

**Proficiency Tests**

**DLA**

food  
cosmetics  
consumer goods  
[www.dla-lvu.de](http://www.dla-lvu.de)

**Auswertungs-Bericht**  
Laborvergleichsuntersuchung

**DLA 04/2016**

**Allergene IV:**  
**Sellerie, Senf und Sesam**  
**in Spargel-Suppenpulver**

Dienstleistung Lebensmittel Analytik GbR  
Waldemar-Bonsels-Weg 170  
22926 Ahrensburg, Germany

[proficiency-testing@dla-lvu.de](mailto:proficiency-testing@dla-lvu.de)   [www.dla-lvu.de](http://www.dla-lvu.de)

Koordinator der LVU:  
Dr. Matthias Besler

**Allgemeine Informationen zur Eignungsprüfung (EP)**  
**General Information on the proficiency test (PT)**

<i>EP-Anbieter</i> <i>PT-Provider</i>	<b>DLA - Dienstleistung Lebensmittel Analytik GbR</b> Gesellschafter: Dr. Gerhard Wichmann und Dr. Matthias Besler  Waldemar-Bonsels-Weg 170, 22926 Ahrensburg, Germany  Tel. ++49(0)171-1954375 Fax. ++49(0)4102-9944976 eMail. proficiency-testing@dla-lvu.de
<i>EP-Nummer</i> <i>PT-Number</i>	DLA 04/2016
<i>EP-Koordinator</i> <i>PT-Coordinator</i>	Dr. Matthias Besler
<i>Status des EP-Bericht</i> <i>Status of PT-Report</i>	Abschlussbericht / Final report (16. Dezember 2016)
<i>EP-Bericht Freigabe</i> <i>PT-Report Authorization</i>	Dr. Matthias Besler (Technischer Leiter / Technical Manager) - <i>gezeichnet / signed M. Besler</i> Dr. Gerhard Wichmann (QM-Beauftragter / Quality Manager) - <i>gezeichnet / signed G. Wichmann</i> Datum / Date: 16. Dezember 2016
<i>Unteraufträge</i> <i>Subcontractors</i>	Die Prüfung der Gehalte, Homogenität und Stabilität von EP-Parametern wird von DLA im Unterauftrag vergeben. The analysis of the content, homogeneity and stability of PT-parameters are subcontracted by DLA.

## Inhalt

1. Einleitung.....	4
2. Durchführung.....	4
2.1 Untersuchungsmaterial.....	4
2.1.1 Homogenität.....	6
2.2 Probenversand und Informationen zur Untersuchung.....	9
2.3 Ergebnisübermittlung.....	9
3. Auswertung.....	10
3.1 Konsenswert der Teilnehmer (zugewiesener Wert).....	10
3.2 Robuste Standardabweichung.....	11
3.3 Ausschluss von Ergebnissen und Ausreißer.....	11
Ausschluss von Ergebnissen .....	11
3.4 Zielstandardabweichung (für die Eignungsbeurteilung).....	12
3.4.1 Allgemeines Modell nach Horwitz.....	12
3.4.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision .....	12
3.4.3 Werte aus Erkenntnissen .....	15
3.5 z-Score.....	16
3.6 z'-Score.....	17
3.7 Quotient $S^*/\sigma$ .....	17
3.8 Standardunsicherheit des zugewiesenen Werts.....	17
3.9 Graphische Darstellung der Bezugswerte.....	18
3.10 Wiederfindungsraten: Dotierung.....	18
4. Ergebnisse.....	19
4.1 Vergleichsuntersuchung Sellerie.....	21
4.1.1 ELISA-Ergebnisse: Sellerie (Selleriesamen).....	21
4.1.2 PCR-Ergebnisse: Sellerie (Selleriesamen).....	22
4.2 Vergleichsuntersuchung Senf.....	30
4.2.1 ELISA-Ergebnisse: Senf (Sinapis alba).....	30
4.2.2 PCR-Ergebnisse: Senf (Sinapis alba).....	36
4.3 Vergleichsuntersuchung Sesam.....	41
4.3.1 ELISA-Ergebnisse: Sesam.....	41
4.3.2 PCR-Ergebnisse: Sesam.....	46
5. Dokumentation.....	51
5.1 Angaben der Teilnehmer.....	51
5.1.1 ELISA: Sellerie.....	51
5.1.2 ELISA: Senf.....	51
5.1.3 ELISA: Sesam.....	53
5.1.4 PCR: Sellerie.....	54
5.1.5 PCR: Senf.....	55
5.1.6 PCR: Sesam.....	56
5.2 Homogenität.....	57
5.2.1 Mischungshomogenität vor der Abfüllung.....	57
6. Verzeichnis der Teilnehmer in alphabetischer Reihenfolge.....	58
7. Verzeichnis relevanter Literatur.....	59

## 1. Einleitung

Die Teilnahme an Laborvergleichsuntersuchungen (LVU) bzw. Eignungsprüfungen (PT) ist ein unverzichtbares Element für das Qualitäts-Management-System eines jeden, mit der Untersuchung von Lebensmitteln, Futtermitteln, kosmetischen Mitteln und Bedarfsgegenständen befassten Labors. Die Durchführung von Laborvergleichsuntersuchungen ermöglicht den teilnehmenden Laboren die eigene analytische Kompetenz unter realen Bedingungen nachzuweisen. Gleichzeitig erhalten sie wertvolle Daten für die erforderliche Verifizierung oder Validierung der durchgeführten Untersuchungsmethode [1, 5].

