

2020:00146 - Åpen

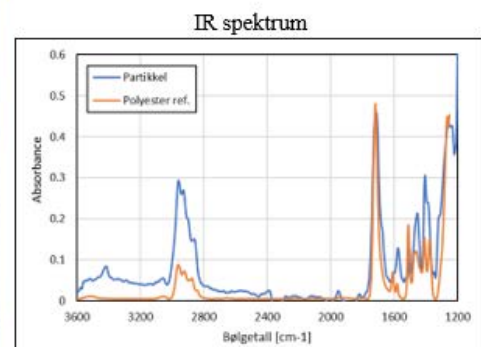
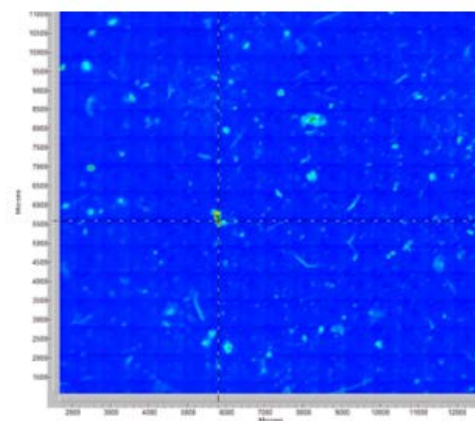
# Rapport

## Kartlegging av mikroplast og plastmyknere i marine ingredienser

### Forfattere

Jannicke F. Remme

Andy Booth, Julia Farkas og Stephan Kubowicz



# Rapport

## Kartlegging av mikroplast og plastmyknere i marine ingredienser

|                  |                   |                |             |
|------------------|-------------------|----------------|-------------|
| <b>RAPPORTNR</b> | <b>PROSJEKTNR</b> | <b>VERSJON</b> | <b>DATO</b> |
| 2020:00146       | 302004224         | 3              | 2020-02-28  |

**EMNEORD:**

Mikroplast,  
plastmykner, fiskemel,  
fiskeolje, marine  
ingredienser

**FORFATTER(E)**

Jannicke F. Remme,  
Andy Booth, Julia Farkas, Stephan Kubowicz

**OPPDRA GSGIVER(E)**

FHF v. Eirik Sigstadstø

**OPPDRA GSGIVERS REF.**

901520

**ANTALL SIDER OG VEDLEGG:**

15

**GRADERING**

Åpen

**GRADERING DENNE SIDE**

Åpen

**ISBN**

978 82 14 06312 7

**SAMMENDRAG**

Prosjektets hovedmål var å kartlegge innhold av mikroplast og plastmyknere i marine ingredienser. Det har blitt analysert mel- og oljeprøver fra laks, pelagisk og hvitfisk. Det ble funnet plastpartikler i en pelagisk olje. Det er sannsynlig at det finnes mindre mikroplastpartikler i flere av prøvene, men på grunn av store datamengder er det tidkrevende å analysere alle prøvene manuelt. Det ble funnet plastmyknere i fire av ni oljeprøver og i tre av ni melprøver. Det er plastmyknerne DEHA, DBP og DEHA som er funnet. Det ble funnet plastmyknere i alle arter som ble analysert. Den pelagiske prøven som inneholdt mikroplast, inneholdt ikke plastmyknere.

The main goal of the project was to map the content of microplastics and plastic softeners in marine ingredients. Flour and oil samples from salmon, pelagic and white fish have been analyzed. Plastic particles were found in a pelagic oil. It is likely that there are smaller microplastic particles in several of the samples, but due to large amounts of data it is time consuming to analyze all the samples manually. Plastic softeners were found in four out of nine oil samples and in three out of nine flour samples. The plastic softeners DEHA, DBP and DEHA have been found. Plastic softeners were found in all species analyzed. The pelagic sample containing microplastics, did not contain plastic softeners.

**UTARBEIDET AV**

Jannicke F. Remme

Jannicke F. Remme

**KONTROLLERT AV**

Rachel Tiller

Rachel Tiller

**GODKJENT AV**

Hanne Digre

Hanne Digre

# Historikk

---

| VERSJON | DATO       | VERSJONSBEKRIVELSE  |
|---------|------------|---|
| 1       | 2020-02-28 | Dokumentet er opprettet   |
| 2       | 2020-03-09 | Redigert i forhold tilbakemelding.<br>Sammendrag på norsk og engelsk<br>Opprettet kapittel 2 Nytteverdi,<br>kap 7 Hovedfunn og kap. 8 Leveranser.<br>Rettet opp prosjektnummer hos FHF til 901520 |
| 3       | 2020-03-13 | Kvalitetssikret   |

---

# Innholdsfortegnelse

|          |   |           |
|----------|---|-----------|
| <b>1</b> | <b>Bakgrunn</b> .....                             | <b>4</b>  |
| 1.1      | Mikroplast .....                                  | 4         |
| 1.2      | Plastmyknere .....                                | 5         |
| <b>2</b> | <b>Nytteverdi</b> .....                           | <b>6</b>  |
| <b>3</b> | <b>Materialer og metoder</b> .....                | <b>6</b>  |
| 3.1      | Prøveuttak, prøvehåndtering og -preparering. .... | 6         |
| 3.2      | Analyse av mikroplast .....                       | 7         |
| 3.3      | Analyse av plastmyknere .....                     | 8         |
| <b>4</b> | <b>Resultater</b> .....                           | <b>9</b>  |
| 4.1      | Mikroplast i marine ingredienser.....             | 9         |
| 4.2      | Plastmyknere i marine ingredienser .....          | 11        |
| <b>5</b> | <b>Diskusjon</b> .....                            | <b>13</b> |
| <b>6</b> | <b>Konklusjon</b> .....                           | <b>14</b> |
| <b>7</b> | <b>Hovedfunn</b> .....                            | <b>14</b> |
| <b>8</b> | <b>Leveranser</b> .....                           | <b>14</b> |
| <b>9</b> | <b>Referanser</b> .....                           | <b>15</b> |

## Tabeller

|   |           |
|---|-----------|
| <i>Tabell 1: Oversikt over prøver som ble samlet inn for analyse av mikroplast og plastmyknere. Det ble samlet både olje og melprøver. ....</i> | <i>6</i>  |
| <i>Tabell 2: Kort oversikt over detekterte plastmyknere i fiskemel og fiskeolje .....</i>   | <i>11</i> |
| <i>Tabell 3: Oppsummering av publiserte funn av mikroplast i nordiske fiskearter. ....</i>  | <i>13</i> |

