Zeitschrift: Mitteilungen aus Lebensmitteluntersuchungen und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

Band: 96 (2005)

Heft: 6

Artikel: Kokzidiostatika-Rückstände in Eiern

Autor: Kölbener, Pius / Wernli, Achill / Hunziker, Hans Rudolf

DOI: https://doi.org/10.5169/seals-981964

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften auf E-Periodica. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen sowie auf Social Media-Kanälen oder Webseiten ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Mehr erfahren

Conditions d'utilisation

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. La reproduction d'images dans des publications imprimées ou en ligne ainsi que sur des canaux de médias sociaux ou des sites web n'est autorisée qu'avec l'accord préalable des détenteurs des droits. En savoir plus

Terms of use

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. Publishing images in print and online publications, as well as on social media channels or websites, is only permitted with the prior consent of the rights holders. Find out more

Download PDF: 16.07.2025

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, https://www.e-periodica.ch

Kokzidiostatika-Rückstände in Eiern*

Pius Kölbener, Achill Wernli und Hans Rudolf Hunziker
Kant. Amt für Lebensmittelkontrolle (KAL), Blarerstrasse 2, 9001 St. Gallen

Einleitung

Die Kokzidiose ist eine bei Hühnern weitverbreitete Darmerkrankung, die durch einzellige Parasiten der Gattung *Eimeria* verursacht wird. Die Symptome befallener Tiere reichen je nach *Eimeria*-Art von schlechter Nahrungsaufnahme über Darmblutungen bis zum Tode. Da die Krankheit fäkal-oral übertragen werden kann, sind bei den gängigen Massentierhaltungen immer ganze Herden befallen. Als Prophylaxe hat sich die Verabreichung von Kokzidiostatika-haltigem Futter durchgesetzt. Polyetherionophore Kokzidiostatika (PIP) wie Lasalocid, Monensin, Narasin, Salinomycin und Maduramicin und Kokzidiostatika anderer chemischer Gruppen wie Nicarbazin (Abb. 1) sind gemäss Futtermittelbuchverordnung (1) in der Schweiz als Zusatzstoffe in Futtermittel zugelassen. Die Zulassung beschränkt sich aber auf Masttiere. Die Abgabe von Futtermittel welches Lasalocid, Monensin oder Salinomycin enthält, ist auch für Junghennen bis 16 Wochen erlaubt. Für Legehennen ist die Anwendung verboten, da sich Kokzidiostatika in Eiern anreichern. So kann Futtermittel, das mit Kokzidiostatika verunreinigt ist, zu einer Kontamination der Eier führen. Kennedy et.al. finden nach 7 Tage Fütterung von Legehennen mit Futtermittel, welches mit 100 ng/g Lasalocid verunreinigt ist, Rückstände in Eiern von rund 8 ng/g (2). In der gleichen Publikation zeigen die Autoren, dass die Verunreinigungen in Futtermühlen entstehen, wenn nach der Verarbeitung von Lasalocid-haltigem Futtermittel auf die Produktion von Kokzidiostatika-freien Futtermitteln umgestellt wird. So war Lasalocid auch nach 9 Chargen à 4 Tonnen immer noch im Futter nachweisbar (2).

Im Jahresbericht 2003 der CVUA Karlsruhe wird von einer Untersuchungsaktion berichtet in der in 39 von 121 untersuchten Eiern und in 34 von 84 Futtermitteln Verunreinigungen an Lasalocid nachgewiesen wurden (3). Mitarbeiter des Kantonalen Laboratoriums Basel-Landschaft fanden in 35 von 74 Eiproben und in 22 von 26 untersuchten Futtermitteln Lasalocidrückstände (4).

Ziel der vorliegenden Arbeit war es, die Situation in der Ostschweiz zu ermitteln. Insbesondere sollte überprüft werden, ob die vorangegangenen Untersuchungen (3, 4) bereits eine positive Auswirkung auf die zum Verkauf angebotenen Eier

*Vortrag gehalten an der 117. Jahresversammlung der SGLUC vom 8./9. September 2005