Das Ziel von DLA ist es, LVU für ausgesuchte Parameter in praxisrelevanten Konzentrationen und Matrices anzubieten.

Durchführung und Auswertung der vorliegenden Laborvergleichsuntersuchung erfolgten nach den technischen Anforderungen der DIN EN ISO/IEC 17043 (2010) und DIN ISO 13528-2009 bzw. ISO 13528-2015 [2, 3].

## 2. Durchführung

### 2.1 Untersuchungsmaterial

Zur Untersuchung wurden zwei LVU-Proben für den Nachweis von Allergenen im mg/kg-Bereich und eine Dotierungsmaterialprobe zur Verfügung gestellt. Die Dotierungsmaterialprobe enthält die betreffenden allergenen Zutaten im Bereich von 1-10 % und wurde der dotierten LVU-Probe zugesetzt. Die Untersuchungsergebnisse der Dotierungsmaterialprobe sollen im Vergleich zur dotierten LVU-Probe die Möglichkeit geben, die Nachweisbarkeit der Allergene ohne und mit Einfluss der Lebensmittelmatrix bzw. -prozessierung zu charakterisieren.

Bei dem Untersuchungsmaterial handelt es sich um ein handelsübliches Instantpulver "Spargelcremesuppe". Die Grundzusammensetzung war für beide Proben A und B gleich (s. Tabelle 1). Nach Zerkleinern und Homogenisieren der Grundmischung wurde die dotierte Probe A folgendermaßen hergestellt: Das Dotierungsmaterial, das die allergenen Zutaten Sellerie, Senf und Sesam enthält, wurde zu einem Aliquot der Grundmatrix gegeben und die Mischung homogenisiert. Anschließend wurde portionsweise erneut Grundmatrix in 4 weiteren Schritten zugegeben und jeweils maschinell homogenisiert bis die Gesamtmenge erreicht war.

Die Zusammensetzung der Dotierungsmaterialprobe und die Gehalte der allergenen Zutaten in Probe A sind Tabelle 2 zu entnehmen. Die allergenen Rohstoffe wurden vor der Verwendung zerkleinert und gesiebt (mesh 400 µm) bzw. mittels Zentrifugalmühle gesiebt (mesh 500 µm).

Die Proben wurden nach dem Homogenisieren zu Portionen von ca. 25 g in metallisierte PET-Folienbeutel abgefüllt.

Tabelle 1: Zusammensetzung der DLA-Proben

Zutaten	Probe A	Probe B
Spargelcremesuppe, Pulver  Zutaten: Palmfett, Maltodextrin, modifizierte Stärke, Weizenmehl, Salz, Zucker, Milchzucker, Aromen, Hefeextrakt, Milcheiweiß, Sonnenblumenöl, Spargel (0,5%), Zwiebeln, Säuerungsmittel: Citronensäure, Kurkuma Nährwertangaben pro 100 g: Eiweiß 3,8 g, Kohlenhydrate 60 g, Fett 24 g	99,4 g/100 g	100 g/100 g
Dotierungsmaterialprobe	0,56 g/100 g	-

Tabelle 2: Zugesezte Mengen allergener Zutaten

Zutaten	Dotierungsmaterialprobe	Probe A
Kartoffelmehl	93 %	0,56 %
<i>Selleriesamen:</i> - als Selleriepulver* - davon 20% Gesamtprotein**	9050 mg/kg (0,91 %) 1810 mg/kg	51 mg/kg 10 mg/kg
<i>Senf, gelb (Sinapis alba):</i> - als Senfpulver* - davon 30% Gesamtprotein**	9000 mg/kg (0,90 %) 2700 mg/kg	50 mg/kg 15 mg/kg
<i>Sesam, weiß:</i> - als Sesampaste* - davon 23% Gesamtprotein**	13100 mg/kg (1,31 %) 2960 mg/kg	78 mg/kg 18 mg/kg
<i>weitere Zutaten:</i> <i>Cashewmus, Garnelen, getrocknet, Maltodextrin, Natriumchlorid, Natriumsulfat und Siliciumdioxid</i>	< 5,00 %	< 0,03 %

\*Allergen-Gehalte als „Lebensmittel“ wie in Spalte Zutaten angegeben gemäß gravimetrischer Mischung

\*\* Proteingehalte gemäß Laboranalyse des Rohstoffs (Gesamtstickstoff nach Kjeldahl)

**Hinweis:** Die metrologische Rückführung von Temperatur, Masse und Volumen bei der Herstellung der LVU-Proben wird mittels DAkkS-kalibrierter Referenzmaterialien gewährleistet.

### 2.1.1 Homogenität

Die **Mischungshomogenität vor der Abfüllung** wurde in 10-fach Bestimmung mittels **Microtracer-Analyse** untersucht. Es handelt sich um eine normierte Methode, die Bestandteil des internationalen GMP-Zertifizierungssystems für Futtermittel ist [14]. Vor der Mischung werden mit Farbstoff beschichtete Eisenpartikel in  $\mu\text{m}$ -Größe zur Probe gegeben und die Partikelzahl wird nach der Homogenisierung in entnommenen Aliquoten bestimmt. Die Bewertung der Mischungshomogenität erfolgt auf Grundlage der Poissonverteilung anhand des chi-Quadrat-Tests. Eine Wahrscheinlichkeit von  $\geq 5\%$  ist gleichzusetzen mit einer guten homogenen Mischung und von  $\geq 25\%$  mit einer exzellenten Mischung [14, 15]. Die Microtracer-Analyse der vorliegenden LVU-Probe A und Dotierungsmaterialprobe hat eine Wahrscheinlichkeit von 69% bzw. 98% ergeben. Die Partikel-Ergebnisse wurden zusätzlich in Konzentrationen umgerechnet, statistisch als Normalverteilung ausgewertet und mit der Standardabweichung nach Horwitz verglichen. Es wurden HorRat-Werte von 1,1 bzw. 0,6 erhalten. Die Ergebnisse der Microtracer-Analyse sind in der Dokumentation angegeben.