## Figurer

|   |           |
|---|-----------|
| <i>Figur 1: Alle prøvene fra laks og pelagisk, samt en oljeprøve fra hvitfisk(Olje3), ble samlet i aluminiumsflasker. To av mel- og oljeprøvene ble sendt i plastposer og flasker (Hvitfisk 1 og 2). En melprøve kom i plastsekk (Mel3). ....</i> | <i>7</i>  |
| <i>Figur 2: IR mosaikker av de forskjellige prøvene. ....</i>   | <i>10</i> |
| <i>Figur 3: Hvitfiskolje-prøve. Zoomet inn i mosaikk og IR spektrum av partikkelen under krysset (til høyre). ....</i>  | <i>10</i> |
| <i>Figur 4: Pelagisk melprøve. Zoomet inn i mosaikk og IR spektrum av partikkelen under krysset (høyre) ...</i>   | <i>11</i> |
| <i>Figur 5: Innhold av ulike plastmyknere i fiskemel fra laks, pelagisk og hvitfisk .....</i>   | <i>12</i> |
| <i>Figur 6: Innhold av ulike plastmyknere i fiskeolje fra laks, pelagisk og hvitfisk .....</i>  | <i>12</i> |

### BILAG/VEDLEGG

[Skriv inn ønsket bilag/vedlegg]

## 1 Bakgrunn

**Global befolkningsvekst og megatrender innen helse vil øke etterspørselen etter sunne sjømatprodukter. Med en eksport på 2,6 millioner tonn er sjømat fra Norge en sterk merkevare og en naturlig leverandør av sunn og ren mat. Langs hele norskekysten vokser det også fram en innovativ og stadig større bransje innen marine ingredienser, som produserer ingredienser til dyrefôr, fiskefôr og til humant konsum fra marint restråstoff. I prosjektet PRIMA har SINTEF, sammen med flere industripartnere, analysert innholdet av mikroplast og plastmyknere i marine ingredienser: fiskeolje og fiskemel.**

De marine industrimiljøene langs kysten har vokst seg sterke gjennom å kombinere lokal tilgang til råstoff med utvikling av verdensledende kompetanse innen produksjon og marked, noe en sjømateksport på 99,5 mrd kroner (2018) bekrefter. De største volumene for marine ingredienser kommer fra lakseproduksjon. Det finnes flere veletablerte produsenter av både fiskemel, hydrolysat og olje fra laks. Produkter som ikke oppnår den kvaliteten som kreves for humant konsum, selges som fôr.

Ny teknologi fører nå til at flere havgående skip bruker restråstoff fra hvitfisk til produksjon av fiskeolje og fiskemel. På landsiden finnes det også en rekke oljefabrikker. Fiskeolje benyttes tradisjonelt til tran og andre omega 3 produkter. Fiskemel anvendes hovedsakelig til fôr, men det pågår FoU aktiviteter for å løfte dette inn i humant konsum segmentet.

Norge ønsker en økning i foredlingsgraden for pelagisk råstoff, 1-2 % opptil 20-25 % (Pelagisk løft (FHF)). Dette gir et potensiale for 35 000 tonn avskjær (tilsvarende 315 millioner anbefalte dagsdoser omega-3), med en potensiell oljeverdi på 105 MNOK<sup>1</sup>. Pelagisk industri produserer allerede fiskemel og olje til fôr, men nå ønsker også denne industrien å løfte produktene sine opp til humant konsum.

Felles for industrien er at de utnytter marint restråstoff. EFSA (Europas matsikkerhetsorgan) slår i en rapport [1] fast at fisk kan ha høye konsentrasjoner av **mikroplast**, men siden det opptrer **mest i mage og tarm**, blir de vanligvis skilt ut og forbrukerne blir ikke utsatt for dem. Dette bekreftes blant annet av resultater fra det pågående JPI Oceans prosjektet PLASTOX [2], koordinert av SINTEF Ocean, som tyder på at opptak og potensiell akkumulering av partikler forekommer kun med mindre partikkelstørrelser (<10 µm). **Mage/tarm er en del av råstoffgrunnlaget for produksjon av marine ingredienser og det er behov for å undersøke innholdet av mikroplast i disse produktene.**

### 1.1 Mikroplast

I motsetning til andre områder i verden, der mikroplast har blitt studert i en rekke arter [3,4,5,6,16], finnes det svært lite data på mikroplast i de norske kommersielle artene laks, makrell og torsk. En studie fra Nordsjøen viser funn av plast i 2,6 % av undersøkt fisk [7]. Studiet inkluderte flere typer hvitfisk og makrell, og viser funn av plast i torsk, men ikke i makrell.

En stor utfordring knyttet til eksisterende studier av mikroplast er metodikk (prøvetaking, prøvepreparering og analyser). Variasjon i prøvevolum og metodikk for prøvetaking, kombinert med et hav av ulike ekstraksjonsmetoder for mikroplast, kan føre til store forskjeller i hvor mye mikroplast som er tilgjengelig for analyse. I tillegg analyseres selve mikroplasten med mange ulike metoder, så også metoden kan gi store utslag. For eksempel er kartlegginger som er gjennomført med enkel "visuell identifisering" med lysmikroskopi både raske og billige, men begrensingen i metoden ligger i at det er et stort problem med feiltolkning i tillegg til at metoden kan vise et lavere innhold av mikroplast enn analyser med økt

<sup>1</sup> Beregnet fra utvunnet fettinnhold på 20 % og et omega-3 innhold på 4,5%

nøyaktighet og lavere deteksjonsgrense (disse er ofte mer kostbare og tidskrevende). Det er viktig å nevne at det i dag ikke finnes standardiserte metoder for prøvetaking, prøvepreparering og analyser, og det er derfor veldig vanskelig å vurdere resultater opp mot hverandre.

## 1.2 Plastmyknere

Vi omgir oss med plastprodukter. I mange av produktene er det tilsatt plastmyknere. Plastmyknere er i hovedsak noe vi kaller ftalater. Ftalater er ikke et bestemt stoff, men en rekke forskjellige kjemiske stoffer med ulike fysiske og kjemiske egenskaper. De første ftalaten ble produsert allerede på 1920 tallet, som dietylheksylftalat (DEHP) [8]. Fra 1933 ble DEHP tilsatt PVC, noe som resulterte i produkter med interessante produkttegenskaper. Etter dette har bruken av ftalater i plast ført til en enorm vekst og utvidelse av forskjellige typer plastprodukter i samfunnet. Ftalater brukes ofte som plastmyknere for å øke fleksibiliteten til plast. Ftalater i PVC-plast finnes f.eks i gulvbelegg, kabler, tetningsmidler, innpakkingsmateriale og medisinsk utstyr. Ca 80 % av produserte ftalater brukes som myknere i plast [9], og DEHP har et globalt årlig bruk på mellom 3-4 millioner tonn [10].

Det finnes flere typer plast, med egne unike egenskaper og bruksområder i matindustrien, f.eks polykarbonat, polyetylen, styren, polypropylen. Disse er produsert fra ulike polymerer. I tillegg inneholder mange industrielle matproduksjonsprosesser plastprodukter med nettopp plastmyknere, blant annet ftalene DEHP [10]. Utfordringene med ftalaten er at de ikke er kjemisk bundet til råmaterialet og lett kan lekke ut fra produktet [8,9,11]. Ftalater er derfor påvist mange steder i miljøet (luft, vann, jord og planter), i næringsmidler, i morsmelk, blod og urin, og i kosmetiske produkter. Emballasje, hvor plast er mest brukt, er derimot også viktig for lagring av mat, og den forlenger holdbarheten på produktene. I tillegg er det mer hygienisk med emballert mat [8,11].

