

# Rückstände und Kontaminanten in Lebensmitteln tierischer Herkunft



Agilent LCMS-QQQ  
User Meeting 2011  
Waldbronn  
24. - 25.01.2011



Dr. Björn Hardebusch  
Chemisches und Veterinär-  
untersuchungsamt Freiburg



# Rückstände und Kontaminanten in Lebensmitteln tierischer Herkunft

## Das CVUA Freiburg

- Insgesamt 7 Abteilungen
- Verteilt auf zwei Gebäude
- Zentral- und Schwerpunktaufgaben für BW
- Netzwerk mit 4 weiteren CVUAs in den vier Regierungsbezirken



## Organigramm des CVUA Freiburg

1	2	3	4	5	6	7
GC, GC-MS	Trinkwasser	<b>Pestizide (EU-RL)</b>	Wein	Diätetische Lbm.	Fleisch (1)	Pathologie
HPLC	Mineralwasser	<b>Pestizide Kontaminanten</b>	Spirituosen	Speiseeis, feine Backwaren	Fleisch (2)	Bakteriologie
Bedarfsgegenstände	Elementanalytik	<b>Tierarzneimittel (1)</b>	Pflanzliche Lebensmittel	Öle, Fette, Speiseeis	Fisch	Virologie
Kosmetika	Toxikologie	<b>Tierarzneimittel (2)</b>	Honig, Süßigkeiten	Fertiggerichte	Milch (1)	Serologie
Zentrale Datenverarbeitung	GVO I	<b>Dioxine</b>	Radio- und Stabilisotopen	Molekular Biologie	Milch (2)	Bienenkrankheiten
	GVO II	<b>Dioxine (EU-RL)</b>			Mikrobiologie	Fischkrankheiten
		<b>HPLC-MS</b>			Immunologie	Geflügelkrankheiten



# Abteilung 3

## Rückstände und Kontaminanten

Labor	Amtliche Überwachung	Gemeinschaftsreferenzlabor (EURL)	WHO-Referenzlabor
Tierarzneimittel, NRKP	RegBez Freiburg, Tübingen		
Pestizide in LM tier. Herkunft	Zentral in BW	EU	global
Dioxine	Zentral in BW für LM und FM	EU	global



# Rückstände und Kontaminanten in Lebensmitteln tierischer Herkunft

## Referenzlaboratorien

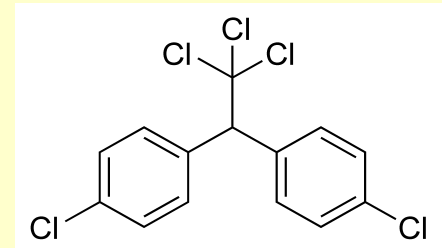
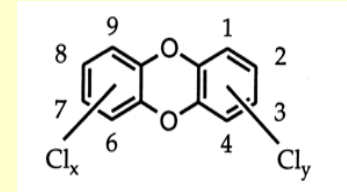
- EU-RL für Dioxine und PCB in Lebensmitteln und Futtermitteln
- EU-RL für Pestizide in tierischen Lebensmitteln und Waren mit hohem Fettgehalt
- WHO Referenzlabor für Stockholm Convention POPs in Humanmilch



# Rückstände und Kontaminanten in Lebensmitteln tierischer Herkunft

## Inhalt dieser Präsentation

- **Dioxine (tierische LM)**
- **Pestizide und Kontaminanten**
- **Tierbehandlungsbehandlungsmittel  
(pharmakologisch wirksame Stoffe)**
- **Ausblick (neue Herausforderungen)**



# Dioxine Lebensmitteln tierischer Herkunft

---

- Dioxinbelastung durch tierische Lebensmittel (90%)
  - Problem: in der Regel unwissentliche Kontamination z.B. des Futtermittels oder der Umgebung der Tiere
  - Niedrige Höchstmengen pg/g Fett (WHO-TEQ)
  - Skandale mit politischer Brisanz
- 



# Dioxine Lebensmitteln tierischer Herkunft

## Größte Fälle von Dioxin-Kontaminationen in den letzten Jahren (häufig in Zusammenhang mit Futtermitteln)

- Zitrustrester aus Brasilien (1997/98)
  - Betroffene Lebensmittel: Milch
  - Kontamination durch Schalen und Fruchtfleisch von Orangen;
  - diese wurden getrocknet und nach Neutralisation mit PCB-haltigem Kalk als Pellets/Futtermittel verkauft
- Belgische Dioxinkrise (1999)
  - Betroffene Lebensmittel: Hühnerfleisch und Eier
  - Kontamination durch Entsorgung von 25 l mit Dioxinen und PCB kontaminiertem Transformatorenöl
  - in der Sammelstelle für tierisches Fett zur Wiederverwertung; Verarbeitung des Fettes zu Futtermittel
- Guarkernmehl aus Indien (2007)
  - Betroffene Lebensmittel: Fruchtzubereitungen, Joghurt, Getränke, Suppen
  - Kontamination durch Behandlung des Guarkernmehls mit Pentachlorphenol (PCP);
  - PCP ist aufgrund der Belastung mit Dioxinen als Pestizid verboten
- Büffel-Mozzarella aus Italien (2008)
  - Betroffene Lebensmittel: Milch und Milcherzeugnisse aus Italien
  - Kontamination durch stark erhöhte Hingergrundbelastung durch unsachgemäße Müllverbrennung und „Müllentsorgung“
- Schweinefleisch aus Irland (2008)
  - Betroffene Lebensmittel: Schweinefleisch aus Irland
  - Kontamination durch offene Trocknung von Futtermitteln durch PCB-haltige Öle
- Biofutter (Mais) aus der Ukraine (2010) **Bio Eier betroffen!!**
- Futtermittel-Fette für Tierfutter Deutschland (2010/11) **Bio Eier ausverkauft!!**



# Dioxine Lebensmitteln tierischer Herkunft

## Auswahl von Untersuchungen des CVUA

- Butter (gering belastet)
- Fleisch
- Eier



Quelle: [www.pixelio.de](http://www.pixelio.de)



Quelle: [www.pixelio.de](http://www.pixelio.de)

Analytik erfolgt mittels HRGC-MS

# Dioxine Lebensmitteln tierischer Herkunft

## Untersuchungen von Butter 1993-2009

Butter	1993-2009	PCB+PCDD/F pg/g Fett	PCDD/F pg/g Fett	PCB pg/g Fett	Σ Ind. PCB ng/g Fett
<b>Höchstmenge</b>		<b>6,0</b>	<b>3,0</b>		
<b>Auslösewert</b>			<b>2,0</b>	<b>2,0</b>	
Anzahl		182	764	182	182
<b>Mittelwert</b>		<b>0,9</b>	<b>0,5</b>	<b>0,6</b>	<b>3,1</b>
<b>Median</b>		<b>0,9</b>	<b>0,4</b>	<b>0,6</b>	<b>3,2</b>
Minimum		0,2	0,1	0,1	0,1
90%-Perzentil		1,2	0,9	0,8	4,8
Maximum		1,7	2,3	1,2	7,2

Werte in Butter sind unterhalb der geltenden Höchstmengen

In seltenen Fällen wird der Auslösewert überschritten



# Dioxine Lebensmitteln tierischer Herkunft

## Fleisch 1993-2009

Fleisch alles	1993-2009		PCB+PCDD/F pg/g Fett	PCDD/F pg/g Fett	PCB pg/g Fett	Σ Ind. PCB ng/g Fett
	<b>Höchstmenge</b>		<b>1,5-4,5</b>	<b>1,0-3,0</b>	<b>0,5-1,5</b>	
	<b>Auslösewert</b>			<b>0,6-1,5</b>		
	Anzahl		420	1151	420	418
	<b>Mittelwert</b>		<b>2,1</b>	<b>1,6</b>	<b>1,5</b>	<b>21,1</b>
	<b>Median</b>		<b>1,2</b>	<b>0,4</b>	<b>0,8</b>	<b>4,0</b>
	Minimum		0,1	0,0	0,0	0,1
	90%-Perzentil		3,9	1,9	3,2	24,0
	95%-Perzentil		5,5	3,5	4,3	41,3
	98%-Perzentil		10,2	10,7	7,8	184,4
	Maximum		41,6	339,0	33,7	1331,1

Streuung der Werte, Abhängig von vielen Faktoren

Unterschiedliche Höchstmengen für Schwein, Geflügel, Rind



# Dioxine Lebensmitteln tierischer Herkunft

## Eier 1993-2009

Eier	1993-2009	PCB+PCDD/F pg/g Fett	PCDD/F pg/g Fett	PCB pg/g Fett	Σ Ind. PCB ng/g Fett
	<b>Höchstmenge</b>	<b>6,0</b>	<b>3,0</b>		
	<b>Auslösewert</b>		<b>2,0</b>	<b>2,0</b>	
	Anzahl	797	1739	797	798
	<b>Mittelwert</b>	<b>5,0</b>	<b>1,3</b>	<b>3,8</b>	<b>25,4</b>
	<b>Median</b>	<b>0,8</b>	<b>0,5</b>	<b>0,4</b>	<b>3,2</b>
	Minimum	0,0	0,0	0,0	0,2
	90%-Perzentil	9,5	2,9	6,4	40,9
	Maximum	422,7	41,6	414,9	1483,6

