har immunsuppressiv effekt (15, 16).

3. Materiale og metoder

3.1 Praktisk gjennomføring

Antall prøver som skal tas ut fra de ulike dyreartene/næringsmidlene bestemmes ut fra foregående års produksjonstall, se pkt. 3.2. De årlige analyseplanene for overvåkningsprogrammet utarbeides av Mattilsynet i henhold til EUs regelverk. Analyseplanen er oppført i pkt. 3.3, tabell 3.1. (Tabell 3.1 går over flere sider.) På basis av analyseplanen utarbeides det egne uttaksplaner for henholdsvis produksjonsdyr og animalske næringsmidler.

Veterinærinstituttet ved seksjon for Epidemiologi utarbeidet uttaksplanen for produksjonsdyr og melk. Uttaksplanene for storfe, gris, ku- og geitemelk er basert på å ta et tilfeldig utvalg av besetninger fra siste søknadsomgang for produksjonstilskudd, og uttaksplanene for fjørfe er basert på å ta et tilfeldig utvalg fra besetningene som har levert slakt i perioden januar til oktober 2004. For alle uttakene er det satt krav til en viss besetningsstørrelse for å sikre at besetningene har dyr på prøvetakingstidspunktet. (Dessuten er besetninger prøvetatt i 2004 unntatt fra utvalget.) For melkekubebesetningene er prøveantallet innen hvert Mattilsynsregion proporsjonalt med antall besetninger inn hver region. For de andre programmene er det tatt et tilfeldig utvalg uten stratifisering på region.

Mattilsynet utarbeider uttaksplanene for animalske næringsmidler (og fisk). Uttaksplanene skal sikre et jevnt prøveuttak gjennom hele året og over hele landet. Men prøvetakerne må ta hensyn til at enkelte prøvetyper ikke er tilgjengelig hele året, for eks. geitemelk og honning.

Mattilsynet har pålagt distriktskontorene sine (DK) å ta ut representative prøver, og har gitt nærmere instruks for å sikre dette (4).

En offisiell prøve betyr i praksis at det tas ut to parallelle prøver (A- og B-prøve) som pakkes i to forseglete poser og gis et journalnummer. I forbindelse med hvert prøveuttak skal det fylles ut et registrerings skjema. Her registreres alle opplysninger om prøveuttaket (prøvemateriale, art, kjønn, produsent), prøvetaker (DK, dato, sted), journalnr og stoffgruppe prøven skal analyseres for. Kopi av skjemaet sendes til Prøveregisteret ved Veterinærinstituttet. Gjennomslagsdelen av skjemaet, som kun inneholder nødvendige opplysninger for laboratoriet, og således ivaretar krav til anonymitet, sendes sammen med prøven til prøvemottaket ved NVH eller direkte til angjeldende laboratorium.

NVH mottar og opparbeider de innkomne prøvene og distribuerer disse til analyselaboratoriene. Prøver av melk, egg, honning, blod og urin blir distribuert direkte til analyselaboratoriene. NIFES utfører det samme for fisk og tilhørende næringsmidler.

Prøvene skal som en hovedregel analyseres senest tre måneder etter mottak og resultatene rapporteres til Veterinærinstituttet. For enkelte av stoffene er imidlertid antallet analyser per år så lavt at det ikke er økonomisk forsvarlig å analysere prøvene oftere enn én til to ganger per år (f. eks. imidocarb). Funn over tillatt grense, eller funn av forbudte stoffer, rapporteres umiddelbart. Laboratoriet kontrollanalyserer videre med A-prøven. Mattilsynet vil avgjøre om B-prøven (som anses som produsentens prøve) skal sendes til et annet laboratorium eller til EUs

referanselaboratorium for gjeldene stoffgruppe. Veterinærinstituttet samler inn og systematiserer resultatene og oversender rapport (denne rapporten) til Mattilsynet.

Veterinærinstituttet holder årlige prosjektmøter hvor programmets faglige profil og utfordringer knyttet til analysevirksomheten diskuteres. Prosjektgruppen består av representanter fra Mattilsynet og de nasjonale referanselaboratoriene; kjemisk laboratorium, legemiddellaboratoriet og miljøtoksikologisk laboratorium ved Norges veterinærhøgskole, seksjon for kjemi ved Veterinærinstituttet og Hormonlaboratoriet ved Aker sykehus, samt prøvemottaket ved Norges veterinærhøgskole. Kjemisk laboratorium fra NIFES deltok på disse møtene i år.

3.2 Produksjonstall for 2003

Art	Produksjonstall 2003
Storfe	313 503*/ 82 723 tonn
Kalv	19 921*/ 2 098 tonn
Gris	1 328 943*/ 105 395 tonn
Sau/lam	1 210 012*/ 23 886 tonn
Geit/kje	19 177*/ 229 tonn
Hest	2 141*/ 568 tonn
Reinsdyr	61 568/ 1 715 tonn
Hjort	25 200 dyr
Rådyr	28 500 dyr
Elg	38 600 dyr
Kylling	39 831 900/ 40 272 tonn
Kalkun	839 600/ 5 901 tonn
Høns	1 951 400/ 2 456 tonn
Melk, ku	1 518,9 mill liter
Melk, geit	19,5 mill liter
Egg	50 356 tonn
Honning	940 tonn

*Antall godkjente slakt (kun slakting innenfor kjøttssamvirket).

3.3 Analyseplan for 2005

Analyseplan per 1. februar 2005. Lev betyr antall prøver av produksjonsdyr. NM betyr prøver av animalske næringsmidler (dyr, melk, egg eller honning).

Tabell 3.1	Stoffgruppe	Analytt	Storfe		Gris		Småfe	Hest	Kylling		Høns	Kalkun		Rein	Melk	Egg	Honning	
			Lev	NM	Lev	NM	NM	NM	Lev	NM	NM	Lev	NM	NM	NM	NM	NM	
A1	Stilbener	dietylstilbestrol, hexoestrol, dionoestrol	82	65	10	40	24		2	5		2	5	2				
A2	Tyreostatika	Tapazol, tiouracil, metyltiouracil, dimetyltiouracil, propyltiouracil, mercaptobenzimidazol	43	42	10	20	10		2	5		2	5	2				
A3	Steroider	nor-testosteron, trenbolon	83	65	10	40	25		2	5		2	5	2				
		melengestrolacetat, klormadinonacetat, medroksyprogesteronacetat, megestrolacetat		50														
A4	Resorsylsyrelaktoner	Zeranol	83	65	10	40	25		2	5		2	5	2				
A5	Beta-agonister	clenbuterol, salbutanol, cimaterol, mabuterol, terbutaline	83	65	10	30	25		2	5		2	5	6				
A6	Stoffer på vedlegg IV i Rfo 2377/90	kloramfenikol	43	50	10	16	15		5	10		5	10	6	10 _S	10	5	
		nitrofuraner (metabolitter): AOZ, AMOZ, AHD, SEM	43	15	10	10			5	35	6	5	20					
		dimetridazol, metronidazol				10				10	6		25					
B1	Antibakterielle midler	sulfadoxin, sulfadiazin, sulfadimidin		20		30	30			30	5		30	20	40 _S 10 _G	40		
		Enrofloksasin		20		20	20											
		Tiamulin				30												
		Oksytetrasyklin		10						30	5		30	20	40 _S	40	5	
		Penicillin														50 _S 10 _G		
B2a	Antelmintika	Fenbendazol		50		40	50		5			5		25 _S				