Plastmyknere er bare en gruppe av organisk og inorganisk kjemikalier som er brukt som plastadditiver. Plastadditiver som ftalater brukes som nevnt blant annet for å øke fleksibilitet, men også farge, slitestyrke og holdbarhet, og for å beskytte plasten fra nedbrytning og slitasje. At plastadditiver kan migrere fra plast til mat, blir relevant siden det meste av maten som nevnt selges i emballasje [9]. Mat er faktisk en av hovedkildene for lekkning av ftalater, særlig DEHP, som finnes i flere typer mat (fugl, kjøtt, meieriprodukt og fisk) [11]. Det er ikke kjent hvordan ftalaten kommer inn i matkjeden. Det er mulig at plastemballasje avgir ftalater til mat uansett type plastpolymer den er laget av. Men, det er også viktig å nevne at mat/ingredienser allerede kan inneholde ftalater og andre plastrelaterte kjemikalier fra selve opprinnelseskilden eller fra prosesseringen av produktet også – og ikke bare fra emballasjen.

En annen plastmykner er Dietylheksyladipat (DEHA), som brukes, i lave konsentrasjoner, til produksjon av PVC film. Mat pakket i slik film er hovedkilden til funn av DEHA i mennesker [8]. I migreringsstudier ble DEHA funnet i ost (31-429 mg/kg) og i ferskt kjøtt (49-151 mg/kg), begge deler pakket inn i plastfilm. EU har etablert grenseverdier for mange stoffer som brukes i emballasje, og for migreringshastighet fra plast til mat (Specific migration limits (SMLs)) [8]. Grenseverdiene er 1,5 mg/kg additiv for DEHP og 18 mg/kg additiv for DEHA. Studier har vist at DEHP kan migrere fra plast i høyere hastighet enn grenseverdier satt av EU, spesielt ved lang lagringstid, oppvarming eller i mat med høyt fettinnhold [8,11]. Det er også satt grenseverdier for daglig inntak, for DEHA (TDI 0,3 mg/kg kroppsvekt (EFSA, 2005f)) og DEHP (TDI 0,05 mg/kg kroppsvekt (EFSA, 2005e)) [8].

Det finnes mange andre typer plastmyknere også, og enkelte av stoffene er klassifisert som skadelige og forbudte i både Norge og EU. Enkelte ftalater er også klassifisert som reproduksjons- og miljøskadelige. Studier viser at ftalater gir økt risiko for allergi, overvekt, leddgikt og astma [11]. Plastmyknere oppfører seg som klassiske miljøgifter og akkumuleres i fettrikt vev.

## 2 Nytteverdi

Et enormt fokus på marin forøpling og mikroplast i produkter har gjort forbrukere svært oppmerksomme på produkter med og uten mikroplast. Dette fører til at den marine ingrediens industrien blir utfordret på dette. Det er derfor viktig at denne kunnskapen er kortreist, nøytral og tilgjengelig for industrien. Det er også viktig med økt kunnskapsnivå inn mot miljøer som gjennomfører disse analysene. Prosjektet viste at det er svært ressurskrevende å analysere mikroplast ved ekstraksjon av plast og analyse med  $\mu$ FTIR. En gjennomgang av litteratur knyttet til analyser av mikroplast i tilsvarende arter viste at det er brukt mange forskjellige analysemetoder. Ulike analysemetoder vil gi ulike svar. Prosjektet har vært svært opplysende i forhold til hvor krevende disse analysene kan være. Prosjektet vil råde til å vurdere metodikk og publiserte resultater svært kritisk framover.

Det ble også funnet plastmyknere i noen oljer og mel prøver. Det er usikkert når prøven har blitt kontaminert med plastmyknere, derimot, og om det er råstoffet selv eller prøvetakingen som er kilden. Prøvene ble hovedsakelig tatt i metallflasker, men det er verdt å merke seg at hvordan prøven sendes kan påvirke resultatet. Dette vil også gjelde mikroplast.

Ingrediensindustrien har kompetanse innen rensing av miljøgifter, og vil med stor sannsynlighet kunne utvikle løsninger for reduksjon av mikroplast og plastmyknere i de råvarene som inneholder dette. Dette vil også bidra til at industrien får et internasjonalt forsprang i produksjon av rene produkter.

## 3 Materialer og metoder

### 3.1 Prøveuttak, prøvehåndtering og -preparering.

Det ble samlet prøver av fiskemel- og olje fra hvitfisk, laks og pelagisk. En oversikt over de innsamlede prøvene er vist i tabell 1.

Tabell 1: Oversikt over prøver som ble samlet inn for analyse av mikroplast og plastmyknere. Det ble samlet både olje og melprøver.

| Prøvenr. | Art           | Dato     | Fangstfelt               |
|----------|---------------|----------|--------------------------|
| 1        | Torsk og hyse | 6.10.18  | Sørvest av Bjørnøya      |
| 2        | Torsk         | 8.10.18  | Sørvest fra Svalbard     |
| 3        | Torsk         | 15.10.18 |                          |
| 4        | Laks          | 14.02.19 | Rørvik                   |
| 5        | Laks          | 14.02.19 | Stranda                  |
| 6        | Laks          | 14.02.19 | Hjelmeland               |
| 7        | NVG-sild      | 04.02.19 | 0622 Sklinnadjupet øst   |
| 8        | Kolmule       | 26.02.19 | Reykjanesryggen          |
| 9        | Tobis         | 14.05.19 | 0806 Klondyke (Engelske) |

Prøvene fra hvitfisk ble fangstet der det var kommersielt fiske da prøven ble etterspurt. For laks ble det valgt tre lokasjoner, en på sørvestlandet, en i midt-Norge og en i nord-Norge. Pelagiske prøver ble samlet etter hvilke arter som beitet. Alle prøver ble fryst ved ankomst og var frosne fram til prøvepreparering, mikroplastekstraksjonsample og analyse (figur 1).



Figur 1: Alle prøvene fra laks og pelagisk, samt en oljeprøve fra hvitfisk (Olje3), ble samlet i aluminiumsflasker. To av mel- og oljeprøvene ble sendt i plastposer og flasker (Hvitfisk 1 og 2). En melprøve kom i plastsekk (Mel3).

### 3.2 Analyse av mikroplast

Mikroplasten måtte ekstraheres fra prøven og vaskes før den kunne analyseres med  $\mu$ FTIR. Siden det ikke finnes eksisterende metoder for fiskeolje og fiskemelsprøver måtte flere ekstraksjonmetoder testes for å finne en metode som passet. Under følger en kort oppsummering av den som hadde best resultat.