Auch hier breite Streuung, oftmals Überschreitungen

Beanstandung sowohl bei konventionellen als auch Ökoprodukten



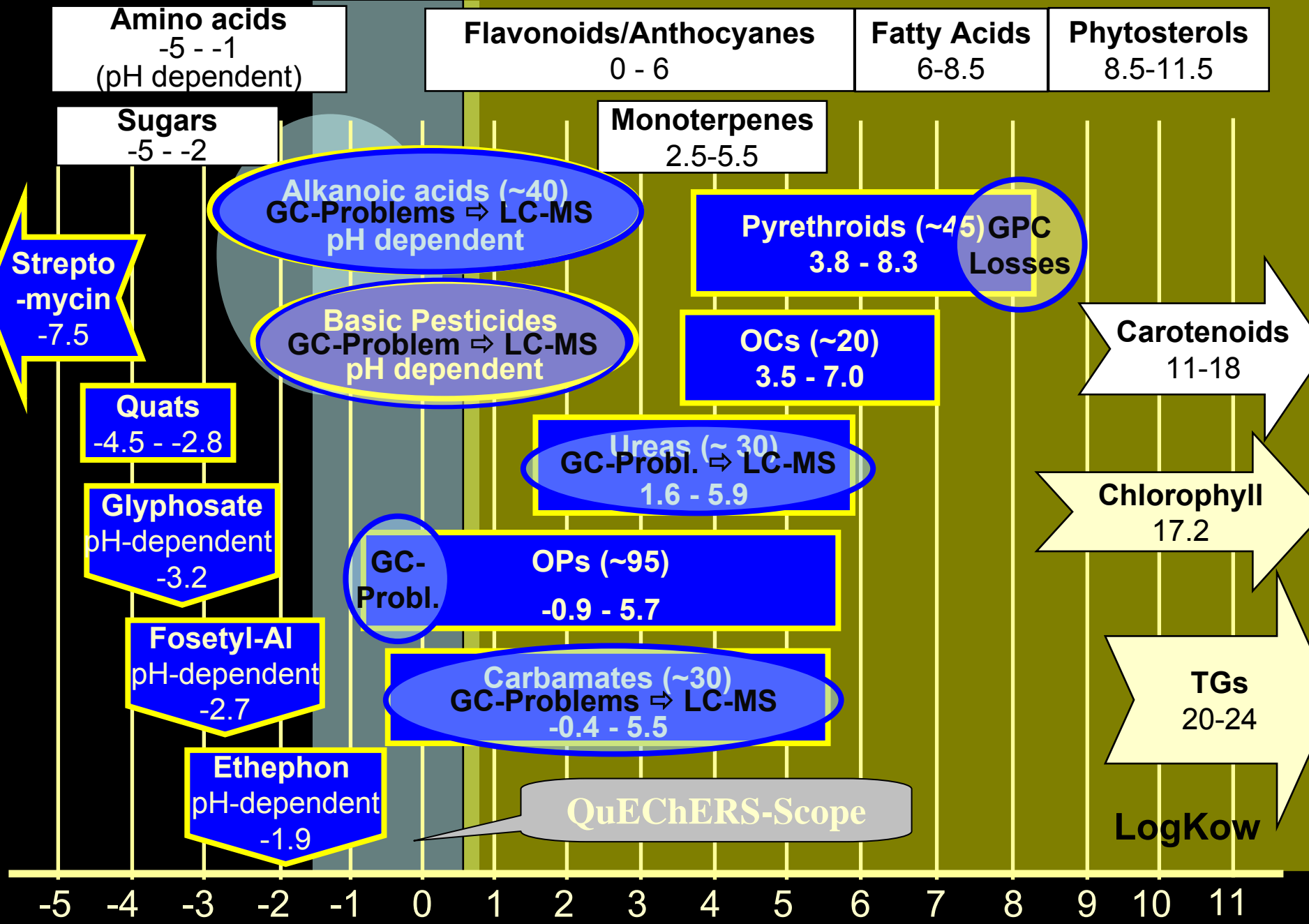
# Pestizide und Kontaminanten in tierischen Lebensmitteln Rechtliche Grundlagen

---

- VO (EG) 396/2005 über Höchstgehalte an Pestizidrückständen in oder auf Lebens- und Futtermitteln pflanzlichen und tierischen Ursprungs und zur Änderung der Richtlinie 91/414/EWG des Rates
- Deutsche RHmV gilt weiter für einige hier nicht geregelte Matrix-Wirkstoff-Kombinationen z.B. Fisch, Wild
- MRL Database ([http://ec.europa.eu/sanco\\_pesticides/public/index.cfm](http://ec.europa.eu/sanco_pesticides/public/index.cfm))
- Falls nicht aufgeführt: „Default value“: 0,01 mg/kg
- Problem: Anwendung von Wirkstoffen als Pestizid und Tierarzneimittel (2 HM, z.B.: Amitraz, Coumaphos)
- Validierung dieser Substanzen schwierig (zwei Validierungssysteme vorhanden)



# Scope Comparison – Classical MRMs vs. QuEChERS



# Pestizide und Kontaminanten in tierischen Lebensmitteln

---

- Meist unpolare, lipophile Verbindungen, Anreicherung im Fettgewebe
- Meist Organochlorverbindungen  
  
(Anwendung in EU verboten, Directive 91/414/EEC)
  - Befunde sind seit Jahren rückläufig, aber immer wieder kleinere Kontaminationsfälle (z.B. Nitrofen 2002)
- Organophosphorverbindungen, Pyrethroide
- Flammschutzmittel (bromierte)
- Organozinnverbindungen
- Moschus-Xylol
- Indikator PCB



# Pestizide und Kontaminanten in tierischen Lebensmitteln

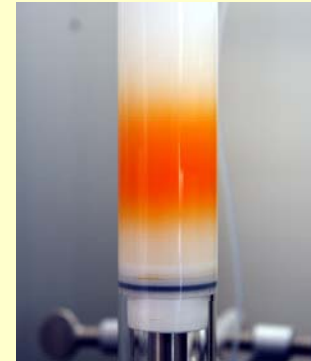
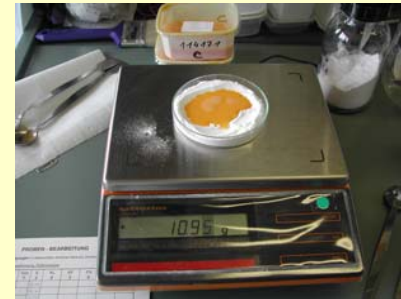
---

- Meist GC gängige Stoffe
- Untersuchungen von Routineproben erfolgt für Organochlorverbindungen, Pyrethroide, Organophosphorverbindungen mittels
  - GC-ECD (2 Säulen, GC-MSD (GC-NPD))
  - Absicherung mittels GC-MS/MS (Agilent/Chromtech)
  - Neuere Wirkstoffe nur noch über GC-MS/MS
- Einige Verbindungen werden nur als Metabolit identifiziert
  - Aldrin/Dieldrin → nur Dieldrin nachweisbar
  - DDT → DDE als Abbauprodukt (!)
- Monitoringprogramme zu Ermittlung der Belastung der Bevölkerung (EU seit 2009, National, Ökomonitoring (nur BW))



# Matrices

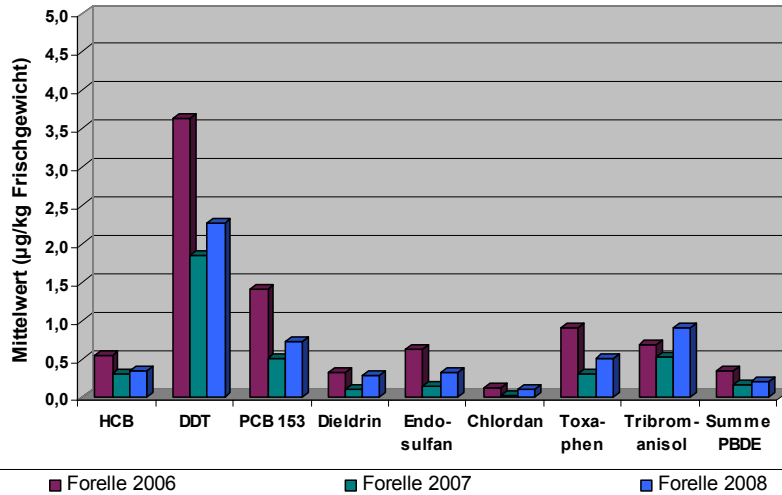
- Fleisch
  - Rind, Schwein, Geflügel, Wild, „Exoten“
- Milch und Milchprodukte (Käse, Sahne etc.)
- Eier (Vollei, Eigelb etc.)
- Fisch (Lachs, Pagasius, Thunfisch etc.)
- Muscheln, Meerestiere
- Honig
- Humanmilch