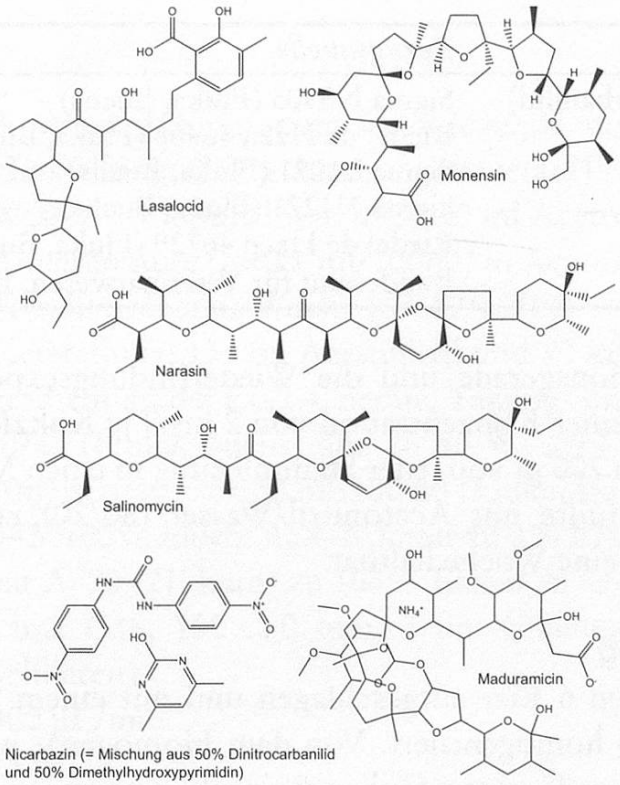

Abbildung 1 **Chemische Strukturformeln der untersuchten Kokzidiostatika**

zeigen. Innerhalb dieser Kampagne sollten neben Lasalocid auch weitere relevante Kokzidiostatika erfasst werden. Um diese Zielvorgaben zu erfüllen, wurde eine LC-MS/MS Methode für die quantitative Bestimmung der Kokzidiostatika Nicarbazin, Lasalocid, Monensin, Salinomycin, Narasin und Maduramicin erarbeitet. Im folgenden wird die Probenaufarbeitung und LC-MS/MS-Methode vorgestellt. Die Resultate von 128 untersuchten Eiern aus den Ostschweizer Kantonen AI, AR, GL, GR, SG, SH, TG, ZH und dem Fürstentum Liechtenstein werden dargelegt und diskutiert.

Methode

Proben

Die Eier wurden von den zuständigen Lebensmittelinspektoraten amtlich erhoben. Es handelte sich um Marktproben.

Referenzsubstanzen und Reagenzien

Von jeder Referenzsubstanz (Tab. 1) wurden Stammlösungen mit Konzentrationen von 200 mg/l hergestellt. Nicarbazin wurde in Dimethylsulfoxid (Fluka, Buchs) und die PIP wurden in Methanol (Fluka, Buchs) gelöst. Die Stammlösungen waren im Kühlschrank während 3 Monaten haltbar.

Tabelle 1
Referenzsubstanzen

Kokzidiostatika	*Bezugsquelle*	*CAS-Nummer*
Nicarbazin (Dinitrocarbanilid)	Sigma N3905 (Fluka, Buchs)	330-95-0
Monensin Natrium	Riedel de Haën 46468 (Fluka, Buchs)	22373-78-0
Lasalocid Natrium	Sigma L1021 (Fluka, Buchs)	25999-20-6
Narasin	Sigma N1271 (Fluka, Buchs)	55134-13-9
Salinomycin Natrium	Riedel de Haën 46729 (Fluka, Buchs)	53003-10-4
Maduramicin Kalium	Bundesamt für Veterinärwesen, Bern	84878-61-5

Für die Kalibrationsgerade und die Wiederfindungsexperimente wurde eine Standardlösung mit einer Konzentration von 2 mg/l je Kokzidiostatika hergestellt. Dazu pipettierte man 200 µl von jeder Stammlösung in einen Masskolben von 20 ml Nennvolumen und füllte mit Acetonitril/Wasser (80/20) zur Marke auf. Diese Lösung war bei 4 °C eine Woche haltbar.

Probenaufarbeitung

Pro Probe wurden 6 Eier aufgeschlagen und mit einem Stabmixer (Polytron; Kinematica, Luzern) homogenisiert. Von dem Homogenat wurden 10,00 g in ein 50 ml Probenröhrchen (Greiner; Huber, Reinach) eingewogen und mit 1 ml Essigsäure c=1,0 mol/l (Fluka, Buchs) und 20 ml Acetonitril (Scharlau gradient grade; EGT-Chemie, Tägerig) versetzt. Die Röhrchen wurden verschlossen und kurz von Hand geschüttelt, bevor sie mit einem Horizontalschüttler (GFL, D-Burgwedel) während 30 Minuten auf maximaler Stufe geschüttelt wurden. Anschliessend wurden 5 g Natriumchlorid (Fluka, Buchs) zugegeben und nochmals kurz von Hand geschüttelt. Bei 4000 rpm wurden die Proben zentrifugiert (Eppendorf, Schönenbuch). Dem Überstand wurden 5 ml entnommen und auf die vorgängig mit 5 ml Acetonitril konditionierten 500 mg Silicagel-Kartuschen (J.T. Baker; Stehelin, Basel) gegeben. Die Kartusche wurde anschliessend mit 2 ml Acetonitril gespült, Durchlauf und Spülung in einem für das Ausblasen geeignetem Glas vereinigt und bei 40 °C unter Stickstoffstrom zur Trockene ausgeblasen. Der Rückstand wurde in 1 ml Wasser/Acetonitril (20/80) aufgenommen und für die LC-MS/MS Messung verwendet.

Für die Kalibration wurden unbelastete Eier homogenisiert und mit den Kokzidiostatika in Konzentrationen von 0, 2, 5, 10 und 20 ng/g aufdotiert (Zugabe der Standardlösung enthaltend 2 mg/l je Kokzidiostatika zu 10 g homogenisiertem Ei; die für die Extraktion zugegebene Menge Acetonitril muss entsprechend angepasst werden). Anschliessend werden die Kalibrationsproben wie oben beschrieben aufgearbeitet.

LC-MS/MS Analyse

Die Trennung der Analyten wurde auf einem HPLC Gerät der Serie 1100 von Agilent, D-Waldbronn durchgeführt. Die massenspektrometrische Detektion

erfolgte mit einem Tandem Massenspektrometer API 3000 von Sciex (Applied Biosystems, Rotkreuz).