#### Mikroplast ekstraksjon - oljeprøver

Fiskeoljeprøver ble varmet til 50 °C for å redusere viskositeten til oljen. Det ble tatt ut 10 ml fiskeolje, og denne ble tilsatt 90 mL 10 % KOH med 10% Tween20. Løsningen ble blandet godt, sonikert, varmet til 50 °C før den igjen ble sonikert. Deretter ble prøven filtrert over til stålfiler (47 mm, 10  $\mu$ m porestørrelse). Vask prøven med 10% KOH/Teen20 løsningen først og deretter med vann. Overfør filteret forsiktig til glass vialer for lagring/transport til  $\mu$ FTIR analyser.

#### Mikroplast ekstraksjon - fiskemelsprøver

Fiskemelsprøvene hadde ulik kjemisk sammensetning, og dette kan påvirke ekstraksjonsmetoden. Dette kan bety at metoden vil variere med sesong.

- Vei rundt 5 g mel inn på et filter (48 mm diameter, 75 mL volum, nivå 4; 10-20  $\mu$ m porestørrelse).
- Tilsatt Tween20 (5% løsning i filtrert MilliQ eller i 10 % KOH, avhengig av typen fiskemel) og inkuber dette ved 50 °C i 4 t. Det er viktig å fjerne så mye Tween blanding som mulig ved hjelp av vakuumpumpe og rense forsiktig med milli-Q vann (MQ).
- Tilsatt 50 mL av enzymen protease i TRIS-HCL pH 8.5- 8.6. La dette stå ved 38 °C til løsningen har gått gjennom filteret. Fjern resten av løsningen og vask forsiktig med MQ.
- Inkuber så filteret ved 20 mL H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (30%) i flere timer ved 50 °C.
- Bruk vakuumpumpe til å ta av væskefasen og vask med MQ for å fjerne overflødig H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Vask med vann og etanol. Vask deretter med etanol og bruk lufttrykk til å løsne partikler fra filteret.
- Løsningen overføres til glassvialer og etanolen dampes av.
- Flytende plastbiter separeres ved tetthet ved å bruke ZnCl<sub>2</sub> (tetthet 1,7) i en separasjonskolonne.
- La det stå til separasjonen er god. Prøven må så samles på et stålfiler og vaskes med vann. I prøvene våre ble filteret etterpå overført forsiktig til glass vialer for lagring/transport til  $\mu$ FTIR analyser.



### Prøveforberedelser til $\mu$ FTIR analyser

Prøvene ble mottatt på stålfiltre, men til IR analysen måtte de overføres til aluminiumoksid-filtre (Anodisc25, Whatman). Alle stålfiltrene ble vasket tre ganger med etanol og væskefasen ble filtrert gjennom aluminiumoksid-filtrene ved hjelp av et vakuumfiltreringsoppsett.

### FTIR metode

Et FTIR spektrometer med et tilkoblet mikroskop (Agilent Cary 620) ble brukt i transmisjon for å analysere prøvene på aluminiumoksidfiltrene. IR mikroskopet har en FPA-detektor med 128 x 128 detektorelement og som er kjølt med flytende nitrogen. Det ble brukt et 15x IR objektiv med et analyseareal av omtrent 700  $\mu\text{m}$  x 700  $\mu\text{m}$ . For å dekke et areal på 1,6 cm x 1,6 cm på filtrene ble rund 500 enkeltanalyser satt sammen i et mosaikkscann. IR spekter ble tatt opp i bølgetallområdet 3600-1200  $\text{cm}^{-1}$  med en oppløsning på 8  $\text{cm}^{-1}$ . Seks enkeltsppekter ble akkumulert for å få en god nok signalkvalitet og 4 x 4 piksel ble slått sammen for å redusere datamengden. Disse innstillinger viste seg som en god balanse mellom oppløsning, tidsbruk og datamengde [12].

FTIR dataene fra hver prøve ble analysert ved hjelp av programvaren "siMPle" for å detektere mikroplastpartikler automatisk. Programvaren er 'open access' og ble utviklet av Aalborg Universitetet, Danmark, og Alfred-Wegener-Institut, Tyskland. Programvaren går gjennom alle spekter som ble tatt fra prøven og sammenligner de med spekter i en referansedatabase for å identifisere mikroplastpartikler. I oppsummeringen fra analysen for man antall identifiserte partikler, plasttype og estimert størrelse av partiklene.

## 3.3 Analyse av plastmyknere

Disse 30 plastmyknerene ble analysert hos Eurofins WEJ contaminants GmbH (Hamburg):

- dietylheksylftalat (DEHP) (0,1 mg/kg),
- butylbenzylftalat (BBP) (0,1 mg/kg),
- dietylheksyladipat (DEHA) (0,1 mg/kg),
- diisodekylftalat (DIDP) (0,5 mg/kg),
- diisononylftalat (DINP) (0,5 mg/kg),
- dibutylftalat (0,1 mg/kg),
- dietylftalat, dimetylftalat (0,1 mg/kg),
- di-n-oktylftalat (DNOP) (0,1 mg/kg),
- dimethyl isophthalate (DIMP) (0,1 mg/kg),
- bis (2-ethoxyethyl) phthalate (DEEP) (0,5 mg/kg),
- di-(2-methoxyethyl)phthalate (DMEP) (0,1 mg/kg),
- bis (4-methyl-2-pentyl) phthalate (BMPP) (0,1 mg/kg),
- diallylphthalat (DAP) (0,1 mg/kg),
- dibenzylphthalat (0,1 mg/kg),
- dibutyladipat (0,1 mg/kg),
- di-cyklohexylftalat (0,1 mg/kg),
- dietyladiapat (0,1 mg/kg),
- diisobutylftalat (DIBP) (0,1 mg/kg),
- diisoheptylftalat (DIHP) (0,1 mg/kg),
- diisopropylftalat (DIPP) (0,5 mg/kg),
- di-isobutyladipat (0,1 mg/kg),
- di-heptyl phthalate (0,1 mg/kg),
- dihexyl phthalate (DHXP) (0,1 mg/kg),