### **Homogenität der abgefüllten dotierten Probe A**

#### Durchführung der Homogenitätstests

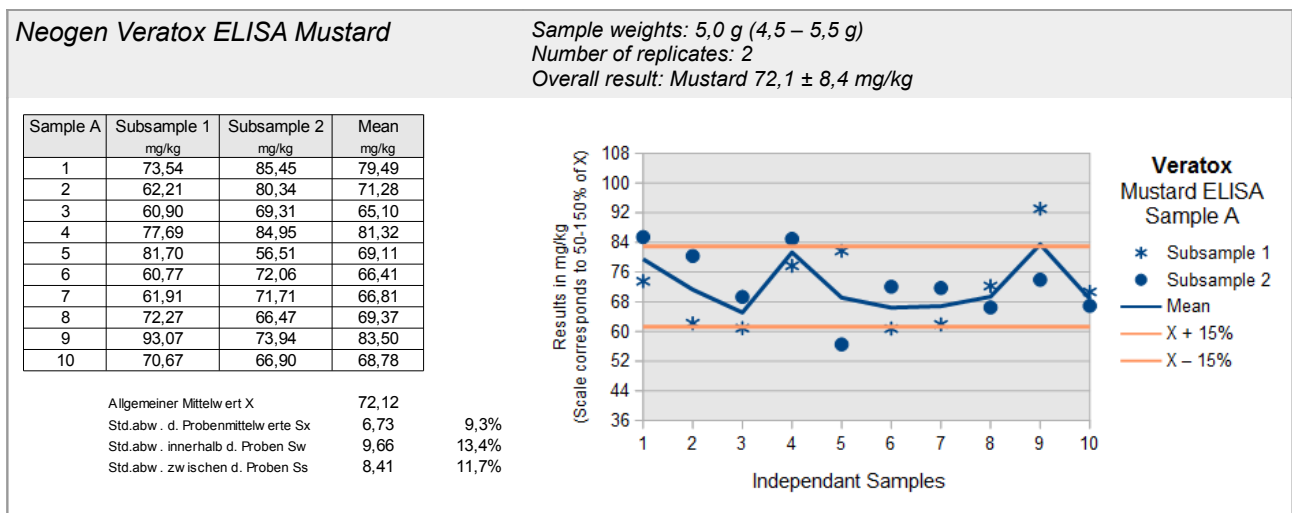
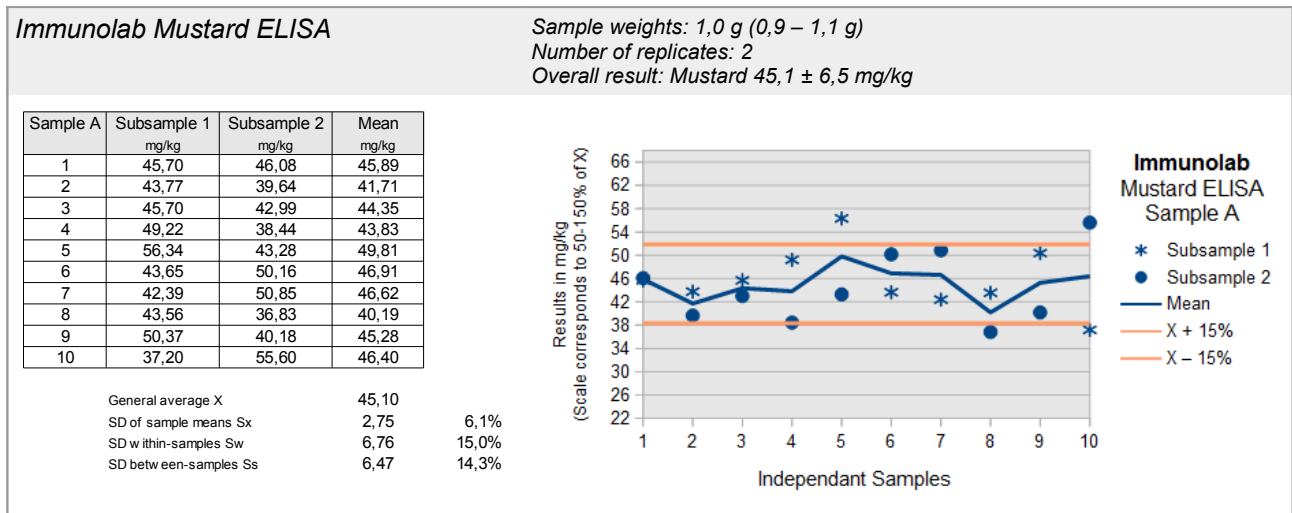
Die Homogenitätstests wurden in Kooperation mit den Labors der angegebenen Testkit-Anbieter durchgeführt. Von DLA wurden zufällig 10 Muster der abgefüllten dotierten Probe ausgewählt und davon jeweils 2 Teilproben in zuvor zufällig codierte Extraktionsbehälter eingewogen und anschließend den Labors zur Analyse zugeschickt. Die Einwaagen wurden mit einer Abweichung von  $\pm 10\%$  von der Soll-einwaage der Testkit-Anleitung vorgenommen und den Labors nicht mitgeteilt. Nach Übersendung der Analyseergebnisse durch die Labors wurden die gültigen Ergebnisse anhand der exakten Einwaagen von DLA berechnet und die statistische Berechnung gemäß ISO 13528:2009 Anhang B vorgenommen.