Tabell 3.1		Storfe		Gris		Småfe	Hest	Kylling		Høns	Kalkun		Rein	Melk	Egg	Honning
Stoffgruppe	Analytt	Lev	NM	Lev	NM	NM	NM	Lev	NM	NM	Lev	NM	NM	NM	NM	NM
	oxfendazol, albendazol		50			50			5			5		25 _S		
	Ivermektin		50		40	50							20	25 _S		
	doramektin, eprinomektin, moksidektin		50											25 _S		
	Imidocarb		15													
B2b Coccidiostatika	Toltrazuril		10		10	20				5		25				
	Narasin														50	
	amproklorid, monesin, lasalocid, salinomycin								50	6		25				
B2c Karbamater og pyretroider	Flumetrin		20		10	35			5		5	10				
	Cypermethrin														20	
B2d Sedativer	Azaperon				30											
	Xylazin		35			30										
B2e NSAIDs	Ketoprofen		20		10	10			5		5					
	Flunixin		20		10		20							10 _S		
	Fenylbutazon						10									
B2f Andre farmakologiske aktive stoffer	deksametason, prednisolon		20		20		15							20 _S		
	Multimetode*															10
B3a Organoklorider	HCB, HCH, Heptaklor, aldrin, endrin, lindan, dieldrin, metoksyklor, mirex, DDT, Klordaner, PCB		20		20	15			5		5	10	20 _S	20		
B3b Organofosfater	Diklorvos, diazinon, coumafos, heptenofos, fosmet		20		20	15			5				20 _S			
B3c Grunnstoffer**	Pb		25		10	30	20			6		20	25 _S	20		5
	Cd		25		10	30	20			6		20		20		5
B3d Mykotosiner	Okratoksin A		5		10	5				6			25 _S			
	Aflatoksin M1												25 _S			

Indeksen S og G i næringsmiddelgruppen Melk står for hhv. Storfemelk og Geitemelk.

*Multimetode som inkluderer bl.a. pyretroider, karbamater, anthelmintika, organoklorider og organofosfater

**Bruker samme prøvemateriale til samtlige analytter

Mattilsynet ønsket å fortsette undersøkelsen for gruppe B3c Grunnstoffer med hensyn til artene elg, rådyr og hjort i 2005. Se tabell 3.2.

Tabell 3.2		Hjort	Rådyr	Elg
Stoffgruppe	Analytt	NM	NM	NM
B3c Grunnstoffer	Pb	25	25	50
	Cd	25	25	50

3.4 Endring av analyseplan

På grunn av en presset budsjettsituasjon og pålegg om å redusere kostnadene i Mattilsynet ble overvåkningsprogrammet på reststoffer i dyr og animalske næringsmidler redusert. Fra 01.06.05 ble analyser av alle stoffer midlertidig stoppet, men prøveuttaket fortsatte som planlagt.

Mattilsynet sendte ut nye reviderte uttaksplaner for følgende stoffgrupper den 17. august 2005:

Gruppe A2: Tyreostatika: Alle analyser i denne gruppen ble stoppet etter 01.06.05

Gruppe B1: Antibakterielle stoffer: Alle kjemiske analyser ble stoppet etter 01.06.05, bortsett fra kontrollen av fjærfe og rein.

Gruppe B2a: Anthelmintika: Etter 01.06.05 skal det analyseres kun for en stoffgruppe: Avermectingruppen.

Gruppe B2d: Sedativer: Alle analyser i denne gruppen ble stoppet etter 01.06.05.

Gruppe B2e: NSAID's: Det ble ikke analysert prøver fra hest etter 01.06.05.

Gruppe B2f: Andre farmakologisk aktive stoffer: (Deksametazon og prednisolon): Alle analyser i denne gruppen ble stoppet etter 01.06.05.

Gruppe B3c: Grunnstoffer: Det skal analyseres kun for kadmium i rein og vilt i 2005.

Gruppe B3d: Mykotoksiner: Alle analyser i denne gruppen ble stoppet etter 01.06.05

De stoffgruppene som ikke er nevnt over skal derfor analyseres som etter uttaksplanen satt opp 1. februar 2005, tabell 3.1. De stoffgruppene som ble berørt er merket rødt i kap 4: Resultater.

3.5 Metoder

Metodene som benyttes skal tilfredsstillende metodekravene satt i EUs direktiv 2002/657/EC (10). EU direktivet 2002/657/EC har en overgangsperiode på 2 år for stoffgruppe A og 5 år for stoffgruppe B. Overgangsperioden for stoffgruppe A gikk ut 1. september 2004. Direktivet 2002/657/EC innfører begreper som beslutningsgrense ($CC\alpha$) og påvisningsevne ($CC\beta$). Minstekrav til yteevne (MRPL: minimum required performance limits) settes på stoffer hvor det ikke kan settes en tillatt grense siden enhver restmengde av stoffet vil gi en helseskadelig virkning. MRPL er et begrep som setter krav til metoden som benyttes. Tillatt grense (MRL: maximum residue limit) fastsettes av The European Medicines Agency (6) for legemidler og veterinærpreparater. Det er kun tillatt å anvende legemidler til næringsmiddelproduserende dyr dersom de har fått fastsatt MRL eller ikke behøver MRL. Det finnes stoffer og arter som ikke har fått fastsatt MRL eller MRPL.

Begreperne deteksjonsgrense og kvantifiseringsgrense benyttes i denne rapport for stoffer i gruppe B, siden laboratoriene ikke har utført nødvendig validering av metodene for å benytte begreperne beslutningsgrense og påvisningsevne.

Samtlige laboratorier benytter akkrediterte metoder.

3.5.1 Analysemetoder for syntetiske vekststimulerende stoffer og hormoner

Hormonlaboratoriet, Seksjon for dopinganalyse, Aker universitetssykehus HF, TEST 099

Metodens referanse/analysemetode	Analytt	Påvisningsevne/beslutningsgrense CC _□ /CC _□ (µg/kg; ng/ml (urin))	MRL (µg/kg)	Måleusikkerhet
LC-MS/MS Beta-agonister i urin	Clenbuterol	0,7/0,6	0,5	
	Salbutamol	1,1/1,0	-	
	Terbutalin	1,2/1,0	-	
	Cimaterol	2,25/2,0	-	
	Mabuterol	0,6/0,5	-	
LC-MS/MS Beta-agonister i lever	Clenbuterol	0,68/0,6	0,5 (storfe og hest)	
	Salbutamol	0,9/0,8	-	
	Terbutalin	1,01/0,8	-	
	Cimaterol	0,22/0,2	-	
	Mabuterol	0,21/0,2	-	
LC-MS/MS Beta-agonister i muskel	Clenbuterol	0,63/0,6		
	Salbutamol	0,89/0,8		
	Terbutalin	1,08/0,8		
	Cimaterol	0,23/0,2		
	Mabuterol	0,21/0,2		
		Bekreftelsesgrense (ng/kg; ng/ml (urin))		
GC-MS Acetylgestagener i fett	Medroxyprogesteron	1	MRPL: 1.0µg/kg gris	Se under
	Melengestrol	3	-	
	Megestrol	3	-	
	Klormadinon	3	-	
LC-MS/MS Neuroleptika i nyrer	Azaparon	25	Sum av azaparon og azaperol = 100 µg/kg (gris)	Se under
	Azaperol	25		
	Xylazin	1		
GC-MS Anabole steroider/ Stilbener og zeranol i muskel	α-Nandrolon	2	-	Se under
	α-Trenbolon	2	-	
	Dietylstilbestrol	2	-	
	Zeranol	1	-	
	Dienestrol	1	-	
	Hexestrol	1	-	
GC-MS Anabole steroider/ Stilbener og zeranol i urin	α-Nandrolon	2	-	Se under
	α-Trenbolon	2	-	
	Dietylstilbestrol	1	-	
	Zeranol	2	-	
	Dienestrol	1	-	
	Hexestrol	1	-	

Måleusikkerhet: Fordi det ikke er satt noen grenseverdier (MRL) for de ovennevnte analyttene, med unntak for clenbuterol, azaparon og azaperol, er analysene kvalitative, dvs. at det bestemmes om analytten er tilstede i prøven eller ikke. Bekreftelsesgrense er satt slik at hvis analytten foreligger med en slik konsentrasjon eller høyere, så skal metodikken være i stand til å utføre en gass-kromatografisk eller væske-kromatografisk separasjon etterfulgt av en massespektrometrisk deteksjon som oppfyller internasjonale kriterier for en sikker identifikasjon. Det skal ikke forekomme - og det er dokumentert i valideringen - falske positive resultater i bekreftelsen eller falske negative resultater i screeningen.