HPLC-Bedingungen:

Eluent A: Acetonitril/Ammoniumacetat (c=0,05 mol/l)=60/40)
Herstellung: 0,77 g Ammoniumacetat (Fluka, Buchs) in 80 ml Wasser (nanopur) lösen und 120 ml Acetonitril beigeben.

Eluent B: Ameisensäure (c=0,1 ml/100ml) in Acetonitril/Methanol/Tetrahydrofuran/Wasser (67/10/10/13)
Herstellung: 134 ml Acetonitril und 20 ml Methanol (Scharlau gradient grade; EGT-Chemie, Tägerig) und 20 ml Tetrahydrofuran (Fluka, Buchs) und 26 ml Wasser (nanopur) und 0,4 ml Ameisensäure c=50 ml/100 ml (Fluka, Buchs)

Gradient: 0–5' 100% Eluent A, 5–6' linear zu 0% Eluent A, 6–20' 0% Eluent A, 20–21' linear zu 100% Eluent A, 21–30' 100% Eluent A.

Festphase: Luna C18, 150×2,0 mm, 3 µm (Phenomenex; Brechbühler, Schlieren)

Fluss: 300 µL/min

Injektionsvolumen: 15 µL

Säulentemperatur: 40 °C

MS-Bedingungen:

Ionisierung: 0–10 min Elektrospray negativ (ESI^-): –3300 V
10–20 min Elektrospray positiv (ESI^+): +5500 V

Scan-Type: Multiple Reaction Monitoring (Tabelle 2)

Temperatur: 350 °C

Die weiteren Parameter sind substanzspezifisch und in Tabelle 2 aufgelistet.

Tabelle 2
Analyten mit Retentionszeit (Rt) und den substanzspezifischen massenspektrometrischen Einstellungen. (DP: Declustering Potential; FP: Focusing Potential; EP: Entrance Potential; CE: Collision Energy; CXP: Cell Exit Potential)

Analyt	*Rt*	*Massenspur*	*DP*	*FP*	*EP*	*CE*	*CXP*
Nicarbazin	3,6'	301.1/106.9	–21	–80	–10	–48,6	–7,3
(Dinitrocarbanilid)		301.1/137.1	–21	–80	–10	–22,1	–10
Monensin-Na	10.8'	693.7/479.3	17	220	14	70	12
		693.7/461.4	17	220	14	70	12
Lasalocid-Na	12,1'	613.4/377.1	120	60	15	51	10
		613.4/577.3	120	60	15	45	10
Salinomycin-Na	13,5'	773.6/431.2	40	185	15	68	14
		773.6/531.2	40	185	15	60	14
Maduramicin-NH_4	13,7'	934.6/629.2	35	400	10	36	20
		934.6/393.4	35	400	10	38	20
Narasin-Na	14,6'	787.6/431.2	5	250	14	69,5	11
		787.6/531.4	5	250	14	63	11

Berechnung der Resultate

Aufgrund der Kalibrationsgeraden wurde mittels linearer Regression der Kokzidiostatikagehalt ermittelt. Dazu wurde die erste Massenspur verwendet, die zweite Spur diente nur noch zur qualitativen Absicherung. Die Resultate wurden als reine Kokzidiostatika bzw. im Falle von Nicarbazin als Dinitrocarbanilid (DNC) berechnet.

Leistungsfähigkeit der Methode

Die Methode wurde nach den Kriterien von Kap. 60C des schweizerischen Lebensmittelbuches (5) validiert (Tabelle 3).

Tabelle 3
Validierungsparameter der LC-MS/MS Methode

Kokzidiostatika	*NG (3×S/N) [ng/g]*	*BG (CCα; α=1 %) [ng/g]*	*Wiederfindung [%]*	*Messunsicherheit (kombiniert) [%]*
Lasalocid	0,5	1,5	108	20
Monensin	0,4	0,8	102	14
Narasin	0,2	1,1	94	14
Salinomycin	0,1	0,7	110	14
Nicarbazin (DNC)	0,1	0,9	97	5
Maduramicin	0,3	0,6	122	10

Resultate und Diskussion

Analytik

Für die Analyse von PIP in Eiern hat sich schon seit längerem die HPLC bewährt (6). In früheren Jahren mussten die PIP derivatisiert werden, um mit einem Fluoreszenz oder UV-Detektor erfasst zu werden (6). Mit dem breiten Aufkommen der massenspektrometrischen Detektion in der Flüssigchromatografie (LC-MS), wurde die Analyse wesentlich vereinfacht, da sich das Derivatisieren der Analyten erübrigt und zudem die Bestimmungsgrenzen, je nach Kokzidiostatika, in den tiefen ppb-Bereich gesenkt werden konnten (7, 8, 9). Zudem ist die Resultateabsicherung bei der Detektion auf zwei Massenspuren, wie es bei der Verwendung eines Tandem Massenspektrometers üblich ist, bedeutend besser. Die hier vorgestellte und für die Untersuchungen verwendete Methode stützt sich im Wesentlichen auf eine vom Bundesamt für Verbraucherschutz in Berlin zur Verfügung gestellte Methode und die Veröffentlichungen von *Dubois et. al.* (7) und jene von *Matabudul et. al.* (8).