#### Bewertung der Homogenität

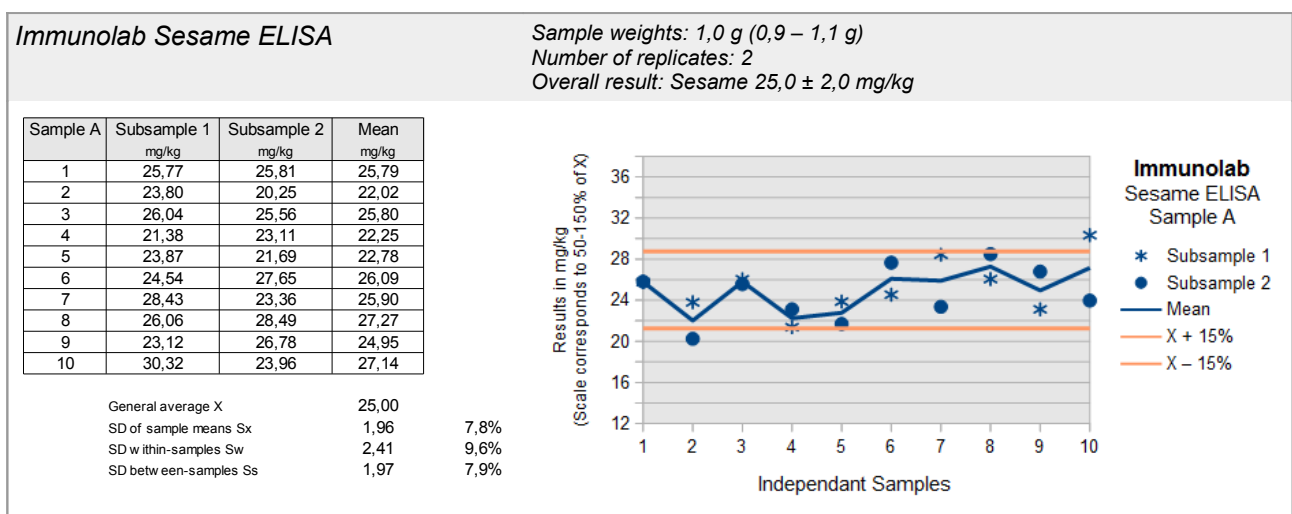
Die Homogenität wird mit einer Standardabweichung zwischen den Proben von  $S_s \leq 15\%$  („Heterogenitätsstandardabweichung“) als hinreichend gesichert angesehen. Dieses Kriterium wird für die untersuchte Probe A in allen ELISA-Tests sowohl für Senf (Immunolab und Veratox) als auch für Sesam (Immunolab) erfüllt (s. Seite 7). Die Anforderung an Wiederholstandardabweichungen von ELISA- und PCR-Verfahren ist üblicherweise  $\leq 25\%$  [16, 17, 20, 21].

Falls die Kriterien für eine ausreichende Homogenität des Probenmaterials bezüglich eines Parameters nicht erfüllt sind, werden die Auswirkungen auf die Zielstandardabweichung geprüft. Ggf. erfolgt die Bewertung der Ergebnisse der Teilnehmer unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit des zugewiesenen Wertes anhand von z'-Scores (s. 3.8 und 3.11) [3].

**ELISA-Tests: Homogenität Senf / Homogeneity Mustard**



**ELISA-Tests: Homogenität Sesam / Homogeneity Sesame**



## 2.2 Probenversand und Informationen zur Untersuchung

An jeden Teilnehmer wurden in der 32. Kalenderwoche 2016 je eine Portion der Untersuchungsmaterialien A und B sowie eine Dotierungsmaterialprobe. Die Untersuchungsverfahren wurden freigestellt. Die Untersuchungen waren durchzuführen bis spätestens 7. Oktober 2016.

Mit dem Proben-Anschreiben wurden den Teilnehmern u.a. nachstehende Informationen mitgeteilt:

*Bei den beiden Mustern handelt es sich um zwei unterschiedliche Proben, Probe A und Probe B, Suppenpulver mit möglichen Gehalten an den allergenen Lebensmitteln Sellerie, Senf und/oder Sesam im mg/kg-Bereich.*

*Zusätzlich wird eine „Dotierungsmaterialprobe“ zur Verfügung gestellt, die zur Dotierung der Positivprobe (A oder B) verwendet wurde und die allergenen Bestandteile mit einem Gehalt von 1-10% in Kartoffelmehl als Trägermaterial enthält. Die Dotierungsmaterialprobe soll wie eine normale Probe ggf. mit entsprechender Verdünnung untersucht werden.*

*Die Materialien wurden auf Homogenität getestet. Zum Nachweis oder zur Bestimmung der genannten Analyten können alle geeigneten Methoden eingesetzt werden.*

*Generell empfehlen wir vor der Analyse, insbesondere bei kleinen Analyseneinwaagen, eine repräsentative Probenmenge entsprechend guter Laborpraxis zu homogenisieren.*

## 2.3 Ergebnisübermittlung

Die Ergebnisabgabe erfolgte einheitlich mittels an die teilnehmenden Labore übergebenen Übermittlungstabellen (per eMail).