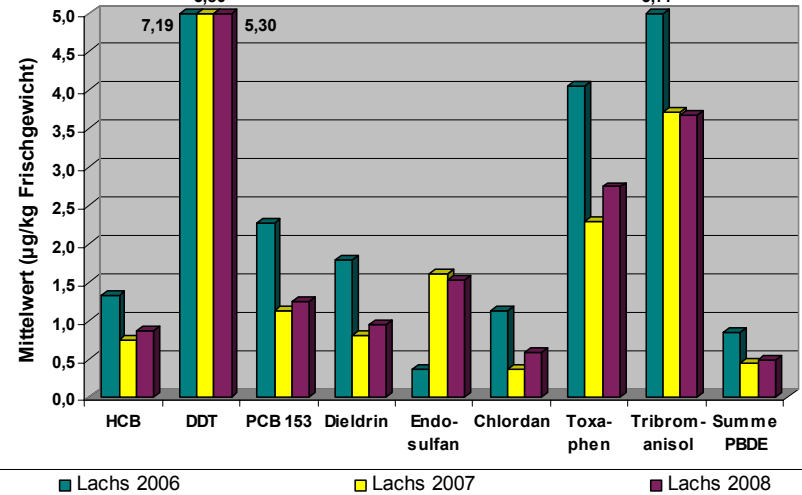
Aufarbeitung nach klassischer S19 –Methode (EN-1528)  
Extraktion Fett, Gelchromatographie, Mini-Kieselgel  
BG ~ 1 µg/kg Fett

# Beispiel: Fisch

Organische Kontaminanten in Forelle im Zeitverlauf



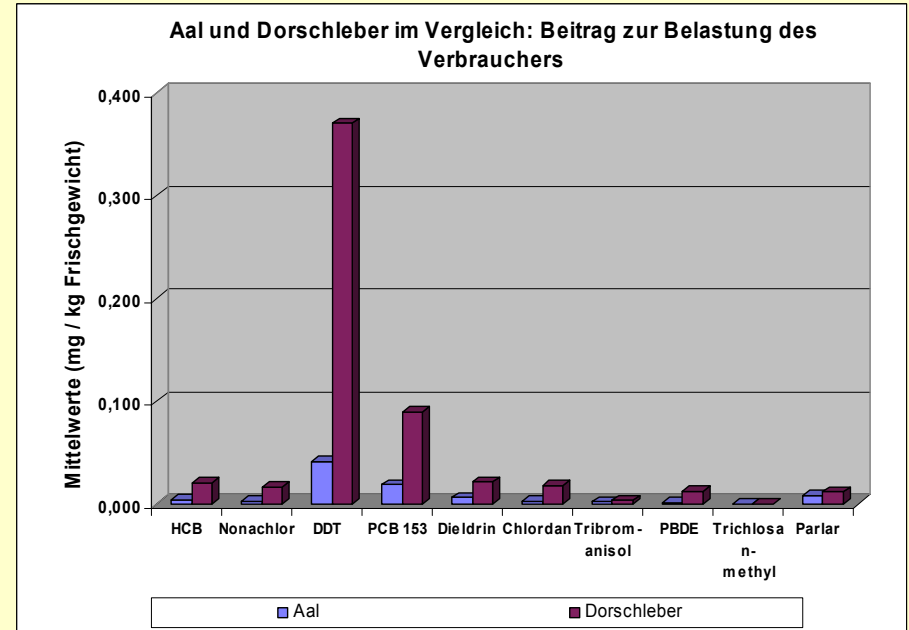
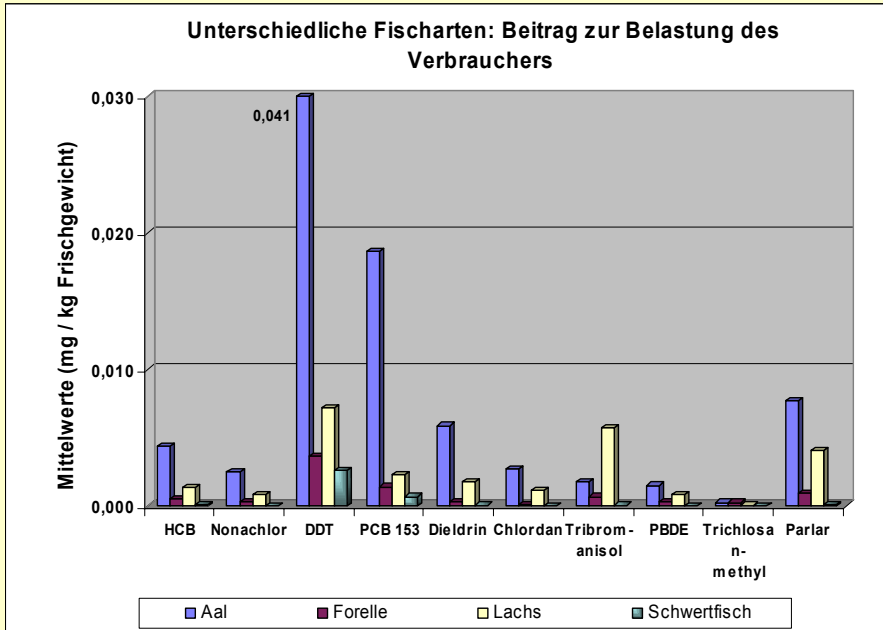
Organische Kontaminanten in Lachs im Zeitverlauf



- Gehalte fettlöslicher Pestizide und Kontaminanten im Lachs höher als in Forelle
- Ursache: Fettgehalt von Lachs ist ca. 3 mal höher als der von Forelle



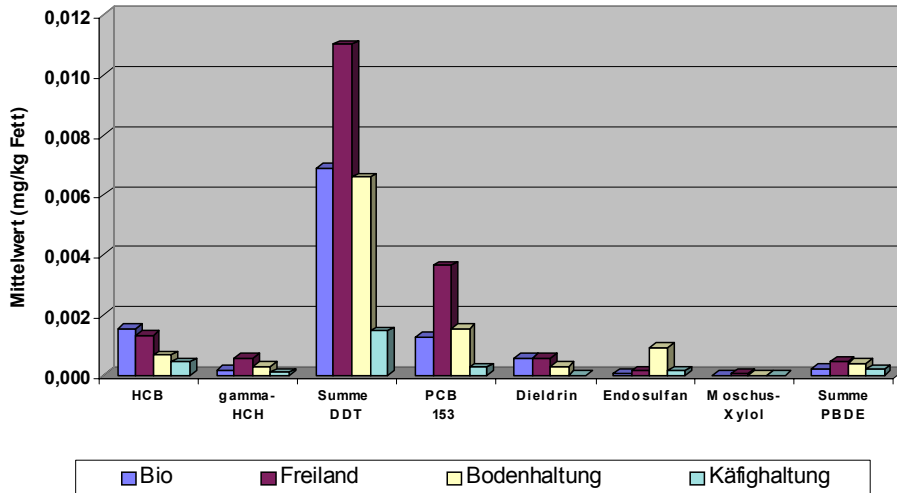
# Beispiel: Fisch (2)



- Mit einem fettreichen Fisch nimmt der Verbraucher deutlich mehr Schadstoffmenge auf als mit einem fettarmen Fisch
- Die Belastung der Aale wird nur noch von Dorschleber übertroffen

# Weitere Beispiele (Eier 2006)

Organische Kontaminanten in Eiern nach Haltungform

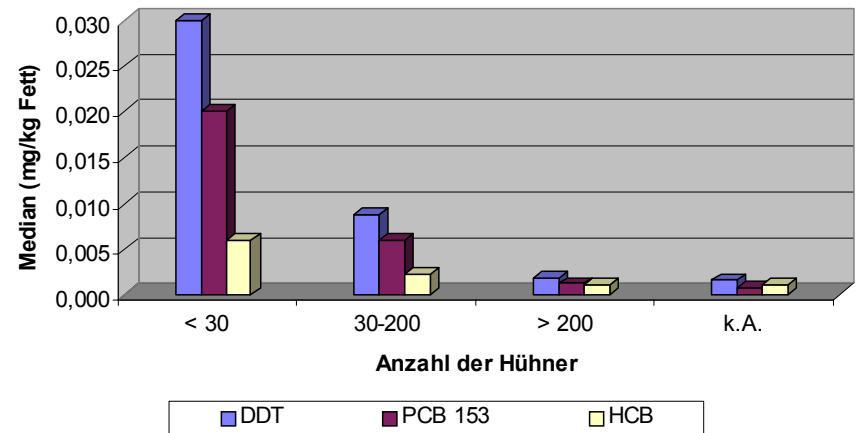


- Käfighaltung mit geringster Belastung
- Kein Unterschied Bio - Konventionell

Kleinbetriebe höher belastet als Großbetriebe

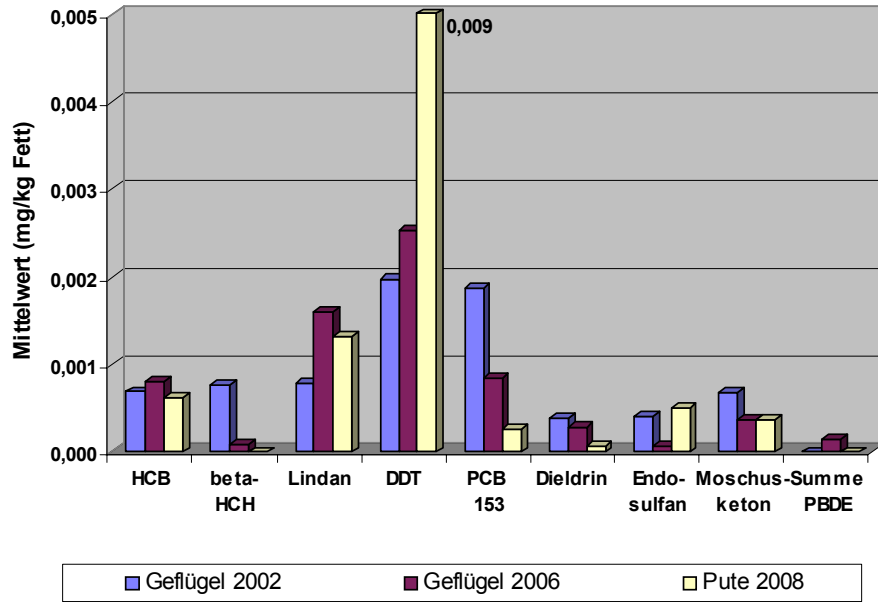
Bsp.: DDT: 0,79 mg/kg Fett  
Nominelle HM-Überschreitung in einem Betrieb (0,055 mg/kg Ei)  
Endrin in Eiern!!!