Die verwendeten quaternären HPLC-Bedingungen mit Ammoniumacetat und Ameisensäure scheinen kompliziert, zumal *Dubois et. al.* (7) mit lediglich Acetonitril, Wassser und Ameisensäure, ebenfalls auf einer C18-Festphase, gute chromatografische Ergebnisse erzielten. Die Verwendung von Acetonitril, Methanol, THF und Wasser zur chromatografischen Trennung der PIP auf einer C18-Festphase

geht auf eine Arbeit von *Blanchflower* und *Kennedy* (10) zurück. Durch die Variation der Eluentenzusammensetzung machten wir die Erfahrung, dass die Signalintensität der PIP durch die Anwesenheit von THF deutlich besser ist, als bei der Verwendung von Wasser und Acetonitril. Ähnliche Erfahrungen machten auch *Matabudul et al.* (8). Beide Arbeitsgruppen (8, 10) verwendeten Trifluoressigsäure im Eluenten, was sich bei uns nicht bewährte, da wir Suppressionseffekte feststellten. Aus diesem Grund wurde die Trifluoressigsäure für die vorliegende Arbeit durch Ameisensäure ersetzt, womit bessere Signal/Rausch Verhältnisse erzielt wurden. Das verbesserte Signal/Rausch-Verhältnis bezieht sich auf die Natrium-

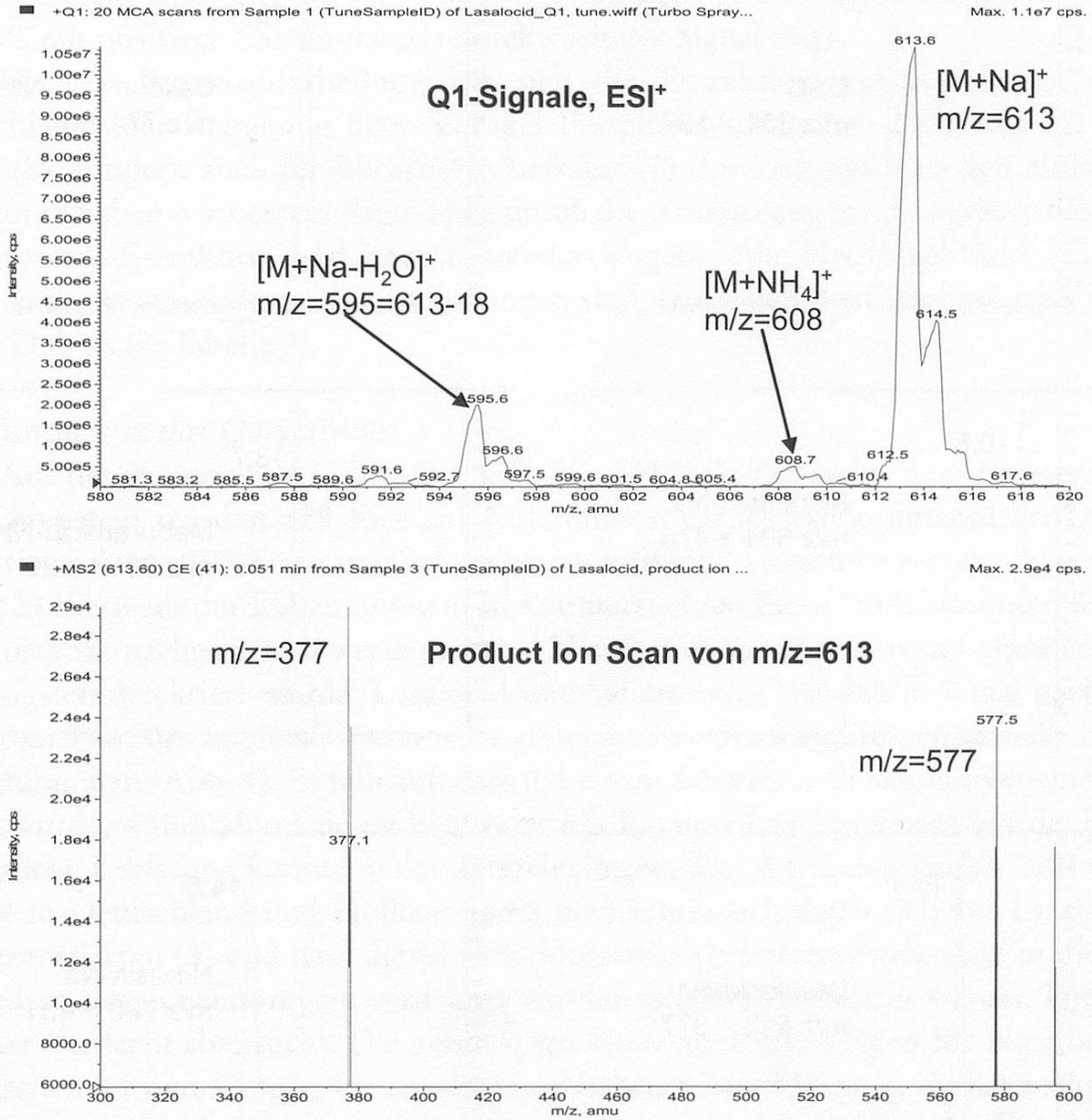

Abbildung 2 **Massenspektrum von Lasalocid mit positiver Elektrospray Ionisierung (ESI+).** Oben: Ionisierungsprodukte von Lasalocid. Unten: Fragmentierung von Lasalocid-Natrium mit m/z=613. Die resultierenden Fragmentionen m/z=377 und m/z=577 wurden für die Quantifizierung verwendet

Addukte der einzelnen PIP. Diese zeigten sich, wie bereits von anderen Arbeitsgruppen festgestellt (7, 8, 9, 10), als die stabilsten und sensitivsten Ionen bei positiver Elektrospray Ionisierung (Abb. 2). Einzige Ausnahme bildete Maduramicin, das mit Ammonium das signalintensivere Addukt ergab (Tab. 2).