3.5.2 Analysemetoder for tyreostatika

Laboratory of Chemical Analysis, Dep. of Veterinary Food Inspection, Ghent University, Salisburylaan 133, B-9820 Merelbeke, Belgium, BELTEST nr 088-T-ISO17025

Metodens referanse/ analysemetode	Analytter	Påvisningsevne (CC ₅₀)	MRL	Måleusikkerhet
		(µg/kg)		
LC-MS-MS	Tapazol, tiouracil, metyltiouracil, dimetyltiouracil, propyltiouracil, merkaptobenzimidazol	20	100	*

Tyreostatika blir bestemt og eventuelt verifiseres med LC-ESI-MS-MS. Hver serie inneholder en "spiked" prøve.

* Metoden er fullt validert etter EU direktiv (2002/657/EC). Se J. Chromatogr. A 912 (2001) 311-317

3.5.3 Analysemetoder for antibakterielle midler og coccidiostatika

Fagseksjon for næringsmiddelhygiene, Norges veterinærhøgskole, TEST 137

Analyse av melk for restmengder av antibakterielle midler, unntatt kloramfenikol og nitrofuraner, er basert på en tre-platemetode med *Micrococcus luteus*/Mueller Hinton agar med trimethoprim, *Bacillus subtilis*/antibiotisk agar med pH 6,1 og *Bacillus subtilis*/antibiotisk agar med pH 8,0. Alle positive prøver analyseres på HPLC eller LC-MS for verifisering og kvantifisering.

Metodens referanse/ analysemetode	Analytt	Kvantifiseringsgrense (µg/kg)	Påvisningsevne (CC ₅₀) (µg/kg)	MRL (µg/kg)	Måleusikkerhet (95 % konfidensintervall)
HPLC-UV	Oksytetracyklin	25 - 50	-	100	±11 - 18
HPLC-UV	Sulfadimidin, sulfadoxin, sulfadiazin	25	-	100	± 6 - 23
LC-MS	Kloramfenikol	-	0,1	Ikke tillatt	±30 - 37
LC-MS	Dimetridazol, Metronidazol, Ronidazol	5	-	Ikke tillatt	±15 - 25
LC-MS	Tiamulin	10	-	100	± 27
HPLC-fluorescens	Enrofloxacin	5	-	30	±10
LC-MS(-MS)	Nitrofuraner	0,6 - 1,5	0,1 - 0,5	Ikke tillatt	±10
LC-MS	Amprolium	15	-	Ikke fastsatt	±27
LC-MS	Monensin	10	-	Ikke fastsatt	±23
LC-MS	Narasin	10	-	Ikke fastsatt	±26 - 29
LC-MS	Salinomycin	10	-	Ikke fastsatt	±37
LC-MS	Lasalocid	10	-	Ikke fastsatt	±33
LC-MS	Toltrazuril, -sulfon	30	-	100	±15 - 22

Kvantifiseringsgrensene er bestemt ved validering av metodene. Metodenes usikkerhet, angitt med 95 % konfidensintervall, er bestemt ved repeterte målinger av kontrollprøver.

3.5.4 Analysemetoder for anthelmintika, karbamater og pyretroider

Legemiddellaboratoriet, Norges veterinærhøgskole, TEST 137

Metodens referanse/ analysemetode	Analytt	Kvantifiseringsgrense (µg/kg)	MRL (µg/kg)	Måleusikkerhet (95 % konfidensintervall)
HPLC - UVdeteksjon (diode-array)	Sum albendazol og metabolitter	50 (lever, melk)	1000 (lever) 100 (melk)	± 17 % (lever) ± 14 % (melk)
	Sum fenbendazol og metabolitter	50 (lever) 10 (melk)	500 (lever) 10 (melk)	± 15 % (lever) ± 10 % (melk)
HPLC- fluorescendeteksjon	Ivermektin	5,0 (alle analytter og matriser)	100 (lever, storfe) 15 (lever, gris, sau, hest) 20 (lever, rein) ikke fastsatt (melk)	± 9 % (alle matriser)
	Doramektin		100 (lever, storfe) 50 (lever, gris, sau) ikke fastsatt (melk)	± 10 % (alle matriser)
	Moxidektin		500 (lever, storfe og sau) 40 (melk)	± 10 % (alle matriser)
	Eprinomektin		1500 (lever, storfe) 20 (melk)	± 14 % (alle matriser)
LC-MS/MS	flumetrin	10 (alle matriser)	20 (lever, storfe, sau) ikke fastsatt (lever, gris, kylling) ikke fastsatt (egg)	± 8 % (alle analytter og matriser)
	cypermetrin	20 (alle matriser)	20 (lever, storfe, sau, rein) ikke fastsatt (egg)	
HPLC - UVdeteksjon (diode-array)	Imidokarb	50	000 (lever, storfe)	± 3 %

Deteksjons- og kvantifiseringsgrensene er bestemt ved validering av metodene. Metodenes usikkerhet, angitt som 95 % konfidensintervall, er bestemt ved repeterte målinger i løpet av året av den samme kontrollprøven. Validering av metodene i henhold til direktiv 2002/657/EC pågår.

3.5.5 Analysemetoder for andre farmakologisk aktive stoffer

Fagseksjon for næringsmiddelhygiene, Norges veterinærhøgskole, TEST 137

Metodens referanse/ analysemetode	Analytt	Kvantifiseringsgrense µg/kg	MRL µg/kg	Måleusikkerhet (95 % konfidensintervall)
LC-MS	Prednisolon	0,5 (muskel) 0,1 (melk)	4 (muskel) 6 (melk)	±15
LC-MS	Deksametason	0,5 (muskel) 0,1 (melk)	0,75 (muskel) 0,3 (melk)	±15 - 30%
LC-MS	Ketoprofen	5	Annex II	±15
LC-MS	Fenylbutazon	3	Ikke fastsatt	±40
LC-MS	Flunixin	5	20 (storfe) 50 (gris) 10 (hest)	±15

Kvantifiseringsgrensene er bestemt ved validering av metodene. Metodenes usikkerhet, angitt med 95 % konfidensintervall, er bestemt ved repeterte målinger av kontrollprøver

3.5.6 Analysemetoder for organiske klorforbindelser og organofosfater

Miljøtoksikologisk laboratorium, Norges veterinærhøgskole, TEST 051

Metodens referanse/ analysemetode	Analytt	Deteksjonsgrense (µg/kg)	MRL (µg/kg)	Måleusikkerhet
M.2.1 GC-ECD	Aldrin α - HCH β - HCH γ - HCH Klordan Dieldrin Sum DDT Endrin Heptaklor Metoxyklor HCB Mirex	160-1 (fett) 3 (egg) 10-0,2 (melk)	Egg: 100 Fett: 200; Melk: 4 Ikke fastsatt Fett: 100; Egg, melk: 10 Ikke fastsatt Egg: 100 Fett: 200; Melk: 40; Egg: 1000 Ikke fastsatt Ikke fastsatt Ikke fastsatt Fett: 200; Melk: 10 Ikke fastsatt	20-46 %
M.2.1 GC-ECD	PCBs	3 (fett) 1 (egg) 0,3 (melk)	PCB - 153: 100 (1 i melk*)	16-42 %
M.2.2 GC-NDP	Diklorvos Heptenofos Diazinon Phosmet Coumafos	5	Ikke fastsatt Ikke fastsatt Ikke fastsatt Ikke fastsatt Ikke fastsatt	38-56 %

* 1 (PCB - 153) v/fettinnhold <2 %, 20 (PCB - 153) v/fettinnhold > 2 %

Deteksjonsgrense er beregnet på bakgrunn av 3 ganger elektronisk støy omregnet som en reell prøve.

Måleusikkerhet: Metodens presisjon og riktighet bestemmer måleusikkerheten. Måleusikkerheten er gitt ved 95 % konfidensintervall (ca 2 standardavvik).