Organische Kontaminanten in Eiern nach Betriebsgröße

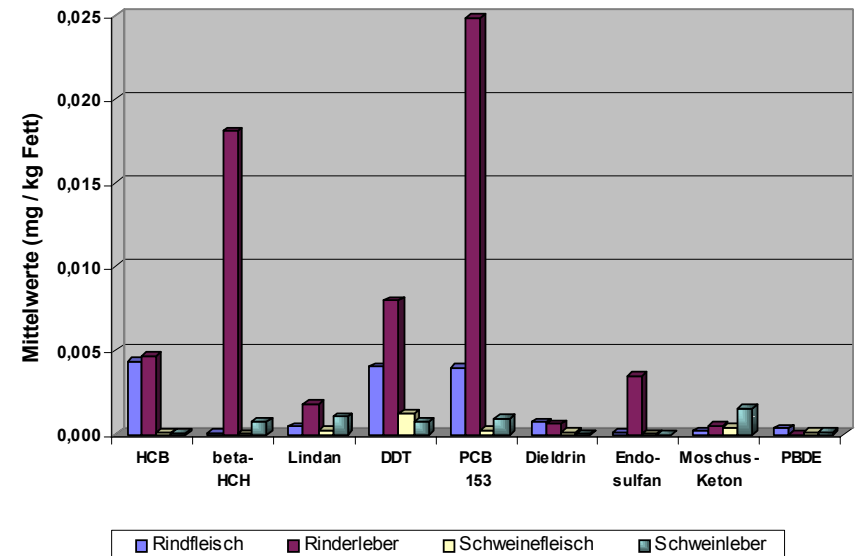


# Fleisch (2002-2008)

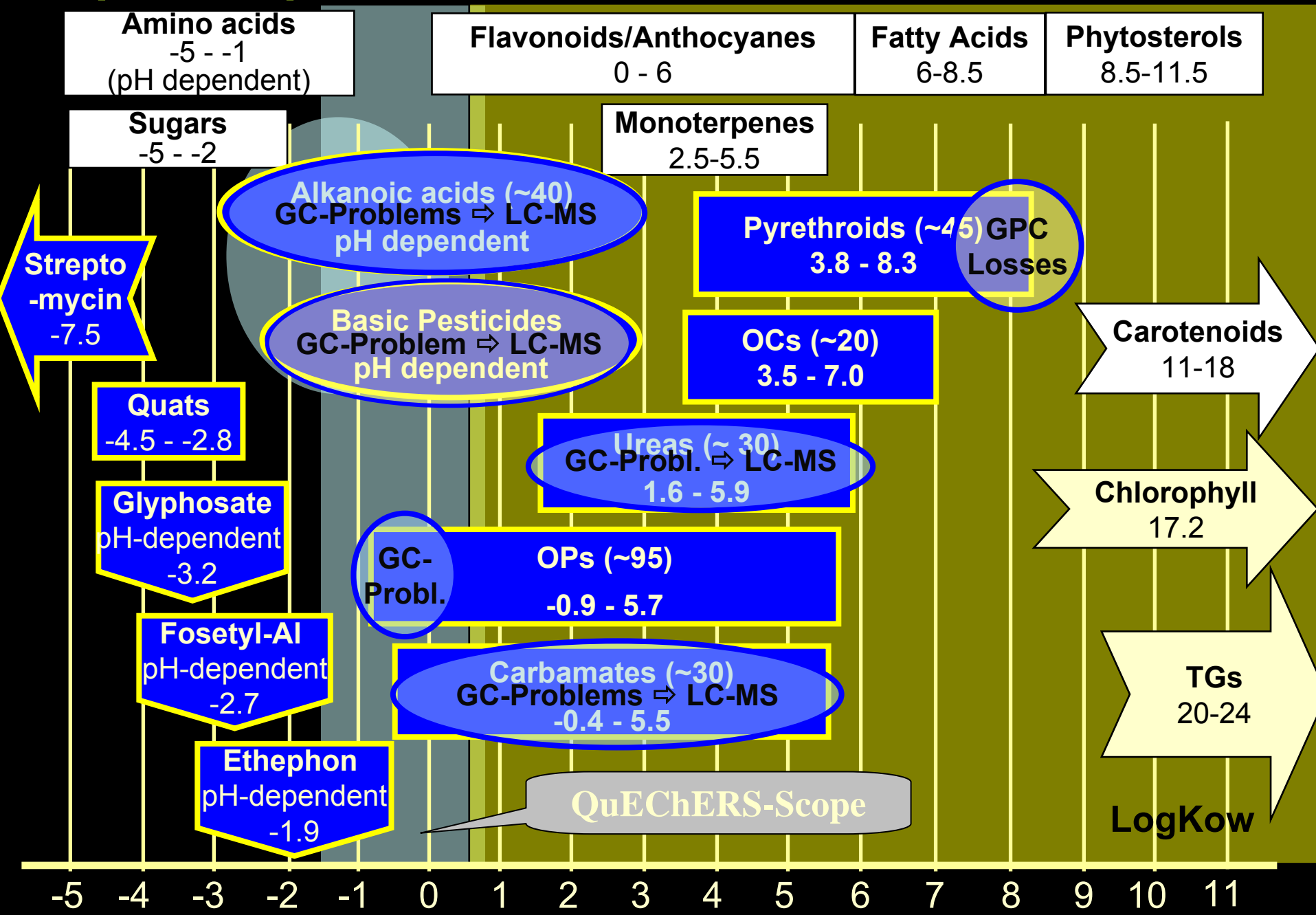
Organische Kontaminanten in Geflügel aus Deutschland



Fleisch und Leber von Rind und Schwein im Vergleich



# Scope Comparison – Classical MRMs vs. QuEChERS



# polare Pestizide

---

- Neuere Pestizidwirkstoffe mit geringer Fettlöslichkeit
- Keine Anreicherung im Fettgewebe
- Wirkstoffe werden schnell abgebaut und ausgeschieden
- Muss das gesamte Spektrum in tierischen Lebensmitteln erfasst werden?
  
- Beispiel Honig (QuEChERS-Aufarbeitung)
  - Recherche nach Befunden (z.B. pesticides-online, Publikationen)
  - Methodenentwicklung zunächst mit den „relevanten Stoffen“ (~30)
  - Ausbau der Methode mit weiteren Wirkstoffen (+15 Wirkstoffe)
  - Alle Wirkstoffe werden mit LC-MS/MS analysiert



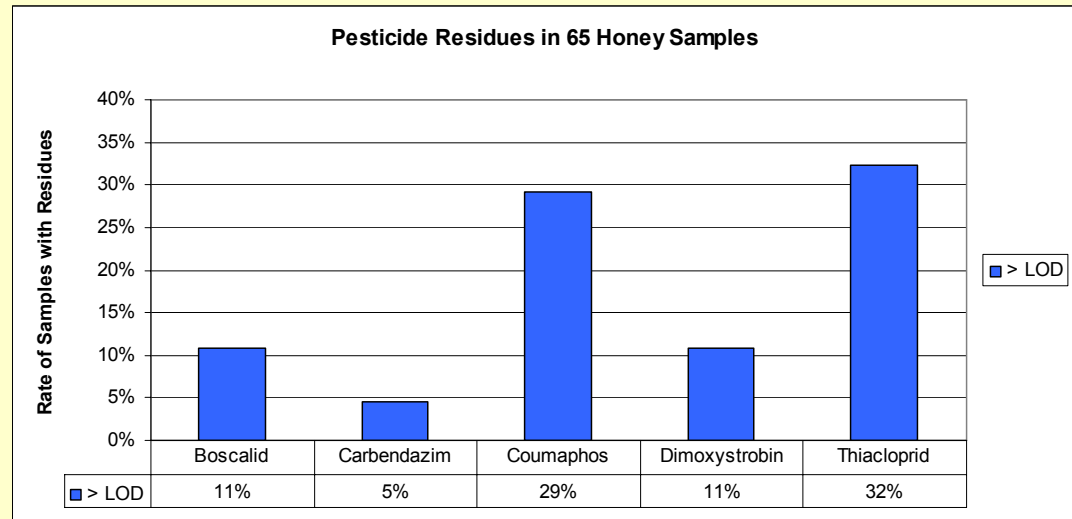
# Honiguntersuchungen (2009)