Zur Auswertung kamen einerseits die Ergebnisse als positiv/negativ Angaben und andererseits angegebene Gehalte an allergenen Zutaten in mg/kg z.B. als allergenes Lebensmittel oder Protein.

Im Zuge der Auswertung wird ggf. bei einigen Teilnehmern die Art der Angabe der quantitativen Ergebnisse von DLA durch Nachfragen per eMail abgesichert.

Abgefragt und dokumentiert wurden die o.g. Ergebnisse sowie Angaben zu den Testmethoden wie Spezifitäten, Bestimmungsgrenzen, Testkit-Hersteller und Stichpunkte zur Durchführung der Methoden.

Falls Teilnehmer mehrere Ergebnisse für denselben Parameter abgegeben haben, die mit unterschiedlichen Methoden erhalten wurden, wurden diese Ergebnisse mit derselben Auswertenummer mit einem Buchstaben als Suffix unter Angabe der jeweiligen Methode ausgewertet.

Von 28 Teilnehmern haben 27 Teilnehmer ihre Ergebnisse fristgerecht abgegeben. 1 Teilnehmer hat keine Ergebnisse abgegeben.



### 3. Auswertung

Verschiedene ELISA-Methoden zur quantitativen Bestimmung von Allergenen in Lebensmitteln können verschiedene Antikörper-Spezifitäten aufweisen, mit unterschiedlichem Referenzmaterial kalibriert worden sein und sich unterschiedlicher Extraktionsverfahren bedienen. Die verschiedenen ELISA-Methoden können daher zu einer unterschiedlichen Bewertung des Gehalts eines Analyten führen [23, 24, 25, 26]. Aus diesem Grund werden die Ergebnisse, wenn möglich in der Auswertung verschiedenen Bezugswerten gegenübergestellt.

Dadurch soll jedes einzelne Ergebnis im Vergleich mit dem Mittelwert aller eingesandten Ergebnisse und/oder im Vergleich mit dem Mittelwert der Ergebnisse derselben Methode bewertet werden können. Zum Vergleich mit der rechnerisch zugesetzten Menge wurde das Zusatzniveau in den graphischen Darstellungen der Ergebnisse mit angegeben.

Für quantitative Ergebnisse der Dotierungsmaterialprobe und der dotierten Probe wurden anhand der bekannten Zusammensetzung Wiederfindungsraten berechnet und zur Information angegeben. Hierbei erfolgte keine statistische Auswertung. Die angegebenen Wiederfindungsraten dienen ausschließlich einer Einschätzung von Matrix- und/oder Prozessierungseinflüssen.

Die ELISA- und PCR-Ergebnisse wurden qualitativ anhand des Prozentsatzes positiver bzw. negativer Ergebnisse bewertet. Sofern  $\geq 75\%$  positive oder negative Ergebnisse vorlagen, wurde für die betreffende Probe ein Konsens-Ergebnis (positiv oder negativ) festgestellt.

#### 3.1 Konsenswert der Teilnehmer (zugewiesener Wert)

Für die Auswertung wurde als zugewiesener Wert ( $X_{pt}$ ) der **robuste Mittelwert** der eingesandten Ergebnisse verwendet („Konsenswert der Teilnehmer“). Die Berechnung erfolgt nach Algorithmus A gemäß Anhang C der ISO 13528 [3].

Voraussetzung ist, dass die Mehrzahl der Ergebnisse der teilnehmenden Laboratorien einer Normalverteilung unterliegen bzw. unimodal und symmetrisch verteilt sind. Hierzu erfolgt eine Prüfung der Verteilung u.a. anhand der Kern-Dichte-Schätzung [3, 12].

Falls Hinweise für Quellen von höherer Variabilität, wie z.B. eine bimodale Verteilung der Ergebnisse, vorliegen, werden Ursachen dafür gesucht. In Frage kommt häufig die Verwendung unterschiedlicher Untersuchungsmethoden. Ist dies der Fall, werden nach Möglichkeit getrennte Auswertungen mit eigenen zugewiesenen Werten ( $X_{pti}$ ) vorgenommen.

Bei den ELISA-Methoden zur Bestimmung von Allergenen wird, wenn möglich, stets so vorgegangen:

- i) **Robuster Mittelwert aller Ergebnisse** -  $X_{ptALL}$
- ii) **Robuster Mittelwert von Einzelmethode** -  $X_{ptMETHOD i}$   
mit mindestens 5 quantitativen Ergebnisangaben.

Einzelergebnisse die außerhalb des angegebenen Messbereiches eines teilnehmenden Labors liegen (z.B. mit der Angabe  $> 25$  mg/kg oder  $< 2,5$  mg/kg)

oder die Angabe „0“ werden für die statistische Auswertung generell nicht berücksichtigt [3].

### 3.2 Robuste Standardabweichung

Zum Vergleich mit der Zielstandardabweichung  $\sigma_{pt}$  (Standardabweichung für die Eignungsbeurteilung) wird die robuste Standardabweichung ( $S^*$ ) verwendet. Die Berechnung erfolgt nach Algorithmus A gemäß Anhang C der ISO 13528 [3].