3.5.7 Analysemetoder for grunnstoffer

Seksjon for kjemi, Veterinærinstituttet, TEST 110

Metodens referanse/ analysemetode	Analytt	Deteksjonsgrense (mg/kg)	MRL (mg/kg)	Måleusikkerhet (95 % konfidensintervall)
ME05-058 Blybestemmelse med ET-AAS	Bly	0,01 0,001 (melk)	0,1 (muskel) 0,5 (lever/nyre) 0,020	± 45 % mellom 0,01 - 0,30 mg/kg ± 30 % over 0,30 mg/kg
ME05-052 Kadmiumbestemmelse med ET-AAS	Kadmium	0,001	0,05 (muskel) (hest: 0,2) 0,5 (lever) 1,0 (nyre)	± 30 %

Deteksjonsgrense er beregnet på bakgrunn av 3 ganger standardavviket til minimum 6 reagensblankprøver omregnet som en reell prøve (1g/25 ml).

Måleusikkerhet: Metodens presisjon og riktighet bestemmer måleusikkerheten. Måleusikkerheten er gitt ved 95 % konfidensintervall (ca 2 standardavvik).

3.5.8 Analysemetoder for mykotoksiner

Seksjon for kjemi, Veterinærinstituttet, TEST 110

Metodens referanse/ analysemetode	Analytt	Deteksjonsgrense (µg/kg (muskel); ng/L (melk))	MRL (ng/L)	Måleusikkerhet (95 % konfidensintervall)
HPLC-fluorescens	Aflatoksin M1	0,14 (melk)	50 (melk)	± 46 %
HPLC-fluorescens	Ochratoksin A	10,0 (melk) 0,04 (muskel)	Ikke fastsatt	± 66 %

Deteksjonsgrense er blitt bestemt som 3 ganger signal støyforholdet (S/N) til minimum 5 ulike kromatogrammer av nyrer. Måleusikkerheten til metodene beregnes som summen av usikkerhet i presisjonen og usikkerhet i riktigheten. Kontrollmateriale er blitt benyttet som mål på vår presisjon. Gjenfinningen er blitt benyttet som mål for riktighet. Nye usikkerhetsgrenser er under utarbeidelse.

3.5.9 Analysemetoder for pesticider i honning

Planteforsk Pesticidlaboratoriet, Ås, TEST 085

Metodens referanse/ analysemetode	Analytter	Deteksjonsgrense	MRL	Måleusikkerhet (95 % konfidensintervall)
GC-ECD/NPD	Analyttene er analysert etter multimetode M40. Metoden omfatter de samme pesticidene som inngår i søkespekter for metode M41 "GC-multi frukt, grønnsaker og potet", men er i tillegg analysert for middmidlene coumafos, cymiazol, flumetrin og tau-fluvalinat	1/5 av det.gr. for metode M41. Se vedlegg 6.2 For coumafos: 0,002 mg/kg, cymiazol: 0,005 mg/kg, flumetrin: 0,01 mg/kg, tau-fluvalinat: 0,01 mg/kg	-	Kontrollprøve tilsatt et utvalg pesticider analyseres sammen med prøvene. Måleusikkerhet: 20 - 50 %. Metoden M40 er ikke akkreditert, men det er M41.

3.5.10 Metodeutvikling/validering

Det arbeides nå intenst ved alle laboratoriene med å validere analysemetodene i henhold til direktiv 2002/657/EC. Aker universitetssykehus, hormonlaboratoriet har slutført dette arbeid siden direktivets overgangsperiode for stoffgruppe A var til 1. september 2004. For stoffgruppe B er overgangsperioden til 1. september 2007.

4. Resultater

Hormoner ble ikke detektert av laboratoriene, mens det ble påvist legemiddelrester og forbudte stoffer i enkelte prøver. Forurensende stoffer og spesielt tungmetallet kadmium (grunnstoffer) ble funnet i flere prøver over kvantifiseringsgrensen og overskridelser av MRL der disse er satt.

I tabell 4.1. nedenfor er det satt opp en oversikt over antall dyr og næringsmidler det er tatt prøver av fordelt på stoffgrupper. (Tabell 4.1 går over flere sider.) Der det er for få eller for mange prøver i forhold til plan, er dette oppgitt i kolonnen "avvik". Kolonnen "Pos" viser antall prøver innen gjeldene art med funn over MRL. Vedlegg 6 gir en oversikt over alle analytter og prøvematerialer som er avgitt analysesvar i programmet i 2005, antall prøver analysert, samt resultater på formen "ikke påvist", "spor" eller "positiv".

Underkapitlene i 4.2 beskriver de enkelte stoffgruppene og stoffene som ble detektert og eventuelt kvantifisert i 2005.

Tabell 4.1	Storfe						Gris					
	Levende dyr			Næringsmidler			Levende dyr			Næringsmidler		
Stoffgruppe	Ant	Avvik	Pos	Ant	Avvik	Pos	Ant	Avvik	Pos	Ant	Avvik	Pos
SUM A+B	388	-29		624	-3	29	44	-16		405	-41	35
Sum A	388	-29		335	-17		44	-16		159	-27	
A1 Stilbener	74	-8		68	3		9	-1		34	-6	
A2 Tyreostatika	25	-18		22	-20		10			7	-13	
A3 Steroider	87	4		67	2		5	-5		35	-5	
A4 Resorsylsyrelaktoner	82	-1		68	3		8	-2		37	-3	
A5 Beta-agonister	80	-3		60	-5		9	-1		30		
A6 Annex IV - stoffer	40	-3		50			3	-7		16		
Sum B				289	14	29				246	-14	35
Sum B1				45	-5					60	-20	
B1 Tiamulin, penicillin										20	-10	
B1 Kinoloner				20						20		
B1 Sulfonamider				20						20	-10	
B1 Tetrasykliner				5	-5							
Sum B2				135	-20					95	-25	
B2a Anthelmintika				50						40		
B2b Coccidiostatika				10						10		
B2c Karbamater og pyretroider				20						10		
B2d Sedativer				25	-10					15	-15	
B2e NSAIDs				20						10		
B2f Andre farmakologisk aktive stoffer				10	-10					10	-10	
Sum B3				109	39	29				91	31	35
B3a Organiske klorforbindelser				20						20		
B3b Organofosfater				20						20		
B3c Grunnstoffer				69	44	29				41	31	35
B3d Mykotoksiner					-5					10		

Tabell 4.1	Småfe			Hest			Fjørfe					
	Næringsmidler			Næringsmidler			Levende dyr			Næringsmidler		
Stoffgruppe	Ant	Avvik	Pos	Ant	Avvik	Pos	Ant	Avvik	Pos	Ant	Avvik	Pos
SUM A+B	346	-38	14	25	-30		26	-4	1	383	-21	13
Sum A	102	-22					26	-4	1	95	-16	
A1 Stilbener	17	-7					3	-1		10		
A2 Tyreostatika	9	-1					3	-1			-10	
A3 Steroider	21	-4					4			5	-5	
A4 Resorsylsyrelaktoner	15	-10					3	-1		10		
A5 Beta-agonister	25						3	-1		10		
A6 Annex IV - stoffer	15						10		1	60	-1	
Sum B	244	-16	14	25	-30					288	-5	13
Sum B1	40	-10								120	-10	
B1 Tiamulin, penicillin												
B1 Kinoloner	20											
B1 Sulfonamider	20	-10								60	-5	
B1 Tetrasykliner										60	-5	
Sum B2	128	-17		25	-10					136		
B2a Anthelmintika	50									10		
B2b Coccidiostatika	18	-2								106		
B2c Karbamater og pyretroider	35									10		
B2d Sedativer	15	-15										
B2e NSAIDs	10			15	-5					10		
B2f Andre farmakologisk aktive stoffer				10	-5							
Sum B3	76	11	14		-20					32	5	13
B3a Organiske klorforbindelser	15									10		
B3b Organofosfater	15									5		
B3c Grunnstoffer	41	11	14		-20					14	8	13
B3d Mykotoksiner	5									3	-3	