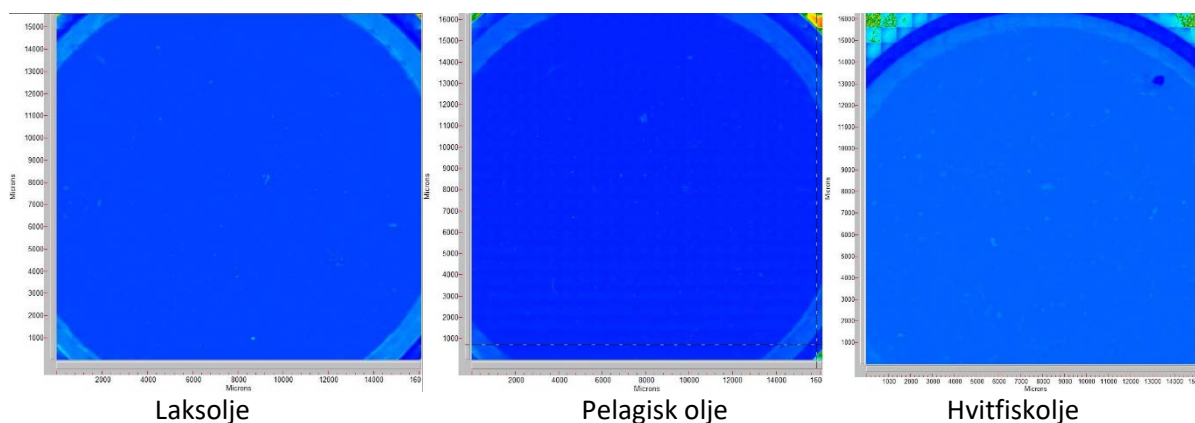
- dipentylftalat (0,1 mg/kg),
- difenylftalat (0,1 mg/kg),
- acetyltributylcitrat (0,1 mg/kg),
- tributylfosfat (0,1 mg/kg),
- triethyl 2-acetylcitrat (ATEC) (0,1 mg/kg),
- triisobutylfosfat (0,1 mg/kg),
- DINCH (0,5 mg/kg), phthalic acid (0,1 mg/kg),
- bis-iso-pentyl ester DiPP (0,1 mg/kg),
- phthalic acid (0,1 mg/kg),
- bis-propyl ester (DPrP) (0,1 mg/kg) og
- dipropylheptylphthalat (0,1 mg/kg)

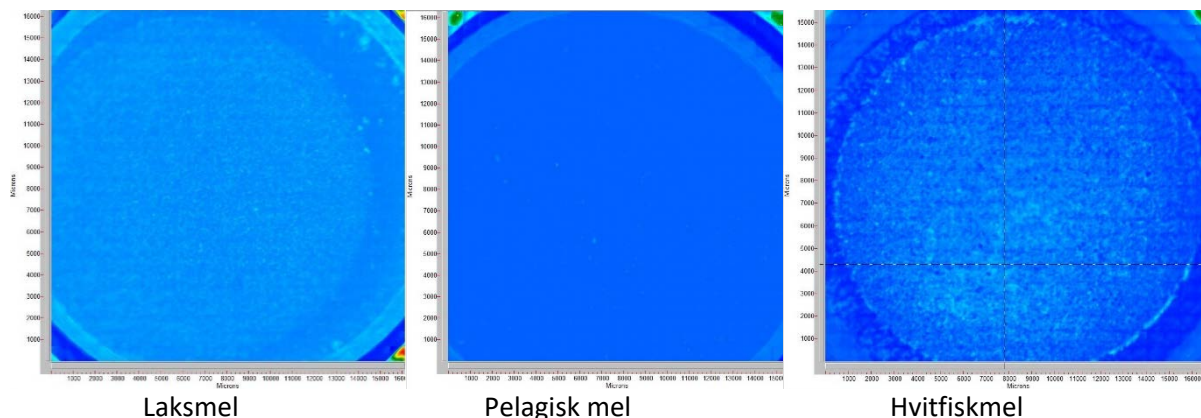
Deteksjonsgrensen er oppgitt for hvert stoff. Analysen er akkreditert.

## 4 Resultater

### 4.1 Mikroplast i marine ingredienser

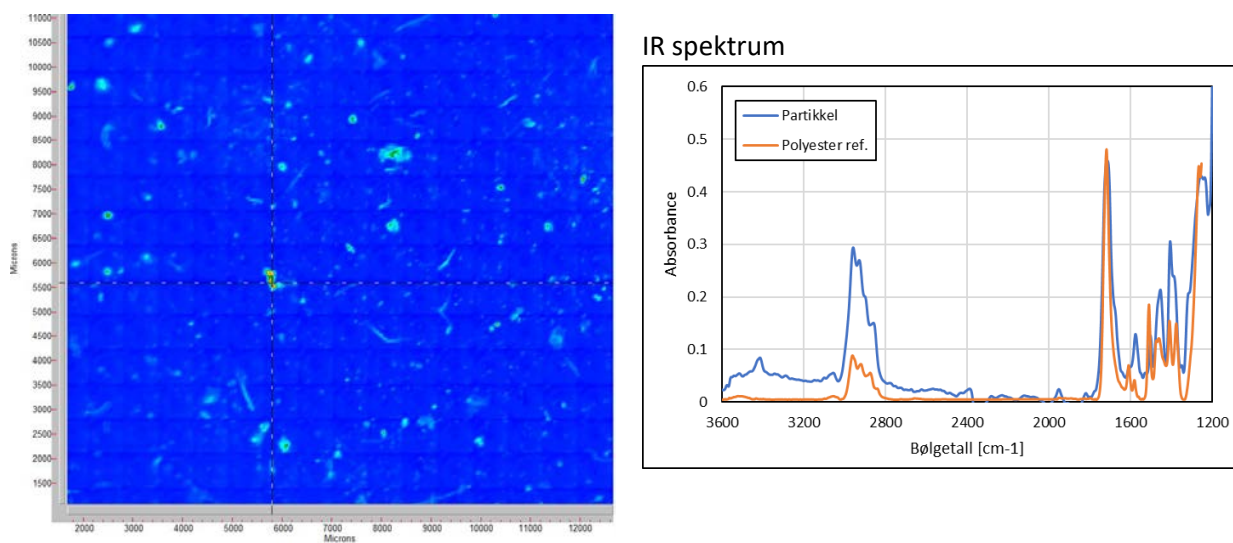
IR mosaikker av de forskjellige prøvene er sammenfattet i figur 2. Bare i oljeprøven fra pelagisk fisk ble det funnet tre PP-partikler og en PVC-partikkel i den automatiske analysen. Ved å manuelt studere filtrerne nærmere, viser de en del lyse prikker og strukturer som sannsynligvis er små partikler og fiber. Årsaken til at disse partiklene ikke ble identifisert i den automatiske analysen kan være at deres spekter hadde for dårlig kvalitet så at de ikke kunne identifiseres. Lav signalkvalitet kan ha ulike årsaker som for eksempel at partiklene er for små, ikke helt i fokus eller på grunn av de valgte instrument parameter, som begrense oppløsningen. På mel prøvene fra laks og hvitfisk er det mye uoppløst material og det er nesten umulig å identifisere noen plastpartikler. Ved hjørnene av de fleste bildene er en stripe i lyseblå som er den ytre randen til filteret. Randen er laget av polypropylen. Ytterst på hjørnene ser man prøveholderen.





Figur 2: IR mosaikker av de forskjellige prøvene.