Um das gesetzte Ziel, neben den PIP auch Nicarbazin, welches eine deutlich andere chemische Struktur aufweist (Abb. 1), zu erfassen, mussten die LC-MS/MS Bedingungen entsprechend angepasst werden. In früheren Arbeiten wurden Methoden angewandt, die sich auf Nicarbazin als einziges Kokzidiostatika konzentrierten

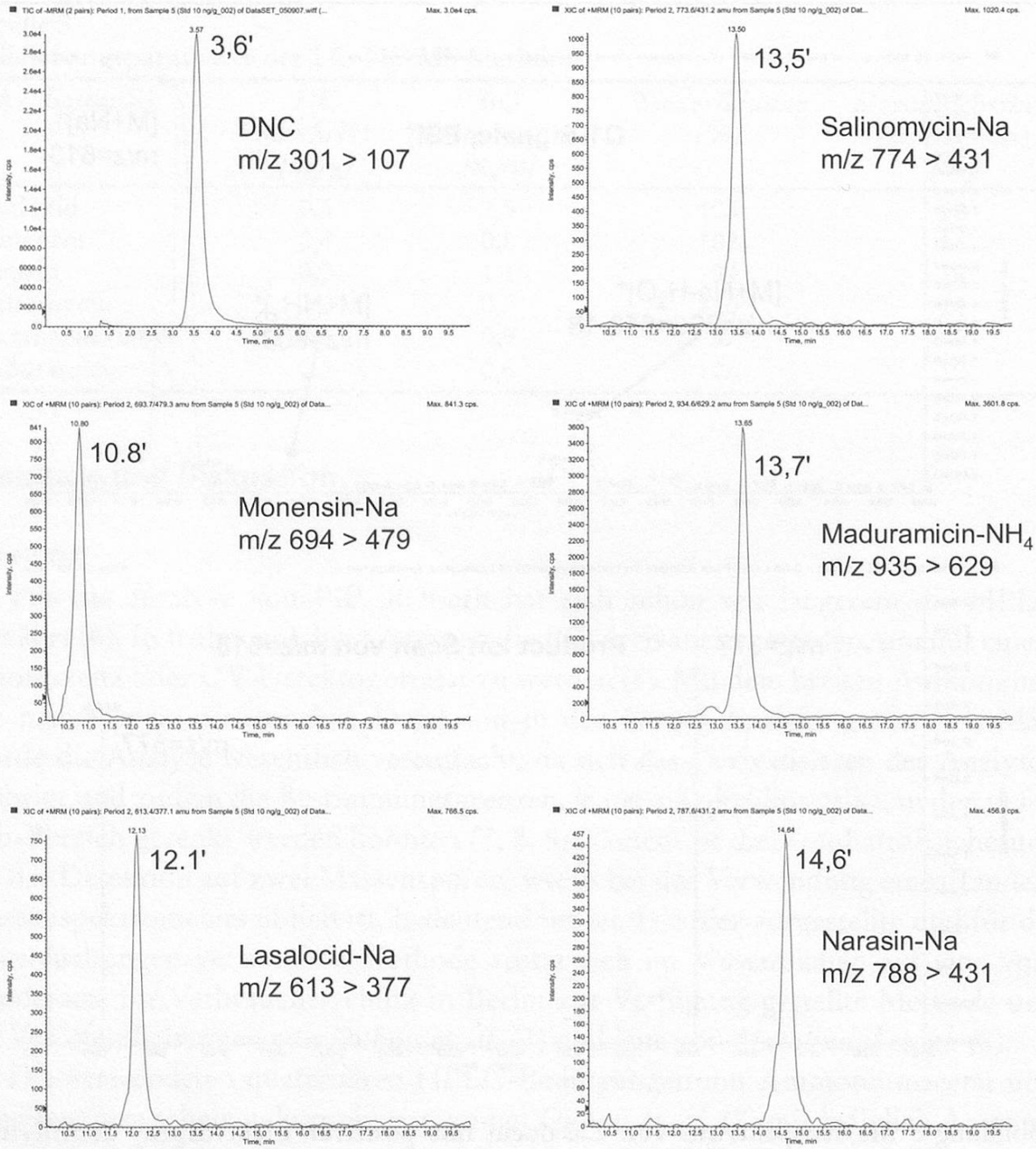

Abbildung 3 **Chromatogramme von einem Ei, das mit je 10 ng/g Kokzidiostatika aufgestockt wurde**