Tabell 4.1	Rein			Hjort			Rådyr			Elg		
	Næringsmidler			Næringsmidler			Næringsmidler			Næringsmidler		
Stoffgruppe	Ant	Avvik	Pos	Ant	Avvik	Pos	Ant	Avvik	Pos	Ant	Avvik	Pos
SUM A+B	105	-15		22	-3		6	-19		41	-9	
Sum A	18	-2										
A1 Stilbener	2											
A2 Tyreostatika		-2										
A3 Steroider	2											
A4 Resorsylsyrelaktoner	2											
A5 Beta-agonister	6											
A6 Annex IV - stoffer	6											
Sum B	87	-13		22	-3		6	-19		41	-9	
Sum B1	40											
B1 Tiamulin, penicillin												
B1 Kinoloner												
B1 Sulfonamider	20											
B1 Tetrasykliner	20											
Sum B2	17	-13										
B2a Anthelmintika	7	-13										
B2b Coccidiostatika												
B2c Karbamater og pyretroider	10											
B2d Sedativer												
B2e NSAIDs												
B2f Andre farmakologisk aktive stoffer												
Sum B3	30			22	-3		6	-19		41	-9	
B3a Organiske klorforbindelser	10											
B3b Organofosfater												
B3c Grunnstoffer	20			22	-3		6	-19		41	-9	
B3d Mykotoksiner												

Tabell 4.1	Melk			Egg			Honning		
	Næringsmidler			Næringsmidler			Næringsmidler		
Stoffgruppe	Ant	Avvik	Pos	Ant	Avvik	Pos	Ant	Avvik	Pos
SUM A+B	243	-52		172	-28	1	20	-5	
Sum A	10			5	-5		5		
A1 Stilbener									
A2 Tyreostatika									
A3 Steroider									
A4 Resorsylsyrelaktoner									
A5 Beta-agonister									
A6 Annex IV - stoffer	10			5	-5		5		
Sum B	233	-52		167	-23	1	15	-5	
Sum B1	140			80			5		
B1 Tiamulin, penicillin	49	-1							
B1 Kinoloner									
B1 Sulfonamider	54	4		40					
B1 Tetrasykliner	37	-3		40			5		
Sum B2	40	-15		67	-3	1	10		
B2a Anthelmintika	24	-1							
B2b Coccidiostatika				52	2	1			
B2c Karbamater og pyretroider				15	-5				
B2d Sedativer									
B2e NSAIDs		-10							
B2f Andre farmakologisk aktive stoffer	16	-4					10		
Sum B3	53	-37		20	-20			-5	
B3a Organiske klorforbindelser	19	-1		20					
B3b Organofosfater	21	1							
B3c Grunnstoffer		-25			-20			-5	
B3d Mykotoksiner	13	-12							

4.1 Avvik i forhold til analyseplanen

De stoffgrupper som er merket med **rødt** ble påvirket av reduksjonen som Mattilsynet innførte fra juni. Siden reduksjonen ble innført nærmere 6 måneder inn i uttaksåret var noen prøver analysert ved laboratoriene, og resultater avgitt. De stoffgruppene som ikke ble redusert viser normal variasjon fra plan.

4.2 Enkeltresultater og kommentarer

Det er blitt funnet stoffer over deteksjonsgrense/påvisningsevne, og nedenfor er disse resultatene beskrevet. Sammen med art, prøvetype og konsentrasjon av analytt. Legg merke til at det er forskjell på om det er gjort funn over deteksjonsgrense og funn som er over MRL. Ved flere positive funn for en analytt er laveste og høyeste konsentrasjoner oppgitt (range).

4.2.1 Stoffgruppe A6: Forbudte stoffer

Det ble påvist kloramfenikol i en prøve fra kalkun. Konsentrasjonen til kloramfenikol ble målt til 0,2 µg/kg. Dette er et forbudt stoff, og kravet til metodens yteevne er satt lik 0,3 µg/kg. Laboratoriet overholder dette ved å ha en metode som har en påvisningsevne (CC₀) på 0,1 µg/kg. I denne rapport betegnes dette som et positivt funn (non-compliant). Mattilsynet fulgte opp tilfellet.

4.2.2 Stoffgruppe B2a: Anthelmintika

Det ble påvist benzimidazolet fenbendazol med metabolitter i en leverprøve fra sau. Konsentrasjonen til fenbendazol med metabolitter ble målt til 187 ng/g. Kvantifiseringsgrensen er 50 ng/g. Tillatt grense (MRL) er 500 ng/g for sum fenbendazol og metabolitter (inkl. oxfendazol). I denne rapport betegnes dette som et negativt funn (compliant). Mattilsynet fulgte opp tilfellet.

Det ble påvist avermektinet doramektin i en leverprøve av storfe. Konsentrasjonen av doramektin ble målt til 6,0 ng/g. Tillatt grense (MRL) er 100 ng/g i storfe. I denne rapport betegnes dette som et negativt funn (compliant). Mattilsynet fulgte opp tilfellet.

4.2.3 Stoffgruppe B2b: Coccidiostatika

Det ble funnet spor av narasin i en prøve av egg. Kvantifiseringsgrensen er 10 µg/kg. Spor betyr at innholdet er mellom deteksjonsgrense og kvantifiseringsgrensen, hvor deteksjonsgrensen er ca. 1/3 av kvantifiseringsgrensen. Det er ikke fastsatt en tillatt grense (MRL) for narasin. Det er ikke fastsatt krav til metodens yteevne. Men narasin er et stoff som ikke er tillatt brukt til eggproduserende høner. I denne rapport betegnes dette som et positivt funn (non-compliant). Mattilsynet fulgte opp tilfellet.

4.2.4 Stoffgruppe B3a: Organiske klorforbindelser

Det ble påvist PCB-138, PCB-153, PCB-180 og HCB i flere arter. (Se tabell 4.2.4.1 hvor art, matrise, analytt, totalt antall dyr og antall påviste funn med konsentrasjon er oppført.) Samtlige funn av organiske klorforbindelser viser lave nivåer. I denne rapport betegnes dette som negative funn (compliant).

4.2.4.1 Tabell. Resultater organiske klorforbindelser (kun resultater for analytter der det er gjort funn over deteksjonsgrense er oppgitt)

Dyreart	Matrise	Analytt	Antall analysert	Antall positive (> det. gr)	Konsentrasjon (range) µg / kg
Storfe	Fett	PCB - 153	20	11	3,5 - 5,0
Gris	Fett	PCB - 138	20	5	3,98 - 6,57
		PCB - 153	20	8	4,06 - 7,97
Småfe	Fett	PCB - 153	15	2	3,4 - 4,3
Kylling	Fett	PCB - 138	5	2	5,25 - 5,89
	Fett	PCB-153	5	5	4,26 - 8,10
Reinsdyr	Fett	PCB - 138	10	5	4,6 - 6,2
		PCB - 153	10	5	8,5 - 11,4
		PCB - 180	10	1	3,1
		HCB	10	10	22,8 - 51,6
Storfe	Melk	PCB - 138	19	5	0,36 - 0,56
		PCB - 153	19	11	0,42 - 0,72
Høns	Egg	PCB - 138	20	3	1,2 - 1,4
		PCB - 153	20	5	2,2 - 2,6

4.2.5 Stoffgruppe B3c: Grunnstoffer

Situasjonen for stoffgruppe B3c var meget spesielle i Norge i 2005. I overvåkningsprogrammet for kraftfôr ble det påvist meget høye verdier av kadmium. Kraftfôret var blitt fordelt til storfe-, småfe-, fjørfe- og griseprodusenter, i tillegg til fiskeoppdrett. Mattilsynet begynte tidlig å samle prøver fra besetninger som hadde mottatt dette kraftfôr, for å treffe nødvendige tiltak. Disse mistenkte prøveuttakene ble analysert for kadmium.

EU har satt MRL for kadmium i lever, nyre og muskel i artene storfe, småfe, fjørfe og gris (9). Dette blir regnet som positivt funn (non-compliant), hvis et eller flere matriser (organer) i et dyr er over MRL. Det er ikke satt MRL for kadmium i artene rein, elg, hjort eller rådyr.

I tabell 4.2.5.1 er resultatene over MRL fordelt på matrise, art og totalt antall dyr.