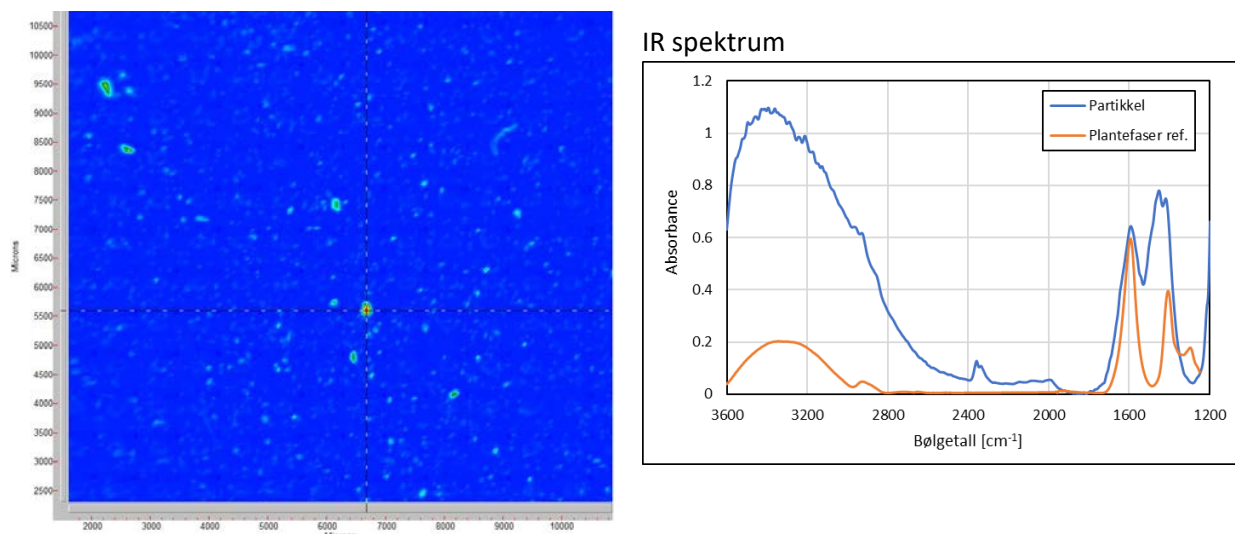
En del partikler og fiber fram ved å zoome mer inn. **Error! Reference source not found.** viser en oljeprøve fra hvitfisk. Spektrene til mange av disse partiklene har ikke god nok kvalitet til å identifisere materialet. Når partiklene er større så blir spektrene bedre, som for eksempel vist i **Error! Reference source not found.** IR spektret av partikkelen under krysset er vist i figuren til høyre. Partikkelen ble ikke oppdaget i den automatiske analysen og det er litt uklart hva er grunnen til det. Sammenligning med materialdatabasen i "siMPLE" programvaren viser at det er sannsynligvis en polyester-partikkel.



Figur 3: Hvitfiskolje-prøve. Zoomet inn i mosaikk og IR spektrum av partikkelen under krysset (til høyre).

Et annet eksempel er vist i

Figur 4: . Partikkelen på denne mel-prøven ser ut til å være plantebasert ifølge databasen. Overlapp mellom de to spekter er ikke veldig godt og plantebasert er også relativ usannsynlig i denne sammenheng, men det var det nærmeste som fantes i databasen. Det er i hvert fall ikke en plastpartikkel siden spektrumet passer til ingen av de kjente plasttypene. Partikkelen kan være organisk og en del av det uopløste materialet i melprøven.



Figur 4: Pelagisk melprøve. Zoomet inn i mosaikk og IR spektrum av partikkelen under krysset (høyre)

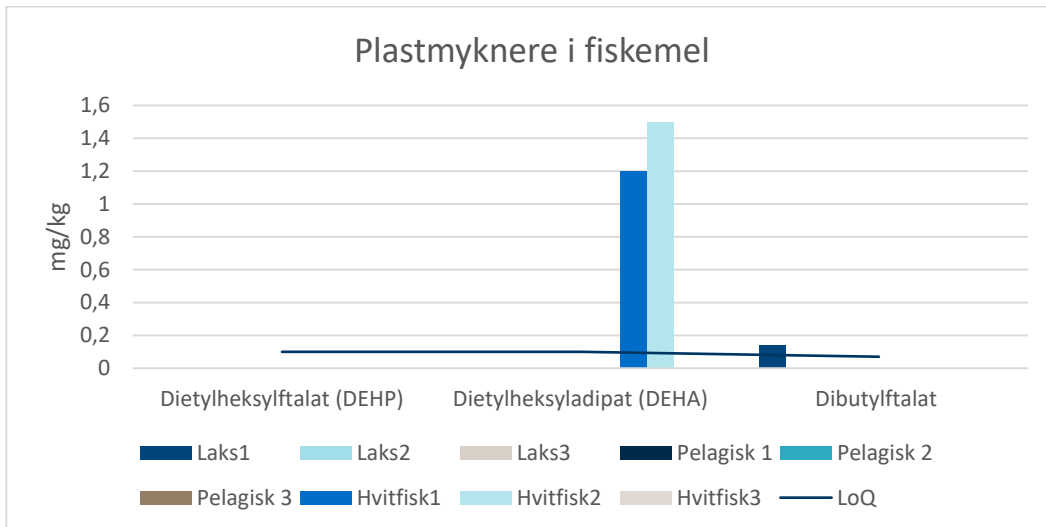
Det ser ut til at mange partikler ikke kommer med i den automatiske analysen av prøvene og man må se litt nærmere på programvaren for å finne årsaken til det. En manuell analyse av dataene ville være veldig tidskrevende og er dermed uaktuell i en "screening"-sammenheng.

## 4.2 Plastmyknere i marine ingredienser

Resultatene fra analyser av plastmyknere viser at det er lite av det i fiskemel og -olje. Av de 30 analyserte plastmyknere, detektertes det kun 2 i prøver fra fiskemel (DEHA, DBP; figur 5) og 3 i prøver fra fiskeolje (tabell 2 og figur 6). Dette er DEHP, DEHA og dibutylftalat (DBP).

Tabell 2: Kort oversikt over detekterte plastmyknere i fiskemel og fiskeolje

| Prøvenr. | Art           | Fangstfelt            | Olje       | Mel  |
|----------|---------------|-----------------------|------------|------|
| 1        | Torsk og hyse | Sørvest av Bjørnøya   | DEHA, DBP  | DEHA |
| 2        | Torsk         | Sørvest fra Svalbard  | DEHA, DBP  | DEHA |
| 3        | Torsk         |                       |            |      |
| 4        | Laks          | Rørvik                |            | DBP  |
| 5        | Laks          | Stranda               | DEHA, DEHP |      |
| 6        | Laks          | Hjelmeland            |            |      |
| 7        | NVG-sild      | Ø622 Sklinnadjupe øst |            |      |
| 8        | Kolmule       | Reykjanesryggen       | DEHP       |      |
| 9        | Tobis         | Ø806 Klondyke         |            |      |