Folgende robuste Standardabweichungen werden herangezogen:

- i) **Robuste Standardabweichung aller Ergebnisse** -  $S^*_{ALL}$
- ii) **Robuste Standardabweichung von Einzelmethode** -  $S^*_{METHOD i}$   
*mit mindestens 5 quantitativen Ergebnisangaben.*

### 3.3 Ausschluss von Ergebnissen und Ausreißer

Ergebnisse können vorab von der statistischen Auswertung ausgeschlossen werden, wenn offensichtliche grobe Fehler, wie z. B. falsche Einheiten, Dezimalstellen oder Angaben für einen falschen Prüfgegenstand vorliegen [2]. Alle Ergebnisse sollen mit mindestens 2 signifikanten Dezimalstellen angegeben werden. Die Angabe von 3 Dezimalstellen ist i.d.R. ausreichend.

Ergebnisse, die mit unterschiedlichen Verfahren erhalten wurden und zu einer erhöhten Variabilität und/oder zu einer bi- oder mehrmodalen Verteilung der Ergebnisse führen, werden separat behandelt oder, wenn dafür zu wenige Ergebnisse vorliegen, ausgeschlossen. Hierfür erfolgt die Prüfung der Ergebnisse anhand der Kern-Dichte-Schätzung [3, 12].

Auf Ausreißer wird mittels robuster Statistik geprüft: Ergebnisse, die um mehr als das Dreifache der robusten Standardabweichung vom robusten Mittelwert abweichen, werden als Ausreißer eingestuft [3]. Ermittelte Ausreißer werden informativ genannt sofern gleichzeitig der z-Score des Teilnehmers  $< -2$  oder  $> 2$  ist. Aufgrund der Anwendung der robusten Statistik werden Ausreißer nicht ausgeschlossen, sofern keine anderen Gründe vorliegen [3].

### 3.4 Zielstandardabweichung (für die Eignungsbeurteilung)

Die Zielstandardabweichung des zugewiesenen Wertes  $\sigma_{pt}$  (= Standardabweichung für die Eignungsbeurteilung) kann nach unten dargestellten, unterschiedlichen Verfahren bestimmt.

In der vorliegenden LVU wurde die Zielstandardabweichung nach 3.4.3 Werte aus Erkenntnissen ermittelt.

#### 3.4.1 Allgemeines Modell nach Horwitz

Anhand der in zahlreichen LVUs für unterschiedliche Parameter und Analysemethoden erhaltenen statistischen Kenndaten hat Horwitz ein allgemeines Modell für die Schätzung der Vergleichsstandardabweichung  $\sigma_R$  abgeleitet [6]. Später wurde das Modell von Thompson für bestimmte Konzentrationsbereiche modifiziert [10]. Die Vergleichsstandardabweichung  $\sigma_R$  kann als relative Zielstandardabweichung  $\sigma_{pt}$  in % des zugewiesenen Wertes verwendet werden und nach untenstehenden Gleichungen berechnet werden [3]. Dabei wird für die Konzentration  $c$  der zugewiesene Wert  $X_{pt}$  eingesetzt.

Gleichungen	Konzentrationsbereiche	entspricht
$\sigma_R = 0,22c$	$c < 1,2 \times 10^{-7}$	$< 120 \mu\text{g/kg}$
$\sigma_R = 0,02c^{0,8495}$	$1,2 \times 10^{-7} \leq c \leq 0,138$	$\geq 120 \mu\text{g/kg}$
$\sigma_R = 0,01c^{0,5}$	$c > 0,138$	$> 13,8 \text{ g/100g}$

mit  $c$  = Massenanteil des Analyten (als relative Größe, z.B.  $1 \text{ mg/kg} = 1 \text{ ppm} = 10^{-6} \text{ kg/kg}$ )

Die Zielstandardabweichung nach Horwitz wird z.Z. in der Praxis von ELISA-Verfahren mit Messwerten im  $\text{mg/kg}$  Bereich nur in Ausnahmefällen erreicht.

#### 3.4.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision

Aus der Vergleichsstandardabweichung  $\sigma_R$  und der Wiederholstandardabweichung  $\sigma_r$  eines Versuchs zur Präzision einer Methode (Ringversuch oder LVU) kann unter Berücksichtigung der Anzahl der Wiederholmessungen  $m$  der Teilnehmer in der vorliegenden Vergleichsuntersuchung die Zielstandardabweichung  $\sigma_{pt}$  abgeleitet werden [3]:

$$\sigma_{pt} = \sqrt{\sigma_R^2 - \sigma_r^2 (m-1/m)}$$

Die in Tabelle 3a (ELISA) und Tabelle 3b (PCR) angegebenen relativen Wiederholstandardabweichungen ( $\text{RSD}_r$ ) und relativen Vergleichsstandardabweichungen ( $\text{RSD}_R$ ) wurden in Ringversuchen mittels der angegebenen Methoden ermittelt. Die resultierenden Zielstandardabweichungen  $\sigma_{pt}$  wurden für eine Anzahl von  $m = 2$  Wiederholmessungen berechnet. Bei einer Anzahl von  $m = 1$  ist die Vergleichsstandardabweichung  $\sigma_R$  gleich der Zielstandardabweichung  $\sigma_{pt}$ .