4.2.5.1 Tabell. Antall prøver med funn over MRL for kadmium (Cd) fordelt på matrise, art og totalt antall dyr analysert

Dyr	Cd i lever	Cd i nyre	Cd i muskel	Tot ant dyr
Storfe	9	29	-	69
Gris	27	35	1	41
Småfe	4	14	-	41
Fjørfe	9	13	1	14

MRL for Cd: lever: 0,5 mg/kg
 nyre: 1,0 mg/kg
 muskel: 0,05 mg/kg

De forskjellige prøvene, som er blitt betegnet som positive, ble hentet inn av forskjellige DK innen Mattilsynet.

Storfe: Prøvene var tatt fra besetninger i Buskerud, Østfold, Oppland, Rogaland, Møre og Romsdal, Sør-Trøndelag, Nord-Trøndelag og Nordland fylke.

Gris: Prøvene var tatt fra besetninger i Østfold og Vestfold fylke.

Sau: Prøvene var tatt fra besetninger i Akershus, Buskerud, Hedemark, Oppland, Rogaland, Sogn og Fjordane, Hordaland, Nord-Trøndelag og Troms fylke.

Fjørfe: Prøvene var tatt fra besetninger i Østfold fylke

Resterende del av analyseplanen ble frafalt, og analyseplanen for rein, elg, hjort og rådyr ble endret til kun å gjelde analyse av kadmium. Det ble derfor ikke analysert etter kadmium i hest, egg eller honning, eller etter bly i artene storfe, gris, småfe, hest, fjørfe, melk, egg eller honning.

I tabell 4.2.5.2 er alle resultater over deteksjonsgrense ført opp.

4.2.5.2 Tabell. Resultater. Kadmium (Cd). Kun resultater der det er gjort funn over deteksjonsgrense er oppgitt.

Dyreart	Matriks	Analytt	Antall analysert	Antall positive (> det.gr.)	Konsentrasjon (range)mg/kg
Storfe	Lever	Cd	69	67	0,013 - 1,2
	Nyre	"	64	63	0,095 - 4,7
	Muskel	"	19	15	0,001 - 0,011
Gris	Lever	Cd	37	37	0,016 - 6,5
	Nyre	"	37	37	0,11 - 48
	Muskel	"	25	25	0,002 - 0,053
Småfe	Lever	Cd	40	32	0,005 - 1,1
	Nyre	"	40	31	0,002 - 5,2
	Muskel	"	15	11	0,001 - 0,007
Fjørfe	Lever	Cd	14	14	0,12 - 4,2
	Nyre	"	14	14	0,25 - 33
	Muskel	"	9	9	0,014 - 0,057
Reinsdyr	Lever	Cd	20	20	0,096 - 2,9
	Nyre	"	20	20	0,40 - 10,6
	Muskel	"	20	20	0,002 - 0,15
Elg	Lever	Cd	40	40	0,072 - 3,0
	Nyre	"	40	40	0,081 - 11
	Muskel	"	41	40	0,001 - 0,029
Hjort	Lever	Cd	22	22	0,006 - 1,0
	Nyre	"	22	22	0,028 - 2,3
	Muskel	"	22	20	0,001 - 0,16
Rådyr	Lever	Cd	6	6	0,070
	Nyre	"	6	6	0,41 - 4,2
	Muskel	"	6	6	0,001 - 0,007

4.2.6 Stoffgruppe B3d: Mykotoksiner

Alle resultatene viste nivåer under den foreslåtte MRL fra EU (5 µg/kg) for ochratoksin A i nyre, og den vedtatte MRL for aflatoksin M1 i melk (9). I tabell 4.2.6.1 er det ført de resultater som var over deteksjonsgrense.

4.2.6.1 Tabell. Resultater mykotoksiner (kun resultater for matrikser der det er gjort funn over deteksjonsgrense er oppgitt).

Dyreart	Matriks	Analytt	Antall analysert	Antall positive (>det. gr.)	Konsentrasjon (range)
Gris	Nyre	Okratoksin A	10	4	0,08 - 0,23 µg / kg
Storfe	Melk	Afla M1	13	6	0,00026 - 0,0084 µg / L

Anbefalt MRL for okratoksin A i nyre: 5 µg/kg.
MRL aflatoksin M1 i melk: 0,05 µg/kg

5. Referanser

1. EU direktiv 86/469/EC: Official Journal L 275 , 26/09/1986 P. 0036 - 0045
2. EU direktiv 96/23/EC: Official Journal L 125 , 23/05/1996 P. 0010 - 0032
3. EU beslutning 97/747/EC: Official Journal L 303 , 06/11/1997 P. 0012 - 0015
4. FOR 2000-01-27 nr 65: Forskrift om kontrolltiltak for restmengder av visse stoffer i animalske næringsmidler, produksjonsdyr og fisk for å sikre helsemessig trygge næringsmidler.
5. FAO/WHO Food Standard Codex Alimentarius http://www.codexalimentarius.net/web/index_en.jsp
6. EU forordning 2377/90/EC: Official Journal L 224 , 18/08/1990 P. 0001 - 0008
7. The European Medicines Agency <http://www.emea.eu.int/>
8. Maximum Residue Limit. Søkbar database: <http://www.emea.eu.int/index/indexv1.htm>
9. EU regulering 466/2001/EC: Official Journal L 77 , 16/03/2001 P. 0001 - 0013
1. med tillegg: 221/2002/EC: Official Journal L 37 , 07/02/2002 P. 0004 - 0006
10. EU regulering 2375/2001/EC: Official Journal L 321 , 06/12/2001 P. 0001 - 0005

11. FOR 1996-10-10 nr 997: Forskrift om grenseverdier for rester av veterinærpreparater i næringsmidler av animalsk opprinnelse. Veterinærpreparatrestforskriften.
12. EU direktiv 2002/657/EC: Official Journal L 221 , 17/08/2002 P. 0008 - 0036
13. EU beslutning 2003/181/EC: Official Journal L 071 , 15/03/2003 P. 0017 - 0018
14. EU beslutning 2005/25/EC: Official Journal L 006 , 10/01/2005 P. 0038 - 0039
15. Folkehelseinstituttet. Miljø og helse - en forskningsbasert kunnskapsbase. <http://www.fhi.no/dav/CAD879FBA2.pdf>
16. Philip Wexler. Encyclopedia of toxicology. Academic Press, 1998, ISBN: 0-12-227220-X
17. Fagsenteret for fjørfe. <http://www.fjorfe.org>

6. Vedlegg

Tabell 6.1 gir en oversikt over alle analytter som inngår i programmet, antall og type prøver analysert og resultat. "Ikke påvist" (i.p.) angir at det ikke er funn over deteksjonsgrense. "Spør" tilsier funn over deteksjonsgrense/påvisningsevne. "Positiv" angir funn over MRL eller MPRL.