(11, 12, 13). Für die chromatografische Trennung wurden eine C18 Festphase und Ammoniumacetat in Wasser/Methanol verwendet. Mit APCI (Atmospheric Pressure Chemical Ionization) konnten sowohl Dinitrocarbanilid (DNC), als auch Dimethylhydroxypyrimidin nachgewiesen werden. Um Nicarbazin neben den PIP nachweisen zu können, wurde zu Beginn der Trennung die Nicarbazin-Bedingungen mit Ammoniumacetat in Wasser/Acetonitril verwendet und anschliessend mit einem linearen Gradient innerhalb einer Minute auf die PIP-Bedingungen gewechselt. Was gute Resultate ergab (Abb. 3). Ähnlich verfuhr auch *Dubois* (7). Damit verbunden ist aber die Einschränkung auf DNC, als Markersubstanz für Nicarbazin, da die PIP mit ESI detektiert werden. DNC zeigt gemäss *Cannavan* (12) gegenüber der Ionisierung mit APCI ein deutlich intensiveres Signal mit negativer ESI. Diese Detektionsart wurde dann auch angewandt, da gemäss eigenen Experimenten DNC mit positiver ESI ein mehrfach schwächeres Signal zeigt.

Für die Probenaufarbeitung hat sich die Extraktion mit Acetonitril und anschliessender Reinigung über Silicagel Festphasenkartuschen nicht nur für die PIP (8), sondern auch für Nicarbazin bewährt (7). Im Gegensatz zu den zitierten Autoren haben wir bessere Ergebnisse durch die Ansäuerung mit Essigsäure bei der Acetonitril-Extraktion und anschliessender Zugabe von Natriumchlorid erzielt. Die von uns erarbeiteten Wiederfindungen sind denn auch deutlich besser als jene von Dubois (7; Tabelle 3).

Befunde aus der Ostschweiz

Aus den Kantonen AI, AR, GL, GR, SG, SH, TG, ZH sowie dem Fürstentum Liechtenstein wurden 128 Eier auf Kokzidiostatikarückstände untersucht. Diese setzten sich aus 105 Eiern von Schweizer, vorwiegend Ostschweizer, Produzenten und 23 Eiern aus der EU zusammen. In 42 untersuchten Eiern (33 %) konnten Kokzidiostatika nachgewiesen werden, wobei Nicarbazin mit 27 positiven Befunden am häufigsten detektiert wurde. Lasalocid und Salinomycin wurden je 9-mal nachgewiesen, Narasin zweimal. Keines der untersuchten Eier enthielt Monensin oder Maduramicin (Abb. 4). Es fällt auf, dass in keinem Schweizer Ei Salinomycin gefunden wurde, während in keinem Ei aus der EU Lasalocid nachgewiesen wurde. Eine mögliche Erklärung könnte in der Tatsache liegen, dass die in den Jahren 2003 und 2004 in Deutschland und Holland gemachten Untersuchungen sich auf Lasalocid konzentrierten (3) und dass dieses Kokzidostatika als Futtermittelzusatz in diesen Ländern durch Salinomycin verdrängt worden ist. Weiter erhärtet werden konnte dieser Verdacht aber nicht. Die gefundenen Konzentrationen lagen für Nicarbazin zwischen 0,1 und 17 ng/g, für Lasalocid zwischen 3,7 und 59 ng/g, für Salinomycin zwischen 0,1 und 10 ng/g und für Narasin zwischen 0,2 und 6 ng/g. Durch die Untersuchung der entsprechenden Futtermittel konnte der Grund für die Kontamination schnell ermittelt werden. Wie bei den bereits zitierten Untersuchungen (2, 3, 4, 13) stellte sich auch in diesen Fällen heraus, dass mit Kokzidiostatika verunreinigtes Futtermittel die Ursache war. In diesem Zusammenhang wurden Lasalocid-

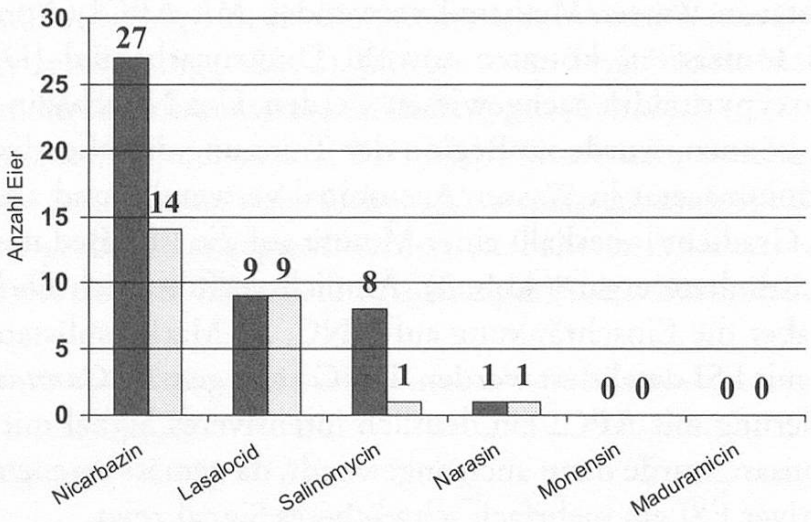

Abbildung 4 **Anzahl positive Befunde (dunkle Balken) und Eier mit Kokzidiostatikagehalten von >3 ng/g (helle Balken) der total 128 untersuchten Eier**

gehalte in Futter von bis zu 160 ng/g nachgewiesen. Nach der Auswechslung von kontaminiertem Futtermittel mit erwiesenermassen Lasalocid-freiem Futter, nahm der Lasalocidgehalt in den Eiern rasch ab, so dass in einem untersuchten Fall nach 9 Tagen kein Rückstand mehr nachweisbar war.