**Tabelle 3a:** ELISA-Methoden - Relative Wiederholstandardabweichungen ( $RSD_r$ ) und relative Vergleichsstandardabweichungen ( $RSD_R$ ) gemäß ausgewählter Auswertungen von Versuchen zur Präzision und die resultierende Zielstandardabweichung  $\sigma_{pt}$  [27-28]

Parameter	Matrix	Mittelwerte [mg/kg]	Wiederfindung	rob RSD	$RSD_r$	$RSD_R$	$\sigma_{pt}$	Methode / Literatur
Erdnuss	Vollmilchschokolade	173,7	87 %	-	8,8%	31%	30,4%	ELISA Herst. A ASU 00.00-69
		33,8	85 %	-	5,2%	20%	19,7%	
		5,9	59 %	-	7,8%	31%	30,5%	
Erdnuss	Vollmilchschokolade	215,7	108 %	-	5,9%	32%	31,7%	ELISA Herst. B ASU 00.00-69
		40,1	100 %	-	7,2%	14%	13,0%	
		10,1	101 %	-	7,3%	16%	15,1%	
Erdnuss	Feinherbschokolade	148,2	74 %	-	6,0%	22%	21,6%	ELISA Herst. A ASU 00.00-69
		30,9	77 %	-	13%	25%	23,2%	
		5,7	57 %	-	6,1%	33%	32,7%	
Haselnuss	Feinherbschokolade	16,3	81 %	-	4,7%	12%	11,5%	ELISA Herst. A ASU 44.00-7
		7,56	76 %	-	8,9%	15%	13,6%	
		3,73	75 %	-	13%	24%	22,2%	
		1,62	81 %	-	15%	33%	31,2%	
Haselnuss	Feinherbschokolade	21,3	106 %	-	7,1%	14%	13,1%	ELISA Herst. B ASU 44.00-7
		10,7	107 %	-	11%	19%	17,3%	
		4,69	94 %	-	11%	17%	15,1%	
		2,37	119 %	-	9,3%	17%	16,4%	

Aus den Präzisionsdaten der ASU §64 Methoden ergeben sich abhängig von Matrix bzw. Prozessierung und Konzentrationsbereich relative Zielstandardabweichungen im Bereich von 11 - 32% für die ELISA-Methoden und 15 - 43% für die PCR-Methoden (s. Tab. 3a und 3b).

Die Working Group on Prolamin Analysis and Toxicity (WGPAT) hat Ringversuche zur Validierung von zwei kommerziellen ELISA-Test-Kits zur Gluten-Bestimmung mittels monoklonalem R5 Antikörper durchgeführt [22]. Es wurden 12 Lebensmittelproben mit Gliadinegehalten im Bereich von 0 - 168 mg/kg von 20 Laboratorien untersucht. Die Wiederfindungsraten lagen zwischen 65 und 110%, die relativen Wiederholstandardabweichungen lagen bei 13 - 25% (1. Methode) bzw. 11 - 22% (2. Methode) und die relativen Vergleichsstandardabweichungen bei 23 - 47% (1. Methode) bzw. 25 - 33% (2. Methode). Laut den Autoren erfüllten beide ELISA-Test-Kits damit die Validierungskriterien für ELISA Methoden [22].

Das IRMM (Institute for Reference Materials and Measurements) hat in einem Ringversuch die Eignung fünf verschiedener ELISA-Test-Kits zur Bestimmung von Erdnuss getestet [25]. Die Mittelwerte lagen im Konzentrationsbereich von 0,3 - 16,1 mg/kg bzw. 1,2 - 20,4 mg/kg. Die jeweils niedrigsten relativen Vergleichsstandardabweichungen der fünf Test-Kits lagen für die Matrix Bitterschokolade bei 20 - 42% und für Kekse bei 23 - 61%.

**Tabelle 3b:** PCR-Methoden - Relative Wiederholstandardabweichungen ( $RSD_r$ ) und relative Vergleichsstandardabweichungen ( $RSD_R$ ) gemäß ausgewählter Auswertungen von Versuchen zur Präzision und die resultierende Zielstandardabweichung  $\sigma_{pt}$  [29-33]

Parameter	Matrix	Mittelwerte [mg/kg]	Wiederfindung	rob RSD	$RSD_r$	$RSD_R$	$\sigma_{pt}$	Methode / Literatur
Sellerie-samen	Brühwurst (100°C, 60 min)	98,1	98,1 %	-	12,6%	20,7%	18,7%	rt-PCR ASU 08.00-65
		45,5	114 %	-	27,9%	34,7%	28,5%	
Sellerie-samen	Wurst, autoklaviert	10,5	10,5 %	-	25,8%	39,4%	34,9%	rt-PCR ASU 08.00-65
Senf, braun / schwarz	Wurst, autoklaviert	146,7	147 %	-	12,3%	22,0%	20,2%	rt-PCR ASU 08.00-64
		50,0	125 %	-	17,2%	31,6%	29,2%	
		15,8	158 %	-	15,4%	27,1%	24,8%	
Senf, braun / schwarz	Wurst, autoklaviert	168,3	168 %	-	11,4%	31,6%	29,5%	rt-PCR ASU 08.00-65
		52,9	132 %	-	10,0%	23,1%	21,9%	
		17,6	176 %	-	23,1%	46,3%	43,3%	
Senf, weiß	Brühwurst (100°C, 60 min)	79,9	80 %	-	13,6%	23,6%	21,6%	rt-PCR ASU 08.00-59
		37,0	93 %	-	15,7%	29,2%	27,0%	
		18,0	90 %	-	14,4%	30,6%	28,9%	
		8,0	80 %	-	15,4%	26,1%	23,7%	
Senf, weiß	Brühwurst (100°C, 60 min)	103,3	103 %	-	11,8%	17,1%	14,9%	rt-PCR ASU 08.00-65
		45,9	115 %	-	14,7%	21,8%	19,2%	
Senf, weiß	Wurst, autoklaviert	11,7	11,7 %	-	24,1%	34,3%	29,8%	rt-PCR ASU 08.00-65
Sesam	Reiskekse	94,6	95 %	-	22,5%	27,5%	22,4%	rt-PCR ASU 18.00-19
		15,7	79 %	-	26,0%	39,5%	35,0%	
		9,8	98 %	-	20,9%	33,5%	30,0%	
Sesam	Weizenkekse Soßenpulver	96,9	79 %	-	21,8%	33,0%	29,2%	rt-PCR ASU 18.00-19
		59,8	60 %	-	22,2%	43,2%	40,2%	
Sesam	Reiskekse	88,9	89 %	-	18,2%	30,5%	27,7%	rt-PCR ASU 18.00-22
		17,8	89 %	-	34,2%	37,8%	29,1%	
		9,8	98 %	-	26,2%	37,0%	32,0%	
Sesam	Weizenkekse Soßenpulver	115	93 %	-	16,7%	41,1%	39,4%	rt-PCR ASU 18.00-22
		58,5	59 %	-	30,8%	44,4%	38,7%	