- 65 Honige im Rahmen von ME und MV untersucht

PV Honig EURL-Methodenentwicklung	Aceta- miprid	Azoxystrobin	Boscalid	Carben- dazim	Clothianidin	Coumaphos	Dimoxystrobin	tau-Fluvalinat	Imida- cloprid	Pirimicarb	Thiacloprid
<b>Anzahl untersuchter Proben</b>	65	65	65	65	65	65	65	65	65	65	65
<b>min [mg/kg]</b>	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
<b>max [mg/kg]</b>	0,003	0,009	0,030	0,009	0,003	0,045	0,025	0,005	0,001	0,003	0,172
<b>Mittelwert [mg/kg]</b>	0,000	0,000	0,002	0,001	0,000	0,002	0,001	0,000	0,000	0,000	0,011
<b>Median [mg/kg]</b>	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,003
<b>Nachweis positiv (&gt;=0,001 mg/kg)</b>	3	1	22	11	2	23	8	4	1	1	37
<b>BG [mg/kg]</b>	0,002	0,002	0,005	0,005	0,002	0,02	0,002	0,01	0,01	0,002	0,005
<b>Werte &gt;= BG</b>	2	1	7	3	1	19	7	0	0	1	21



Agilent LC 1200 with Agilent 6410 QQQ

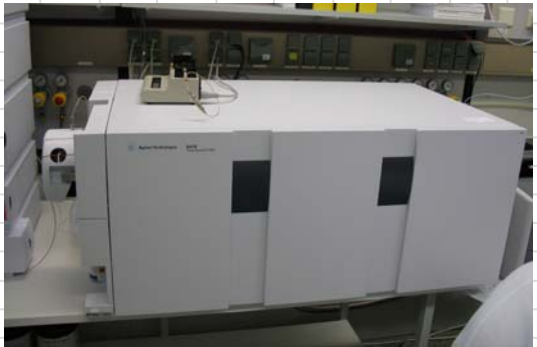


Keine Überschreitung der geltenden Höchstmengen!



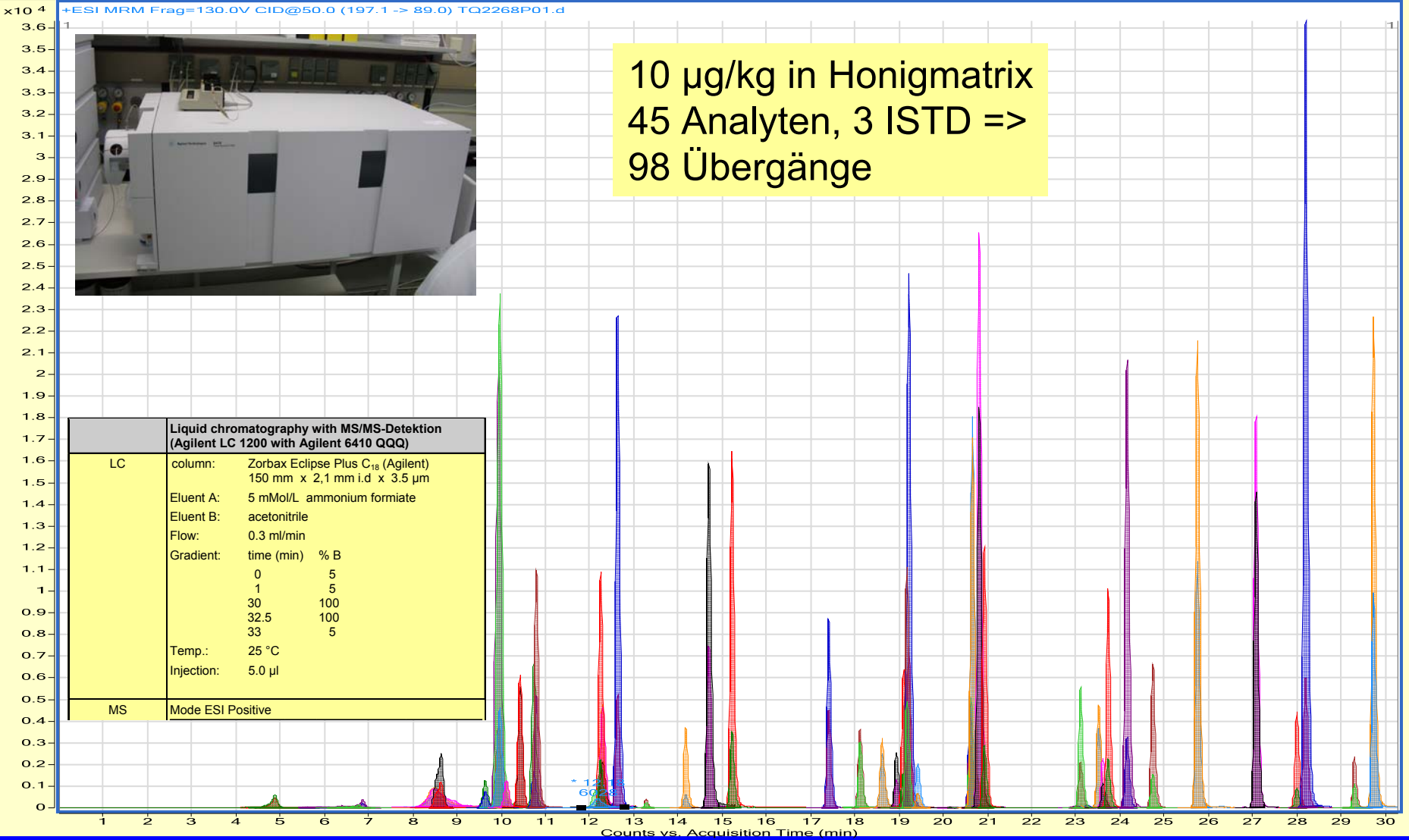
# Honiguntersuchungen (2009)

+ESI MRM Frag=130.0V CID@50.0 (197.1 -> 89.0) TQ2268P01.d

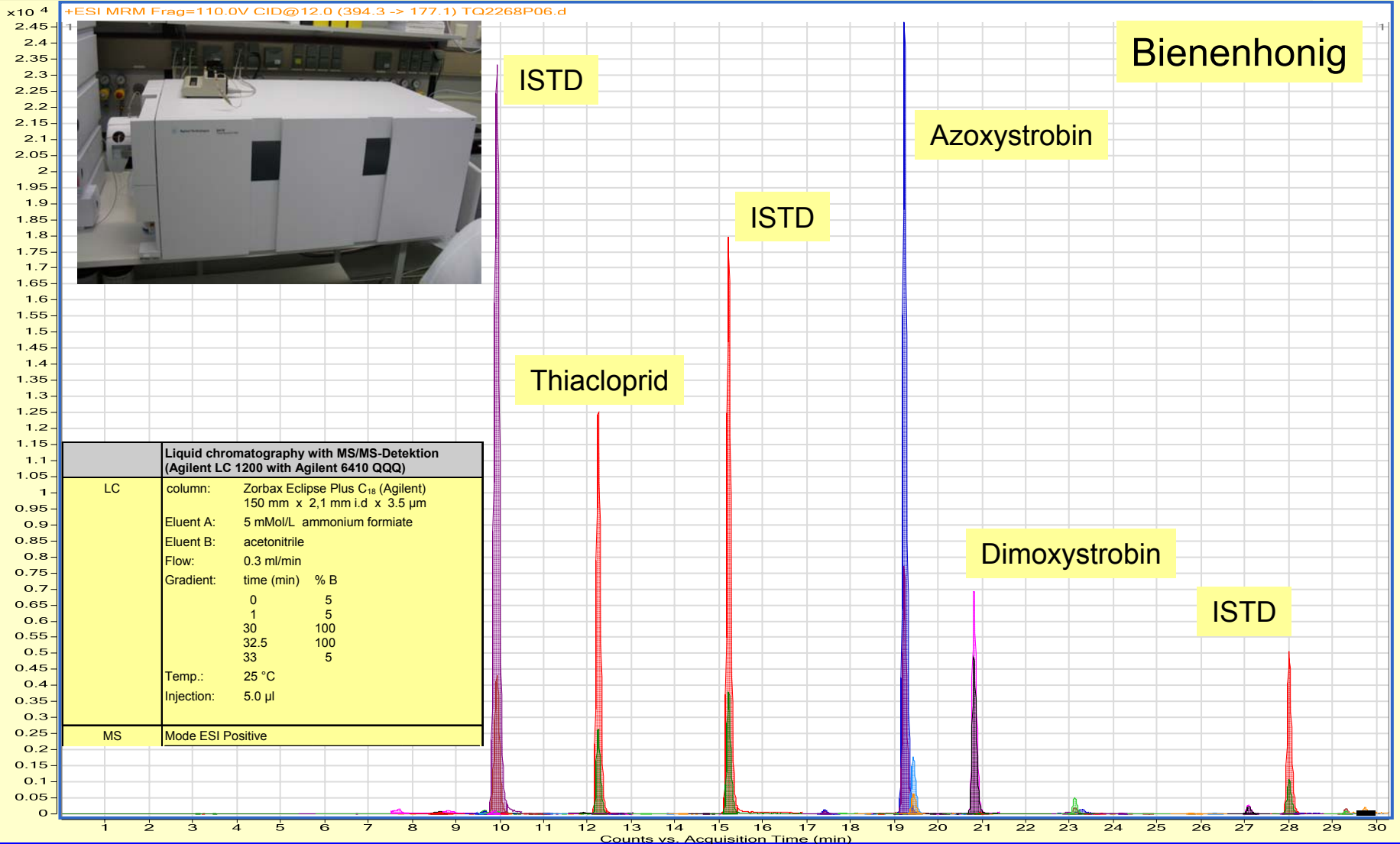


10 µg/kg in Honigmatrix  
45 Analyten, 3 ISTD =>  
98 Übergänge

Liquid chromatography with MS/MS-Detektion (Agilent LC 1200 with Agilent 6410 QQQ)	
LC	column: Zorbax Eclipse Plus C <sub>18</sub> (Agilent) 150 mm x 2,1 mm i.d x 3.5 µm
	Eluent A: 5 mMol/L ammonium formate
	Eluent B: acetonitrile
	Flow: 0.3 ml/min
	Gradient: time (min) % B
	0 5
	1 5
	30 100
	32.5 100
	33 5
	Temp.: 25 °C
	Injection: 5.0 µl
MS	Mode ESI Positive