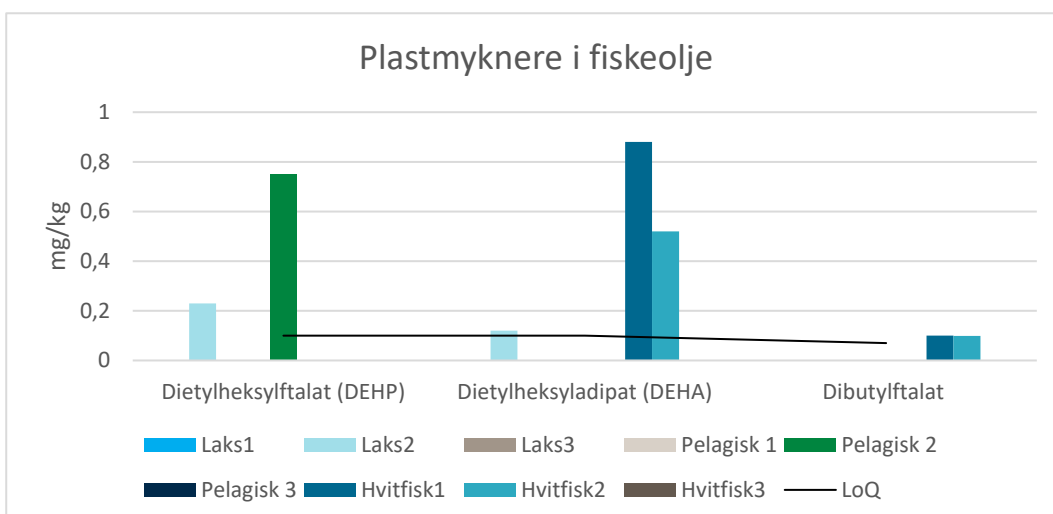


Figur 5: Innhold av ulike plastmyknere i fiskemel fra laks, pelagisk og hvitfisk

I fiskemel fra to hvitfiskprøver ble det detektert 1,2 og 1,5 mg/kg DEHA. Disse prøvene er fra samme rederi, men de er har opphav fra to forskjellige fiskeområder. Den ene prøven representerer mel produsert etter fiskeri sørvest for Svalbard, og inneholder både torsk og hyse. Den andre prøven representerer mel produsert etter fiskeri sørvest for Bjørnøya. Det siste melet, som ikke inneholder plastmyknere, er oppgitt å komme fra Barentshavet.

De er verdt å merke seg at begge hvitfiskmelene som inneholder DEHA er sendt i plastposer (figur 1). Det er kjent at ftalater som DEHA og DEPH kan migrere fra plast til mat [8,9,11]. Det må derfor tas høyde for at plastmyknere kan ha kommet fra prøveposen også. Det ble detektert 0,14 mg/kg DBP i et mel fra laks. DBP brukes som særlig som mykningsmiddel for mange typer plast, lakker og lim.

I fiskeoljen (figur 6) var det flere prøver som inneholdt plastmyknere derimot. Plastmyknere oppfører seg som klassiske miljøgifter og akkumuleres i fettrikt vev. Migreringshastigheten av ftalater fra plast til mat er også høyere for fettrike mat produkter.



Figur 6: Innhold av ulike plastmyknere i fiskeolje fra laks, pelagisk og hvitfisk

I fiskeoljen fra to hvitfiskprøver ble det detektert 0,9 og 0,5 mg/kg DEHA. Disse prøvene er de samme som hadde høyt innhold av DEHA i melet. De er verdt å merke seg at begge hvitfiskmelene som inneholder DEHA er sendt i plastflasker og da vil ha samme problemstilling i forhold til migrasjon som i fiskemelprøvene (figur 1), og at plastmykneren kan ha kommet fra prøveflasken. Siden både mel og olje inneholder DEHA, kan den også komme fra selve fisket eller prosessen om bord også, ettersom det er kjent at produksjonsutstyr ombord i båten også kan inneholde DEHA og DEHP som igjen kan migrere fra plast til mat. I de samme prøvene fra hvitfisk ble det detektert 0,1 mg/kg DBP.

Til slutt ble det detektert 0,23 mg/kg DEHP og 0,12 mg/kg DEHA i en lakseolje. De to andre lakseoljene samlet hadde ikke noe innhold av ftalater. I tillegg ble det funnet 0,75 mg/kg DEHP i en pelagisk prøve tatt av kolmule. Grenseverdier for daglig inntak, for DEHA (TDI 0,3 mg/kg kroppsvekt (EFSA, 2005f)) og DEHP (TDI 0,05 mg/kg kroppsvekt (EFSA, 2005e)) [8]. Verdiene tilsier at produktene analysert i dette prosjektet vil ligge under grensen for daglig inntak satt av EU. Prosjektet vurderer derfor ikke som en helseisiko ved inntak, men vi kan opplyse om at bruken av DEHP har nå blitt forbudt i store deler av verden.

## 5 Diskusjon

Resultatet fra prøvene viste funn av både plastmyknere og mikroplast i noen marine ingredienser (mel og olje), noe som ikke var uventet. Flere tidligere studier har viser funn av mikroplast i de villfangede artene som her er analysert. Disse resultatene er oppsummert i tabell 3.

Tabell 3: Oppsummering av publiserte funn av mikroplast i nordiske fiskearter.

| Region           | Fiskeart  | Antall fisk (n) | Mikroplast funn i fisk (%) |
|------------------|---|-----------------|----------------------------|
| Det Baltiske Hav | Atlantic cod ( <i>Gadus morhua</i> ) [13]         | 74              | 1,4                        |
| Det Baltiske Hav | Atlantic mackerel ( <i>Scomber scomber</i> ) [13] | 13              | 30,8                       |
| Norskehavet      | Atlantic cod ( <i>Gadus Morhua</i> ) [14]         | 302             | 3                          |
| Nordsjøen        | Atlantic mackerel ( <i>Scomber scomber</i> ) [13] | 38              | 13,2                       |
| Nordsjøen        | Atlantic herring ( <i>Clupea harengus</i> ) [7]   | 566             | 1,4                        |
| Nordsjøen        | Atlantic mackerel ( <i>Scomber scomber</i> ) [7]  | 84              | <1                         |
| Nordsjøen        | Atlantic cod ( <i>Gadus Morhua</i> ) [7]          | 80              | 13                         |
| Nordsjøen        | Atlantic herring ( <i>Clupea harengus</i> ) [15]  | 1143            | 1,2                        |
| Nordsjøen        | Atlantic mackerel ( <i>Scomber scomber</i> ) [15] | 131             | 1,5                        |
| Nordsjøen        | Altantic cod ( <i>Gadus morhua</i> ) [15]         | 114             | 12,3                       |

Fiskemel og fiskeolje er prosessert fra store mengder (tonn) av restråstoff, og det er derfor ikke mulig å si noe om mengden/antall fisk som har gått inn i en slik produksjon. Resultatene fra dette studiet blir dermed ikke direkte sammenlignbare med studier fokusert om kartlegging mikroplast i villfangstfisk.