Tabell 6.1 Stoffgruppe	Analytt	Antall prøver levende dyr analysert/resultat	Antall prøver slakt analysert/resultat
A1 Stilbener	dietylstilbestrol, hexoestrol, dionoestrol	74 urin storfe/ i.p. 9 urin gris/ i.p. 2 kjøtt kylling*/ i.p. 1 kjøtt kalkun*/ i.p.	68 urin storfe/ i.p. 34 urin gris/ i.p. 17 urin sau/ i.p. 5 kjøtt kylling/ i.p. 5 kjøtt kalkun/ i.p. 2 kjøtt rein/ i.p.
A2 Tyreostatika	Tapazol, tiouracl metyltiouracil, dimetyltiouracil, propyltiouracil mercaptobenzimidazol	25 urin storfe/ i.p. 10 plasma gris/ i.p. 3 plasma kylling/ i.p.	22 plasma storfe/ i.p. 7 kjøtt, urin gris/ i.p. 9 plasma sau/
A3 Steroider	nor-testosteron, trenbolon	87 urin storfe/ i.p. 5 urin gris/ i.p. 2 kjøtt kylling*/ i.p. 2 kjøtt kalkun*/ i.p.	67 urin storfe/ i.p. 35 urin gris/ i.p. 21 urin sau/ i.p. 5 kjøtt kylling/ i.p. 2 kjøtt reinsdyr/ i.p.
	melengestrolacetat, klormadinonacetat, medroksyprogesteronacetat, megestrolacetat		50 fett storfe/ i.p.
A4 Resorsylsyre-laktoner	Zeranol	82 urin storfe/ i.p. 8 urin gris/ i.p. 1 kjøtt kylling*/ i.p. 2 kjøtt kalkun*/ i.p.	68 urin storfe/ i.p. 37 urin gris/ i.p. 15 urin sau/ i.p. 5 kjøtt kylling/ i.p. 5 kjøtt kalkun/ i.p. 2 urin reinsdyr/ i.p.
A5 Beta-agonister	clenbuterol, salbutanol, cimaterol, mabuterol, terbutaline	80 urin storfe/ i.p. 9 urin gris/ i.p. 1 kjøtt kylling*/ i.p. 2 kjøtt kalkun*/ i.p.	60 lever storfe/ i.p. 30 lever gris/ i.p. 25 lever sau/ i.p. 5 lever kylling/ i.p. 5 lever kalkun/ i.p. 6 lever reinsdyr/ i.p.
A6 Stoffer på vedlegg IV i Rfo 2377/90	kloramfenikol	40 urin storfe/ i.p. 3 urin gris/ i.p. 7 kjøtt kalkun*/ 1 positiv	50 kjøtt storfe/ i.p. 16 kjøtt gris/ i.p. 15 kjøtt sau/ i.p. 10 kjøtt kylling/ i.p. 5 kjøtt høns/ i.p. 10 kjøtt kalkun/ i.p. 6 kjøtt rein/ i.p. 10 melk/ i.p. 5 egg/ i.p. 5 honning/ i.p.
	nitrofuraner (metabolitter): AOZ, AMOZ, AHD, SEM	40 urin storfe/ i.p. 3 urin gris/ i.p. 4 kjøtt kylling*/ i.p. 3 kjøtt kalkun*/ i.p.	15 kjøtt storfe/ i.p. 10 kjøtt gris/ i.p. 30 kjøtt kylling/ i.p. 5 kjøtt høns/ i.p. 20 kjøtt kalkun/ i.p.
	dimetridazol, metronidazol		10 kjøtt gris/ i.p. 10 kjøtt kylling/ i.p. 5 kjøtt høns/ i.p. 25 kjøtt kalkun/ i.p.
B1 Antibakterielle midler	sulfadoxin, sulfadiazin, sulfadimidin		20 kjøtt storfe/ i.p. 20 kjøtt gris/ i.p. 20 kjøtt sau/ i.p. 30 kjøtt kylling/ i.p. 5 kjøtt høne/ i.p. 25 kjøtt kalkun/ i.p.

Tabell 6.1 Stoffgruppe	Analytt	Antall prøver levende dyr analysert/resultat	Antall prøver slakt analysert/resultat
			20 kjøtt rein/ i.p. 38 storfemelk/ i.p. 16 geitemelk 40 egg/ i.p.
	Enrofloksasin		20 kjøtt storfe/ i.p. 20 kjøtt gris/ i.p. 20 kjøtt sau/ i.p.
	Tiamulin		20 kjøtt gris/ i.p.
	Oksytetrasyklin		5 kjøtt storfe/ i.p. 30 kjøtt kylling/ i.p. 5 kjøtt høne/ i.p. 25 kjøtt kalkun/ i.p. 20 kjøtt rein/ i.p. 37 storfemelk/ i.p. 5 honning/ i.p.
	Penicillin		49 storfemelk/ i.p.
B2a Antelmintika (Benzimidazolene)	Albendazol, albendazol sulfoksid, albendazol sulfon, fenbendazol, fenbendazol sulfon, oxfendazol,		50 lever storfe/ i.p. 40 lever gris/ i.p. 50 lever sau/ 1 spor 5 lever kylling/ i.p. 5 lever kalkun/ i.p. 17 storfemelk/ i.p.
(Avermektiner)	ivermektin, doramektin, eprinomektin, moxidektin		49 lever storfe/ 1 spor 40 lever gris/ i.p. 49 lever sau/ i.p. 7 lever rein/ i.p. 24 storfemelk/ i.p.
(Karbanilidet)	Imidokarb		0 prøver
B2b Coccidiostatika	Toltrazuril, toltrazurilsulfon		10 kjøtt storfe/ i.p. 10 kjøtt gris/ i.p. 18 kjøtt sau/ i.p. 3 kjøtt høne/ i.p. 25 kjøtt kalkun/ i.p.
	narasin, amprolium, monensin, lasalocid, salinomycin		50 kjøtt kylling/ i.p. 3 kjøtt høne/ i.p. 25 kjøtt kalkun/ i.p. 52 egg/ 1 positiv
B2c Karbamater og pyretrorider	Flumetrin, cypermetrin		20 lever storfe/ i.p. 10 lever gris/ i.p. 35 lever sau/ i.p. 5 lever kylling/ i.p. 5 lever kalkun/ i.p. 10 lever rein/ i.p. 15 egg/ i.p.
B2d Sedativer	Azaperon, azaperol, xylazin		25 nyre storfe/ i.p. 15 nyre gris/ i.p. 15 nyre sau/ i.p.
B2e NSAIDs	Ketoprofen		20 kjøtt storfe/ i.p. 10 kjøtt gris/ i.p. 10 kjøtt sau/ i.p. 5 kjøtt kylling/ i.p. 5 kjøtt kalkun/ i.p.
	Flunixin		20 kjøtt storfe/ i.p. 10 kjøtt gris/ i.p. 15 kjøtt hest/ i.p.
	Fenylbutason		15 kjøtt hest/ i.p.
B2f Andre farmakologiske aktive stoffer	dexametason, prednisolon		10 kjøtt storfe/ i.p. 10 kjøtt gris/ i.p. 10 kjøtt hest/ i.p. 16 kumelk/ i.p.

Tabell 6.1 Stoffgruppe	Analytt	Antall prøver levende dyr analysert/resultat	Antall prøver slakt analysert/resultat
	Middmidler: coumafos, cymiazol, flumetrin, tau-fluvalinat. + søkespekter over pesticidene**		10 honning/ i.p.
B3a Organo- kloriner	HCB, sum HCH, heptaklor, aldrin, endrin, lindan, dieldrin, metoksyklor, mirex, sum DDT, klordan, PCB (28, 52, 101, 105, 118, 138, 153, 156, 170, 180)		20 fett storfe/ 11 spor av PCB-153 20 fett gris/ 5 spor av PCB 138, 8 spor av PCB-153 15 fett sau/ 2 spor av PCB-153 5 fett kylling/ 2 spor av PCB-138, 5 spor av PCB-153 5 fett kalkun/ i.p. 10 fett rein/ 5 spor av PCB-138, 5 spor av PCB-153, 1 spor av PCB-180 og 10 spor av HCB 19 melk/ 3 spor av PCB-138, 5 spor av PCB-154 20 egg/ 3 spor av PCB-138, 5 spor av PCB-153
B3b Organofosfater	Diklorvos, diazinon, coumafos, heptenofos, fosmet		20 lever storfe/ i.p. 20 lever gris/ i.p. 15 lever sau/ i.p. 5 lever kylling/ i.p. 21 storfemelk/ i.p.
B3c Grunnstoffer	Cd		69 lever storfe/ 9 positive 64 nyre storfe/ 29 positiv 19 kjøtt storfe/ i.p. 37 lever gris/ 27 positive 37 nyre gris/ 35 positive 25 kjøtt gris/ 1 positiv 32 lever sau/ 4 positiv 31 nyre sau/ 14 positive 11 kjøtt sau/ i.p. 14 lever fjørfe/ 9 positive 14 nyre fjørfe/ 13 positive 9 kjøtt fjørfe/ 1 positiv 20 lever rein/ 18 spor 20 nyre rein/ 19 spor 20 kjøtt rein/ 3 spor 22 lever hjort/ 1 spor 22 nyre hjort/ 10 spor 22 kjøtt hjort/ 5 spor 6 lever rådyr/ i.p. 6 nyre rådyr/ 3 spor 6 kjøtt rådyr/ i.p. 41 lever elg/ 14 spor 41 nyre elg/ 29 spor 41 kjøtt elg/ i.p.
B3d Mykotosiner	Okkratoksin A		10 nyre gris/ 4 spor 5 nyre sau/ i.p. 3 nyre høne/ i.p. 13 storfemelk/ i.p.
	Aflatoksin M1		13 storfemelk/ 6 spor

* Kjøttprøver av levende dyr betyr at prøven er tatt i besetning (ikke på slakteri).