# Honiguntersuchungen Beispiel



# Tierarzneimittel (PWS) - Rechtliche Regelung

---

- **VERORDNUNG (EG) Nr. 470/2009 DES EUROPÄISCHEN PARLAMENTS UND DES RATES** über die Schaffung eines Gemeinschaftsverfahrens für die Festsetzung von Höchstmengen für Rückstände pharmakologisch wirksamer Stoffe in Lebensmitteln tierischen Ursprungs, zur Aufhebung der Verordnung (EWG) Nr. 2377/90 des Rates und zur Änderung der Richtlinie 2001/82/EG des Europäischen Parlaments und des Rates und der Verordnung (EG) Nr. 726/2004 des Europäischen Parlaments und des Rates
- **VERORDNUNG (EU) Nr. 37/2010 DER KOMMISSION** über pharmakologisch wirksame Stoffe und ihre Einstufung hinsichtlich der Rückstandshöchstmengen in Lebensmitteln tierischen Ursprungs



# Tierarzneimittel (PWS)

---

- **Auf was wird untersucht?**
- verbotene Stoffe
  - Anabolika: Hormone (Stilbene, Steroide), beta-Agonisten
  - $\beta$ -Agonisten („Clenbuterol“)
  - verbotene Antibiotika (Thyreostatika, Nitrofurane, Chloramphenicol)
- zugelassene Antibiotika
  - z.B. Tetracycline, Penicilline, Sulfonamide, Macrolide
- Antiparasitika
  - Malachitgrün, Ivermectin, Insektizide
- Beruhigungsmittel
  - „Stresnil“, Neuroleptika
- Entzündungshemmende Mittel
  - Phenylbutazon, Diclofenac



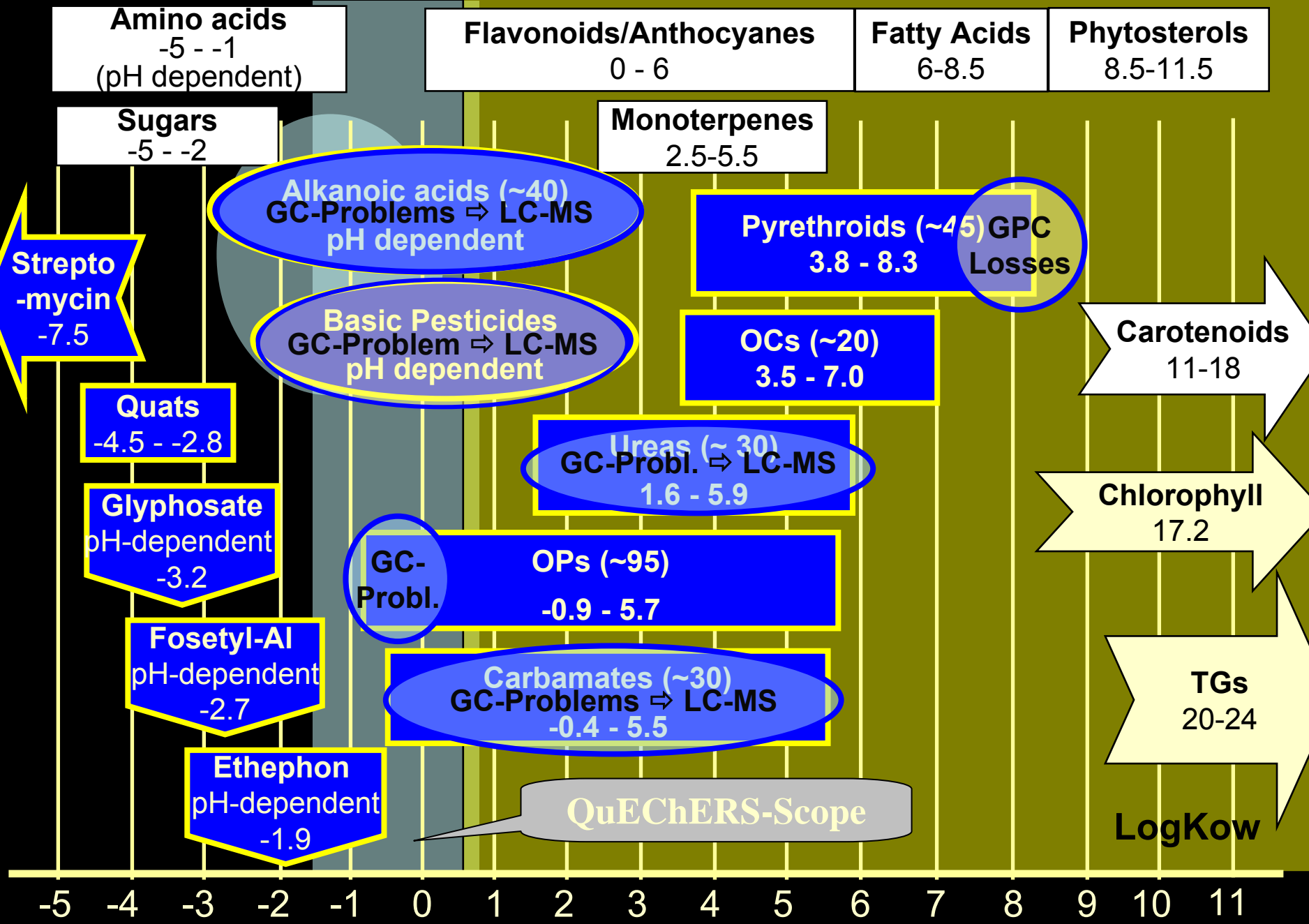
# Streptomycin

---

- Einsatz gegen Feuerbrand bei Äpfeln
- Jährliche Ausnahmegenehmigungen
- Erreger: *Erwinia amylovora*
- Kaum Alternativen möglich
- Große Schäden (2007: 3 Mio Euro durch Rodung)
- Übergang in den Honig über Blüten
- Höchstmenge 10 µg/kg (VO (EG) 396/2005)
- Aber: keine Zulassung als TAM bei Bienen
- Analytik: Screening (Charm II-Test + LC-MS/MS)



# Scope Comparison – Classical MRMs vs. QuEChERS



# Streptomycin - Analytik



Honig [1]	Extraktion der Proben
Einwaage	Einwaage von 20 g Honig in ein 200 ml Zentrifugenröhrchen (Polypropylen)
Interner Standard	Zugabe von 50 µl der internen Standardlösung (Dihydrostreptomycin, ρ = 10 ng/µl); Wartezeit 5 Minuten bis zur Extraktion
Extraktion	Zugabe von 87 g Wasser (ergibt 100 ml Lösung)
	20 Minuten schütteln
	Filtration durch ein Faltenfilter

Honig [2]	SPE-Cleanup of Extracts
SPE-Cleanup	Konditionierung der SPE-Kartusche (Sep-Pak Vac 6 cc (500 mg) Accell Plus CM) mit <ul style="list-style-type: none"> <li>• 10 ml Waschlösung (980 ml Wasser + 20 ml Essigsäure) und</li> <li>• 10 ml Wasser</li> </ul>
	Aufgabe von 50 ml (53.5 g) des Filtrat
	Waschen mit 10 ml Wasser
	Elution mit 7.5 ml Elutionslösung (780 ml Wasser + 20 ml Essigsäure + 200 ml Acetonitril)