Nun stellt sich die Frage wie diese Befunde zu bewerten sind. Mit einem ADI (Acceptable Daily intake) von 2,5 µg/kg KG ist Lasalocid das toxikologisch relevanteste Kokzidiostatika (14). Um diesen Wert zu erreichen, müsste eine erwachsene Person von den mit rund 60 ng/g Lasalocid belasteten Eiern täglich über 40 Stück verspeisen. Toxikologisch stellen die gefundenen Rückstände somit kein Problem dar. Lebensmittelrechtlich finden sich für Kokzidiostatikarückstände in Eiern, weder in der schweizerischen Gesetzgebung, noch im Lebensmittelrecht der EU, noch im Codex Alimentarius Höchstwerte. Für Legehennen ist die Anwendung von Kokzidiostatika wegen der hohen Übertragungsrate auf das Ei nicht erlaubt (1), was eigentlich einer Nulltoleranz entspricht. In Deutschland wurden Lasalocidgehalte von >3 ng/g als Verunreinigung beanstandet (3). Dieser Wert korrespondiert mit dem Höchstwert von 30 ng/g Lasalocid in Futtermitteln, wie er in Anlehnung an die Gepflogenheiten in Deutschland und Österreich auch von der Schweiz übernommen wurde (15). Das bedeutet, dass Legehennenfutter mit bis zu 30 ng/g Lasalocid verunreinigt sein kann. Für die lebensmittelrechtliche Beurteilung kontaminierter Eier ist festzuhalten, dass Kokzidiostatika natürlicherweise nicht in Eiern vorkommen. Folglich stellen diese Stoffe einen Fremdstoff im Sinne von Art. 4 Abs. 3 des eidg. Lebensmittelgesetzes dar (16). Gemäss Art. 2 Abs. 2 der Lebensmittelverordnung dürfen Lebensmittel nicht verunreinigt sein (17) und gemäss Art. 1 der Fremd- und Inhaltsstoffverordnung (FIV) dürfen Fremdstoffe nur in gesundheitlich unbedenklichen und technisch unvermeidbaren Mengen in Lebens-

mitteln vorkommen (18). Es stellt sich die Frage, was eine technisch unvermeidbare Verunreinigung in diesem Zusammenhang darstellt. Nehmen wir nun die 3 ng/g die für Lasalocid als Höchstwert in Deutschland Usanz sind und wenden diesen Wert auf die gefundenen Kokzidiostatikagehalte an, so bleiben von den 42 kontaminierten Eiern, deren 25 die diesen Wert überschreiten (Abb. 4). Das sind rund ein Fünftel der untersuchten Proben. Anders ausgedrückt: 80 % der untersuchten Eier enthalten keine Kokzidiostatika oder aber in Konzentrationen <3 ng/g. Dieser Anteil von 80 % legt den Schluss nahe, dass es sich bei den gefundenen Kokzidiostatikarückständen von >3 ng/g im Sinne von Art. 1 der FIV um technisch vermeidbare Verunreinigungen handelt.

Schlussfolgerung

Die beschriebene Methode zur Bestimmung von Nicarbazin- neben PIP-Rückständen in Eiern hat sich gut für die Untersuchung einer grösseren Anzahl Eier bewährt. Bei den gefundenen Konzentrationen von >3 ng/g Kokzidiostatika handelt es sich um technisch vermeidbare Verunreinigungen, welche durch kontaminiertes Futtermittel verursacht wurde. Es sind nun Wege zu suchen, wie Futter ohne solche Kontaminationen produziert werden kann.

Dank

Die Autoren danken den beteiligten Kolleginnen und Kollegen der Kantonalen Laboratorien der Ostschweiz und des Fürstentum Liechtensteins für die gute Zusammenarbeit.

Zusammenfassung

Es wird eine LC-MS/MS Methode vorgestellt, die es erlaubt Nicarbazin neben den Polyetherionophoren Kokzidiostatika Lasalocid, Monensin, Salinomycin, Maduramicin und Narasin in Eiern bis zu Konzentrationen von 0,1–0,5 ng/g nachzuweisen. In 42 von total 128 untersuchten Eiproben konnten Kokzidiostatika detektiert werden, wobei in 25 Proben Konzentrationen >3 ng/g gemessen wurden. Die Autoren sind der Ansicht, dass Kokzidiostatikarückstände >3 ng/g lebensmittelrechtlich als technisch vermeidbare Verunreinigungen zu beurteilen sind.

Résumé

Une méthode LC-MS/MS est présentée qui permet la détermination de la nicarbazine et d'autres coccidiostatiques du type polyéthers ionophores tels que la Lasalocide, Monensine, Salinomycine, Maduramicine et Narasine dans les œufs à des concentrations de 0,1–0,5 ng/g. Des coccidiostatiques ont été mesurés à des concentrations allant de la limite de détection jusqu'à 59 ng/g dans 42 échantillons d'œufs sur 128. Les teneurs en coccidiostatiques dépassaient les 3 ng/g pour 25 de ces œufs. Considérant la législation suisse sur les denrées alimentaires, les auteurs postulent qu'une teneur en residus de coccidiostatiques >3 ng/g serait techniquement évitable.