I prosjektet var det metoden for deteksjon av mikroplast i olje som viste seg lettest å gjennomføre. Det var også i en olje at det var lettest å detektere (identifisere og kvantifiserer) mikroplast. Den pelagiske oljen som inneholdt mikroplast, inneholdt derimot ikke plastmyknere. Dette kan tyde på at platen passerer gjennom fisken uten å avsette plastmyknere. Siden ingen andre prøver inneholder lignende partikler, er det sannsynlig at oljen inneholder mikroplast, og ikke har blitt tilført dette i analyseprosessen.

Melet derimot var svært vanskelig å bryte ned og fjerne under testingen, noe som må til for å kunne ekstrahere mikroplasten. Det er veldig sannsynlig at metoden derfor kan ha påvirket resultatene. Metoden

for ekstraksjon av mikroplast fra mel har derfor stort forbedringspotensial, men det er behov for ekstra tid og ressurser for å videreutvikle dette.

Et annet moment som ble klart i løpet av prosjektet var at det er enorme mengder data som blir skapt fra en enkelt  $\mu$ FTIR analyse. Teknologien tillater nå deteksjon av mye mindre plastbiter enn før, men stor oppløsning danner store datafiler, som fremdeles må behandles noenlunde manuelt. Den automatiske identifikasjons programvaren benyttet i prosjektet klarte ikke å detektere alle plastbitene selv.

## 6 Konklusjon

Prosjektets hovedmål var å kartlegge innhold av mikroplast og plastmyknere i marine ingredienser. Det har blitt analysert mel- og oljeprøver fra laks, pelagisk og hvitfisk. Prosjektet bekrefter at det finnes mikroplast (en av seks) og plastmyknere (fem av ni) i marine ingredienser.

## 7 Hovedfunn

Hovedfunn i prosjektet er følgende:

- Det er stor diversitet i analysemetoder for mikroplast, som alle gir svært varierende resultater.
- Analyse av mikroplast er svært ressurskrevende, og metodikken er ikke godt nok utviklet til å gi entydige svar.
- Det er sannsynlig at fiskeolje og -mel inneholder mikroplast.
- Plastmyknerene DBP, DEHA og DEHP ble funnet i både fiskeolje og -mel.
- Hvor i verdikjeden mel og olje eventuelt har blitt kontaminert med plast og plastmyknere har ikke vært analysert i dette prosjektet.

## 8 Leveranser

L1 Referansegruppemøte (oppstart)

L2: Notat; Plan for prøveuttak.

L3: Notat: Resultater fra analyse av mikroplast og plastmyknere

L4 Referansegruppemøte (midtveis)

L5 Referansegruppemøte (slutt)

L6 Ppt.presentasjon som oppsummerer prosjektets mål, utfordringer og resultater

L7 Faglig sluttrapport

L8 Administrativ sluttrapport på FHF mal

L9 Populærvitenskaplig artikkel (artikkel om prosjektet i Norsk Sjømat nr 5, 2019)



## 9 Referanser

1. Presence of microplastics and nanoplastics in food, with particular focus on seafood. EFSA Panel on Contaminants in the Food Chain (CONTAM). . 2016
2. <https://www.sintef.no/projectweb/plastox>
3. Boerger, C. M.; Lattin, G. L.; Moore, S. L.; Moore, C. J. Plastic ingestion by planktivorous fishes in the North Pacific Central Gyre. *Mar. Pollut. Bull.* 2010, 60 (12), 2275–2278.
4. Davison, P.; Asch, R. G. Plastic ingestion by mesopelagic fishes in the North Pacific Subtropical Gyre. *Mar. Ecol.-Prog. Ser.* 2011, 432, 173–180.
5. Jackson, G. D.; Buxton, N. G.; George, M. J. A. Diet of the southern opah *Lampris immaculatus* on the Patagonian Shelf; the significance of the squid *Moroteuthis ingens* and anthropogenic plastic. *Mar. Ecol.-Prog. Ser.* 2000, 206, 261–271.
6. Possatto, F. E.; Barletta, M.; Costa, M. F.; do Sul, J. A. I.; Dantas, D. V. Plastic debris ingestion by marine catfish: An unexpected fisheries impact. *Mar. Pollut. Bull.* 2011, 62 (5), 1098–1102.
7. Foekema, E.M. et al (2013). Plastic in North Sea fish. *Environmental Science and Technology* 47, 8818-8824
8. Fasano, E., Bono-Blay, F., Cirillo, T., Montuori, P., Lacorte, S. (2012). Migration of Phthalates, alkylphenols, bisphenol A and di(2-ethylhexyl)adipate from food packaging. *Food Control* 27, 132-138.
9. Ibarra, V.G., Sendon, R., Bustos, J., Losada, P.P., Quiros, A.R.B., (2019). Estimates of dietary exposure of Spanish population to packaging contaminants from cereal based foods contained in plastic materials. *Food and chemical toxicology* 128, 180-192.
10. Deng, T., Xie, X., Duan, J., Chen, M., (2019). Di-(2-ethylhexyl)phthalate induced an increase in blood pressure via activation of ACE and inhibition of the bradykinin-NO pathway. *Environmental Pollution* 247, 927-934.
11. Dong, R.H., Zhang, H., Zhang, M.R., Chen, J.S., Wu, M., Li, S.G., Chen, B., (2017). Association between phthalate exposure and the use of plastic containers in Shanghai adults. *Biomed Environ Sci* 30 (10), 727-736.
12. M.G.J. Löder, M. Kuczera, S. Mintenig, C. Lorenz, G. Gerdt, "Focal plane array detector-based micro-Fourier-transform infrared imaging for the analysis of microplastics in environmental samples", *Environ. Chem.*, 2015, 12, 563-581.
13. Rummel, C.D., Loder, M.G., Fricke, N.F., Griebler, E.M., Janke, M., Gerdt, G. (2015). Plastic ingestion by pelagic and demersal fish from the North Sea and Baltic Sea. *Mar. Pollut. Bull.* 102, 134-141.
14. Bråte, I.L.N., Eidsvoll, D.P., Steindal, C.C., Thomas, K.V., (2016). Plastic ingestion by Atlantic cod (*Gadus Morhua*) from the Norwegian coast. *Marine Pollution Bulletin* 112 (1-2), 105-110.
15. Kuhn, S., Franeker, J.A., O'Donoghue, A.M., Swiers, A., Starckenburg, M., Werven, B., Foekema, E., Hermsen, E., Egelkraut-Holtus, M., Lindeboom, H., 2019. Details of plastic ingestion and fibre contamination in North Sea fishes. *Environmental pollution. Journal Pre-proof.*
16. Barboza, L.G.A., Frias, J.P.G.L., Booth, A.M., Vieira, L.R., Masura, J., Baker, J., Foster, G., Guilhermino, L., 2019. Chapter 18 - Microplastics Pollution in the Marine Environment, in: Sheppard, C. (Ed.), *World Seas: An Environmental Evaluation (Second Edition)*. Academic Press, pp. 329-351.