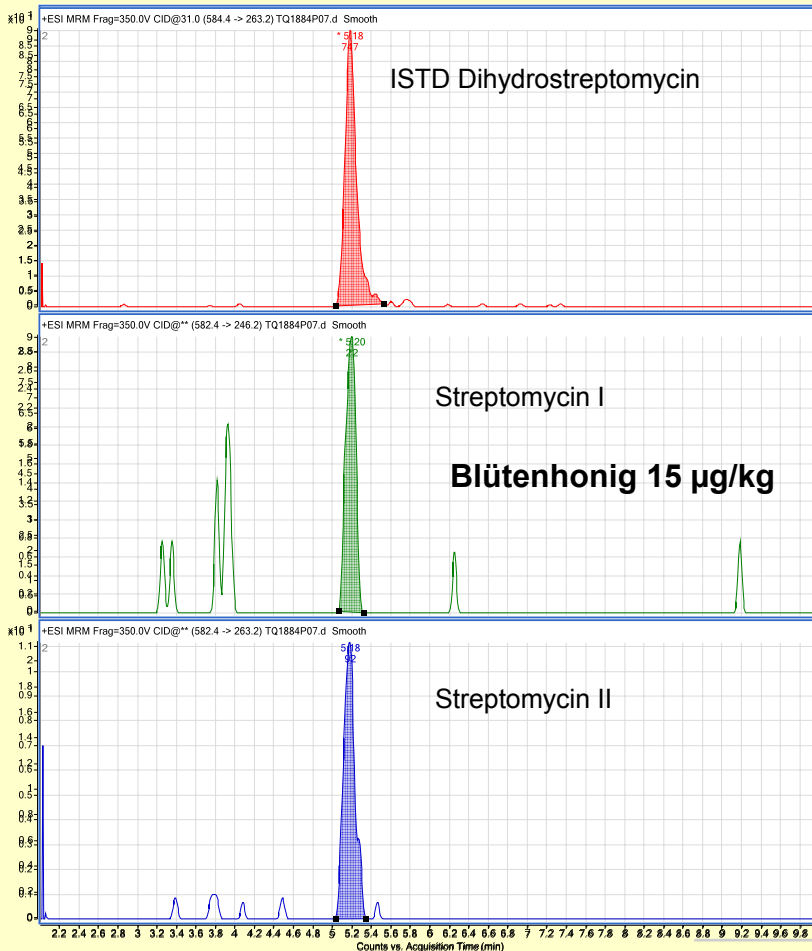
Honig [3]	Endextrakt und Standards
Endextrakt	Eluat auf etwa 4 ml aufkonzentrieren
	Ergänzen mit Wasser zu 5,0 g
Externe Standards	Aliquots von Streptomycin und 50 µl der internen Standardlösung werden zu 10 g of Waschlösung hinzugefügt
Abschließende Quantifizierung	Für die abschließende Quantifizierung von Streptomycin in Honig wird die Methode der Standardaddition angewendet

LC mit MS-MS-Detektion			
LC	Säule:	ZIC-HILIC PEEK (Merck Sequant) 100 x 2.1 mm i.d. x 3.5 µm	
	Eluent A:	0.02 M Natriumformiat + 0.1% Ameisensäure	
	Eluent B:	Acetonitril + 0.1% Ameisensäure	
	Flow:	0.30 ml/min	
	Gradient:	Time (min)	%B
		0	90
		0,5	90
		1,5	10
		6,5	10
	8	90	
Temp.:	25 °C		
Injektion:	10 µl		

LC mit MS-MS-Detektion					
MS	Mode	ESI Pos			
		M+H	Cone (V)	product ion 1 / coll (eV)	product ion 2 / coll (eV)
		Streptomycin	582.4	135	263.2 / 32
Dihydrostreptomycin	584.4	135	263.2 / 31		



# Streptomycin - Analytik



## Streptomycin Monitoring Ergebnisse

Jahr	2005	2006	2007	2008
Anzahl Proben	33	34	118	147
Proben mit Rückständen	8	2	26	80
Rückstände über 20 µg/kg	3	1	9	64 <sup>(*)</sup>

entsprechen ca. 8,4 t Honig  
(0,24 % der Jahresproduktion in Baden-Württemberg)

Seit 2009 nur noch 2 Anwendungen pro Jahr erlaubt  
→ Rückläufige Befunde



# Malachitgrün

---

- Synthetischer Triphenylmethanfarbstoff
  - hochwirksames Desinfektionsmittel
  - äußerst effektiv verschiedene Parasiten (Pilze, Bakterien, Einzeller)
  - Einsatz in Zierfischmedizin (gegen Weißpunktchenkrankheit)
- 



# Malachitgrün

---

- **Verdacht:**  
krebserregend und erbgutschädigend
- Anwendung von Malachitgrün bei lebensmittel-liefernden Tieren EU-weit nicht erlaubt
- Trotzdem, immer wieder unerlaubte Einsätze feststellbar
- Hoher Probenanteil für Untersuchungen auf Malachitgrün



# Malachitgrün

---

## Fallbeispiel

- Malachitgrün bei Stichprobenkontrolle in Forellen einer Fischzucht festgestellt (2 Proben)
- Nachbeprobung sämtlicher Teiche der Fischzuchtanlage (64 Proben)
- 36 Fischproben aus dem angrenzenden Bach
- 42 Schlamm- und Sedimentproben aus der Anlage und dem angrenzenden Bach
- 12 Proben aus einem anderen Erzeugerbetrieb (hatte Aufzuchtische bezogen)



# Malachitgrün

---

## Fallbeispiel

- lediglich 2 Becken frei von Malachitgrün
- Fische mit Malachitgrün sind nicht verkehrsfähig
- Abfischen aller Fische aus betroffenen Teichen
- Tierschutz-gerechtes Töten der Fische und Entsorgung über Tierkörperbeseitigungsanlage
- Schaden für Besitzer: ca. 2 000 000 Euro



# Zukünftige Herausforderungen

---

- Methoden(weiter)entwicklung polarer Pestizide in tierischer Matrix
  - Fleisch
  - Ei
  - Milch
- Auswahl relevanter Wirkstoffe (aus Studien, Literatur)
- Ausschließlich LC-MS/MS zur Messung!
- Agilent LC1290 + Agilent LC-MS-Q-TOF 6540 für Screening Experimente (neu seit Ende Dezember 2010!)
- Targeted Screening durch Erstellung eigener Datenbanken mit Retentionszeitabgleich



# LC-MS-Q-TOF Messbedingungen

- HPLC Methode 1290 Series
- Simple Methode für möglichst viele Analyten
- Säule Zorbax Eclipse Plus C-18HD, 100x2,1mm, 1,8  $\mu\text{m}$
- Q-TOF Methoden
  - MSScan (Empfindliche Messung)
  - Targeted MSMS (Identifizierung)
- Optimiert für Pestizide und Tierarzneimittel (PWS)
- Datenbanksuche



# LC-MS-Q-TOF - Sulfonamide

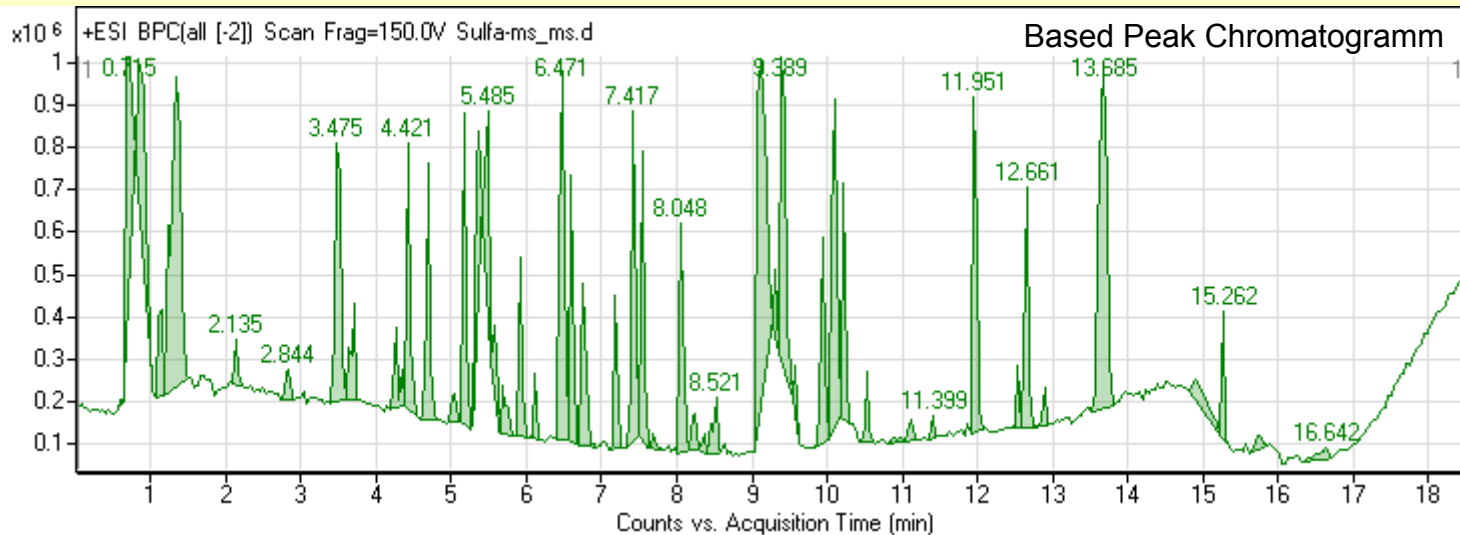
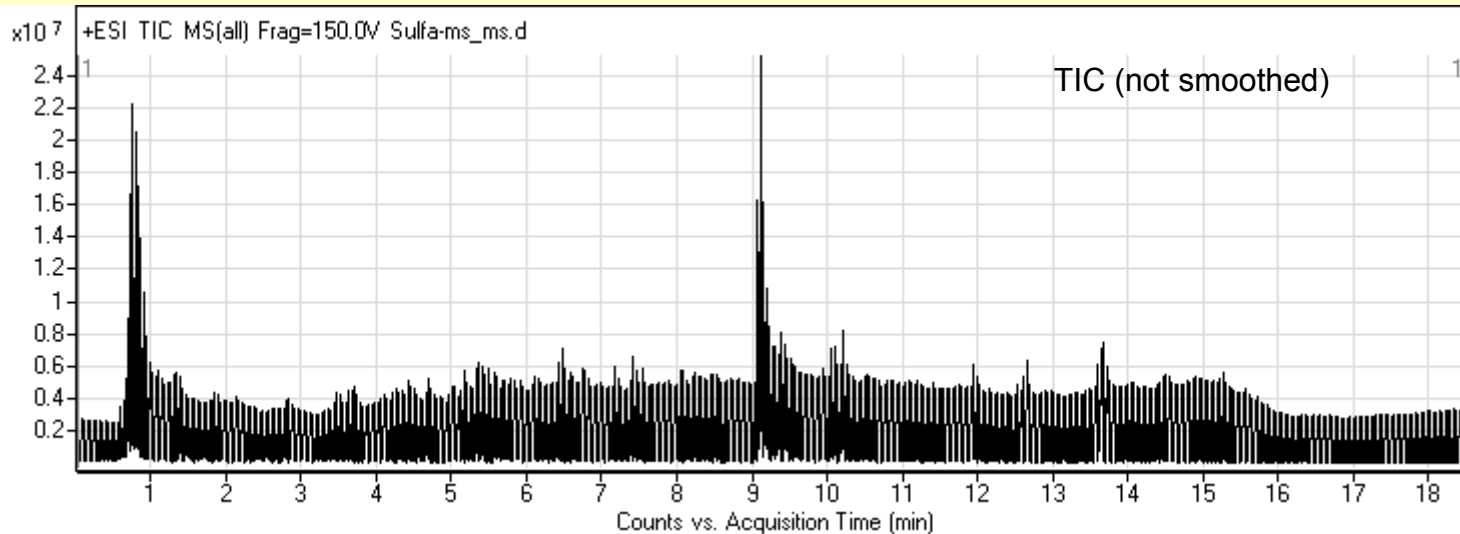
The screenshot displays the Agilent MassHunter Qualitative Analysis interface for file 6540\_Accuracy\_msFB.m. The interface is divided into several panels:

- Data Navigator:** Shows a tree view of the data file. Under 'Compounds', 'Cpd 4: <Sulfacetamid>' is selected, with its corresponding EIC scan highlighted.
- Chromatogram Results:** Contains three stacked plots:
  - Top: '+ESI TIC MS(all) Frag=150.0V Sulfacetamid.ms.d' showing the total ion chromatogram with a major peak at approximately 2.8 minutes.
  - Middle: '+ESI BPC Product Ion Frag=150.0V (...) Sulfacetamid.ms.d' showing a base peak chromatogram with numerous peaks labeled with retention times (e.g., 0.895, 1.385, 1.720, 3.534, 4.243, 5.347, 6.104, 6.608, 7.397, 8.028, 9.408, 10.117, 11.103, 11.979, 12.680, 13.043, 13.626, 15.242, 15.912, 16.583, 17.695).
  - Bottom: '+ESI EIC(215.0485, 232.0750) Scan Frag=150.0V Sulfacetamid.ms.d' showing a zoomed-in view of the peak at 2.835 minutes, with a small peak at 1.459 minutes also visible.
- Spectrum Preview:** Shows the mass spectrum for the selected peak at 2.805 minutes. The x-axis is 'Counts vs. Mass-to-Charge (m/z)' and the y-axis is 'x10<sup>2</sup>'. A single sharp peak is observed at m/z 156.0116. The name 'Sulfacetamid' is displayed on the right side of the plot.
- Method Explorer:** A sidebar on the left lists various workflow steps such as 'Formula Confirmation and Sample Purity Workflow', 'Chromatogram', 'Spectrum', 'General', 'Find Compounds', etc.

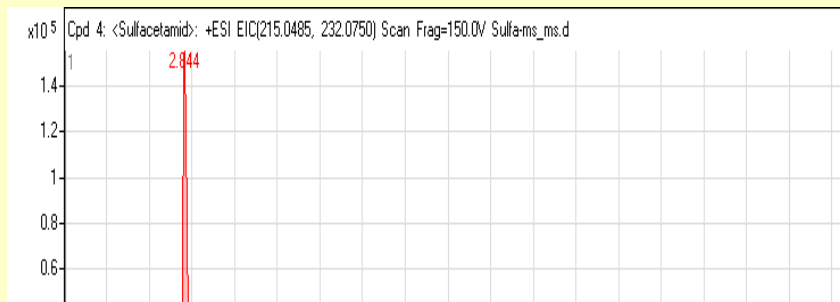
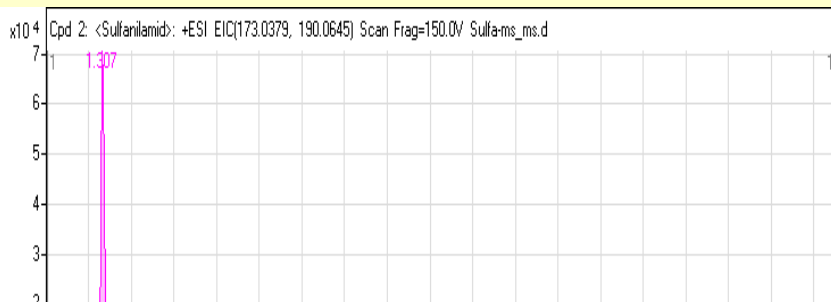
The Windows taskbar at the bottom shows the Start button and several open applications, including MassHunter Personal Co..., G3336-90006\_PC... (likely a qualification file), Agilent MassHunter Q..., and Microsoft Excel - Sulfas.csv. The system clock indicates the time is 11:50 PM.



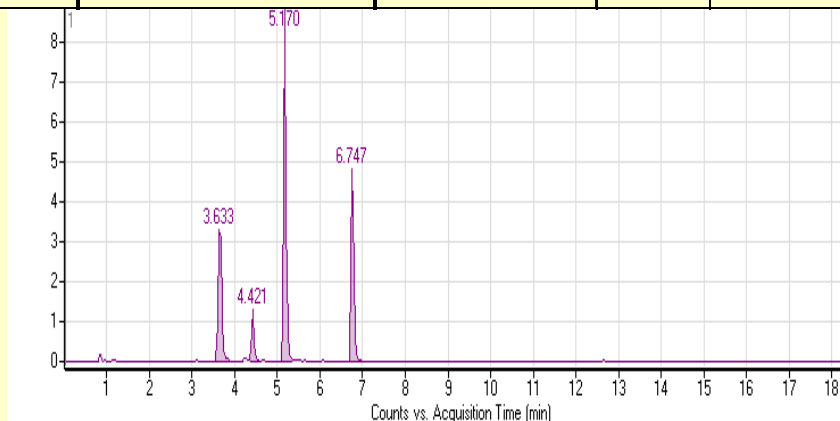
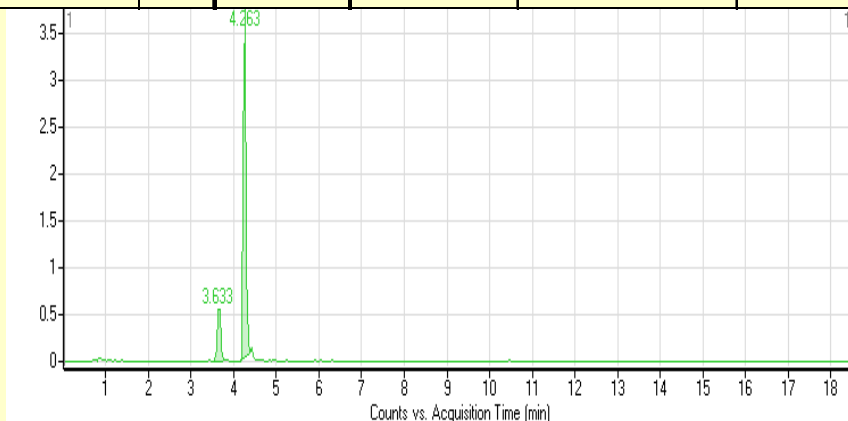
# LC-MS-Q-TOF - Sulfonamide



# LC-MS-Q-TOF - Sulfonamide



Name	RT	Area	Score (DB)	Diff (DB, ppm)	Formula (Tgt)	Formula,Mass (Tgt)	Diff (Tgt, ppm)	Abund	Score (Tgt)
Sulfanilamid	1,31	1549875	78,15	0,68	C6H8N2O2S	172,0306	0,4	10589	95,36
Sulfacetamid	2,88	3487415	82,59	0,87	C8H10N2O3S	214,0412	0,5	22365	96,25
Sulfathiazol	4,26	3548461	88,46	0,54	C9H9N3O2S2	255,0136	0,3	25687	95,35
Sulfadiazin	5,17	2584467	67,84	0,25	C10H10N4O2S	250,0524	0,4	22458	95,12



# Weiterführende Informationen

---

Detaillierte Informationen zum Thema „Rückstände und Kontaminanten“ können den Jahresberichten des CVUA Freiburg bzw. in zusammengefasster Form den gemeinsamen Jahresberichten der Untersuchungseinrichtungen des Landes Baden-Württemberg entnommen werden ([www.ua-bw.de](http://www.ua-bw.de)).

Informationen zu den Referenzlaboren  
([www.eurl-freiburg.eu](http://www.eurl-freiburg.eu))



# Vielen Dank



Rainer Malisch  
Ralf Lippold  
Kerstin Wahl  
Karin Kypke  
Walter Zachariae  
Florian Bager  
Klaus Obrecht  
Ina Wegert  
Monika Golz  
Sebastian Schelb  
Manfred Grosse  
Ralf Brandstetter  
Swetlana Juschenko

...