Summary "Coccidiostats residues in eggs"

A method for the determination of Nicarbazin beside the polyether ionophore antibiotics Lasalocid, Monensin, Salinomycin, Maduramicin and Narasin in egg in concentrations from 0.1–0.5 ng/g by LC-MS/MS is presented. Coccidiostats were found in concentrations from the limit of detection to 59 ng/g in 42 out of 128 egg samples. There were 25 eggs with residues >3 ng/g coccidiostats. Regarding to the swiss law for food and consumer protection the authors assesses residues >3 ng/g coccidiostats as a technical avoidable concentration.

Key words

Coccidiostats, Polyether ionophores, Residues, Egg, Mass spectrometry

Literatur

1 Anhang 2 Liste A der Futtermittelbuchverodnung vom 10.6.1999 (Stand 25.3.04), SR 916.307.1. http://www.alp.admin.ch/de/fuetterung/docs/a_cocc.pdf

2 *Kennedy D.G., Blanchflower W.J., Hughes P.J. and McCaughey W.J.:* The incidence and cause of lasalocid residues in eggs in Northern Ireland. Food Additives and Contaminants **13**, 787–794 (1996)

3 Chemisches und Veterinäruntersuchungsamt Karlsruhe: Jahresbericht 2003, 53–54. http://www.cvua-karlsruhe.de/eua/lm/rkm/2003_lasaei.htm

4 Kantonales Laboratorium Basel-Landschaft: Jahresbericht 2004, 17–22. http://www.baselland.ch/docs/vsd/labor/aktuell/jb2004/2004_teil-06.pdf

5 Schweizerisches Lebensmittelbuch: Kapitel 60C Leitfaden zur Validierung chemisch-physikalischer Prüfverfahren und zur Abschätzung der Messunsicherheit (2004). Publiziert unter *Albrecht B. et. al.:* Leitfaden zur Validierung chemisch-physikalischer Prüfverfahren und zur Abschätzung der Messunsicherheit. Mitt. Lebensm. Hyg. **95**, 199–222 (2004)

6 *Elliott Ch.T., Kennedy D.G. and Mc Caughey W.J.:* Methods for the detection of polyether ionophore residues in poultry. Analyst **123**, 45R–56R (1998)

7 *Dubois M., Pierret G. and Delahaut Ph.:* Efficient and sensitive detection of residues of nine coccidiostats in egg and muscle by liquid chromatography-electrospray tandem mass spectrometry. Journal of Chromatography B **813**, 181–189 (2004)

8 *Matabudul D.K., Conwa B., Lunley I. and Sumar S.:* The simultaneous determination of the ionophore antibiotics in animal tissues and eggs by tandem electrospray LC-MS-MS. Food Chemistry **75**, 345–354 (2001)

9 *Rosén J.:* Efficient and sensitive screening and confirmation of residures of selected polyether ionophore antibiotics in liver and eggs by liquid chromatography-electrospray tandem mass spectrometry. Analyst **126**, 1990–1995 (2001)

10 *Blanchflower W.J. and Kennedy D.G.:* Determination of monensin, salinomycin and narasin in muscle, liver and eggs from domestic fowl using liquid chromatography electrospray mass spectrometry. Journal of Chromatography B **675**, 225–233 (1996)

11 *Blanchflower W.J., Hughes P.J. and Kennedy D.G.:* Determination of Nicarbazin in Eggs by Liquid Chromatography-Atmospheric Pressure Chemical Ionization Mass Spectrometry. Journal of AOAC International **80**, 1177–1182 (1997)

12 *Cannavan A., Ball G. and Kennedy D.G.:* Determination of nicarbazin in feeds using liquid chromatography-electrospray mass spectrometry. Analyst **124**, 1431–1434 (1999)

13 *Cannavan A., Ball G. and Kennedy D.G.:* Nicarbazin contamination in feeds as a cause of residues in eggs. Food Additives and Contaminants **17**, 829–836 (2000)

14 European Medicines Agency: Lasalocid Sodium. EMEA/MRL/912/04 (2004). http://www.emea.eu.int/pdfs/vet/mrls/091204en.pdf
15 Agroscope, Posieux-Liebefeld: Rundschreiben ALP 3/2004 vom 20.12.2004. http://www.alp.admin.ch/de/fuetterung/docs/rundschreiben_2004_03.pdf
16 Bundesgesetz über Lebensmittel und Gebrauchsgegenstände vom 9.10.1992 (Stand 15.2.2005), SR 817.0. http://www.admin.ch/ch/d/sr/c817_0.html
17 Lebensmittelverordnung vom 1.3.1995 (Stand 12.7.2005), SR817.02. http://www.admin.ch/ch/d/sr/c817_02.html
18 Verordnung des EDI über Fremd- und Inhaltsstoffe in Lebensmitteln vom 26.6.1995 (Stand 22.2.2005), SR817.021.23. http://www.admin.ch/ch/d/sr/c817_021_23.html

Korrespondenzadresse: Dr. Pius Kölbener, Kant. Amt für Lebensmittelkontrolle (KAL), Blarerstrasse 2, 9001 St. Gallen. E-Mail: pius.koelbener@sg.ch