**Metoden omfatter pesticidene (ca 200 stoffer) som er oppført i tabell 6.2. I tillegg til middmidlene nevnt.

Tabell 6.2. Søkespekter for pesticider.



Søkespekter for GC-multi frukt, grønnsaker og potet (M41)

Pesticid	Best.u grense mg/kg	Pesticid	Best.u grense mg/kg	Pesticid	Best.u grense mg/kg
Acefal	I 0,05	Fenheksamid	S 0,02	Metlaksyli	S 0,05
Akilonifen	U 0,02	Fenitroton	I 0,02	Metamidofos	I 0,05
Akrinatrik	I 0,02	Fenklorfos	I 0,02	Molamitron	U 0,05
Aldrin	I 0,01	Fenpropatrik	I 0,02	Metidation	I 0,05
Alfacypermetrin	J 0,05	Fenpropidin	S 0,05	Metokalklor	I 0,02
Azinfosetyl	I 0,05	Fenpropimorf	S 0,05	Metribuzin	U 0,05
Azinfosetyli	I 0,05	Fention	I 0,02	Mevinfos	I 0,05
Azoxystrobin	S 0,02	Fention sulfoksid	M 0,02	Monokrotofos	I 0,05
Benalaksyli	S 0,05	Fention sulfon	M 0,02	Myklotobutanil	S 0,05
Bifenatrik	I 0,02	Fenvalerat	I 0,02	Nikobifen	S 0,02
Dinapatrik	S 0,02	Fipronil	I 0,01	Nitrofen	U 0,01
Bifenatrik	S 0,05	Fluzzinem	S 0,05	Oksadiksyli	S 0,05
Bromofos	I 0,02	Flucytrinat	I 0,05	Ometoat	I 0,05
Bromokosetyl	I 0,02	Fludloksanil	S 0,05	Osakton	I 0,02
Bromopropylet	I 0,05	Flusilezol	S 0,05	Parallonmetyl	I 0,05
Bupratrik	S 0,02	Flutalanil	S 0,02	Pendacyron	S 0,05
Cyanazlin	U 0,05	Folpet	S 0,05	Penkonazol	S 0,02
Cyflutrin beta	I 0,02	Forat	I 0,02	Permetrin	I 0,05
Cymoksanil	S 0,02	Fosalon	I 0,05	Pirimifosmetyl	J 0,05
Cypermethrin	I 0,05	Foslamidon	I 0,05	Pirimikarb	I 0,05
Cyprodinil	S 0,02	Fosmet	I 0,05	Procynidon	S 0,02
Cyprokonazol	S 0,05	HCB	S 0,01	Profen	U/V 0,05
DDD-p,p'	M 0,02	HCH alfa	I 0,01	Profenofos	I 0,02
DDE-p,p'	M 0,02	HCH beta	I 0,01	Prindonez	S 0,05
DDT-o,p'	I 0,02	Heptaklor	I 0,01	Propatrik	U 0,01
DDT-p,p'	I 0,02	Heptaklor epoksid	M 0,01	Propaklor	U 0,05
Deltamethrin	I 0,05	Heptenofos	I 0,02	Propikonazol	S 0,05
Demeton-S-metyl	I 0,01	Imazilil	S 0,05	Propoksur	I 0,05
Demeton-S-metyl sulfon	M 0,05	Indoksakarb	I 0,02	Propyzensid	U 0,02
Diezinon	I 0,02	Iprodion	S 0,02	Protiofos	I 0,02
Dieldrin	I 0,01	Isofenfos	F 0,02	Pyriklotrobin	S 0,05
Dietofenkarb	S 0,02	Isofenfos oksan	M 0,02	Pyrazofos	S 0,05
Difenylamin	S 0,05	Kadusafos	I 0,01	Pyridaben	I 0,02
Diklofluamid	S 0,05	Kaptakli	S 0,05	Pyrifosoks	S 0,02
Dikloran	S 0,02	Kaptan	S 0,05	Pyrimetanil	S 0,02
Diklorvos	I 0,05	Karbaryl	I 0,1	Simazin	U 0,05
Dkafol	J 0,05	Kinometonat	S 0,02	Spiloksantri	S 0,05
Dikrotofos	I 0,05	Klorbensillat	I 0,02	Sulfotep	I 0,02
Dimetolat	I 0,02	Klorfenvirifus	I 0,02	Tebukonazol	S 0,05
Disulfoton	I 0,02	Klorprofam	U/V 0,05	Teknazen	S 0,01
Disulfoton sulfoksid	M 0,5	Klorpyrifos	I 0,02	Terbufos	I 0,01
Disulfoton sulfon	M 0,01	Klorpyrifosmetyl	I 0,02	Terbutylazid	U 0,02
Endosulfan alfa	I 0,02	Klorfalonil	S 0,01	Tetradifon	I 0,02
Endosulfan beta	I 0,02	Klozotriat	S 0,02	Tiebendazol	S 0,05
Endosulfan sulfat	M 0,02	Kresokselmetyl	S 0,05	Tiometon	I 0,05
Endrin	I 0,01	Kvinalfos	I 0,02	Tolklorametyl	S 0,01
Esfenvalerat	I 0,02	Kvintozen	S 0,01	Tolyflusazid	S 0,02
Etilofenkarb	I 0,1	Lambdacyhalotrin	I 0,02	Triadknefon	S 0,02
Etlon	I 0,02	Lindan	I 0,01	Triedimenol	S 0,05
Etoprofos	I 0,01	Lindan	U 0,05	Triazofos	I 0,02
Etrinifos	I 0,01	Maleokson	M 0,02	Trifloksystrobin	S 0,02
Fenamifos	I 0,05	Maklition	I 0,05	Triklorfon	I 0,05
Fenamifos sulfoksid	M 0,1	Mekkarham	I 0,05	Trikloronat	I 0,02
Fenamifos sulfon	M 0,1	Mepanipirim	S 0,02	Vamldetlan	I 0,05
Fenazimol	S 0,05	Metakrifos	I 0,01	Vinklozolin	S 0,02
Fenazakvin	I 0,02				

For flere opplysninger, se bakskjema

11.07.05

K:\VDM\søkespekter\M41m41M41-2-2005

☞ Bestemmelsesgrensen er den laveste konsentrasjonen av stoffet som kan bestemmes med metoden.

I: Skadedymiddel (insekticid)
S: Soppmiddel (fungicid)
U: Ugrasmiddel (herbicid)
M: Mestbittel
V: Vekstregulator

Følgende stoffer er ikke akkreditert pr. 11.07.05: Aklonifen, akrinatriin, cyanazolin, cymoksanil, dlkrotofos, dieulfoton sulfoksid, dieulfoton sulfon, etoprofos, fipronil, indoksekarb, kedusefos, nikobifen, nitrofen, oksadiksyli, prometryn, pyraklostrobin, spiroksamin, terbufos og trifloksystrobin.

For multimetoder oppgis bare de pesticider som påvises ved analysen. De andre pesticidene som metoden omfatter, er da ikke påvist over bestemmelsesgrensene. Dersom analyse-resultatet er oppgitt som "Ikke påvist" for en metode, betyr det at ingen av stoffene som metoden omfatter er funnet i konsentrasjoner over rettleidende bestemmelsesgrense. Endringer i forhold til de rettleidende bestemmelsesgrensene blir oppgitt på analysebeviset.

Opplysninger om målesikkerhet kan fås ved henvendelse til laboratoriet.

11.07.05

K:\ADR\Isokaspek\101m41\1141-2-05