### 3.4.3 Werte aus Erkenntnissen

Die Zielstandardabweichung kann für die Eignungsbeurteilung auf einen Wert festgesetzt werden, der dem Leistungsfähigkeitsniveau entspricht, das der Koordinator für ein wünschenswertes Ziel für die teilnehmenden Laboratorien hält [3].

Anforderungen an die Leistungsfähigkeit der Analysemethoden zur quantitativen Bestimmung von Allergenen in Lebensmitteln sind u.a. vom Ministry of Health and Welfare (MHLW) in Japan [20], von der Arbeitsgruppe 12 „Lebensmittelallergene“ des Technischen Komitees CEN/TC 275 [17-19], von einer internationalen "Food Allergen Working Group" unter der Leitung der AOAC Presidential Task Force on Food Allergens [21] und vom Codex Alimentarius Committee (CAC/GL 74-2010) [16] erarbeitet worden.

Die hier relevanten ELISA- bzw. PCR-Validierungskriterien der Gremien sind in den Tabellen 3 und 4 angegeben.

Tabelle 3: ELISA-Validierungskriterien

Literatur [16-22]	Wiederfindungsrate	Wiederholstandard- abweichung	Vergleichsstandard- abweichung
MHLW 2006	50 - 150%		≤ 25%
CEN 2009		≤ 20%	
AOAC 2010	50 - 150%	6,9 - 34,4% <sup>(a)</sup>	19,5 - 57,2 <sup>(a)</sup>
CAC 2010	70 - 120%	≤ 25%	≤ 35%

(a) = Beispiel aus hypothetischem Ringversuch im Konzentrationsbereich von 0,5 - 5 mg/kg

Tabelle 4: PCR-Validierungskriterien

Literatur [16]	Wiederfindungsrate	Wiederholstandard- abweichung	Vergleichsstandard- abweichung
CAC 2010	± 25% <sup>(a)</sup>	≤ 25%	≤ 35%

(a) = Trueness / Richtigkeit

Aufgrund der derzeitigen Leistungsfähigkeiten von ELISA- bzw. PCR-Methoden zur quantitativen Bestimmung von Allergenen in Lebensmitteln, die sich aus den Präzisionsdaten von Versuchen und aus den o.g. Validierungsanforderungen ableiten lassen, legen wir für die relative Zielstandardabweichung  $\sigma_{pt}$  einen Wert von 25% fest.

Diese Zielstandardabweichung wurde zur statistischen Bewertung der Ergebnisse mittels z-Score bzw. falls erforderlich mittels z'-Score herangezogen und auf alle unter 3.1 angegebenen Bezugswerte angewandt.

### 3.5 z-Score

Der z-Score wird herangezogen zur Beurteilung der Ergebnisse der teilnehmenden Labore. Er besagt um welches Vielfache der Zielstandardabweichung ( $\sigma_{pt}$ ) das Ergebnis ( $x_i$ ) des betreffenden Teilnehmers vom zugewiesenen Wert ( $x_{pt}$ ) abweicht [3].

Die Berechnung erfolgt nach:

$$z_i = \frac{(x_i - x_{pt})}{\sigma_{pt}}$$

Die Anforderungen an die Analytik gelten im Allgemeinen als erfüllt, wenn

$$-2 \leq z \leq 2 .$$

Zur Bewertung wurden nachstehende z-Scores mit einer Zielstandardabweichung von 25% in der Auswertung angegeben:

- i) **z-Score** - **z<sub>ALL</sub>** (bezogen auf alle Ergebnisse)
- ii) **z-Score** - **z<sub>METHOD i</sub>** (bezogen auf Einzelmethoden)

#### 3.5.1 Warn- und Eingriffssignale

Gemäß der ISO 13528 für statistische Verfahren für Eignungsprüfungen wird empfohlen, dass ein Ergebnis, das einen z-Wert  $> 3,0$  oder  $< -3,0$  ergibt, als „Eingriffssignal“ zu werten ist [3]. Gleichermaßen ist ein z-Wert  $> 2,0$  oder  $< -2,0$  als „Warnsignal“ zu beurteilen. Ein einzelnes „Eingriffssignal“ oder aber „Warnsignale“ bei zwei aufeinander folgenden LVU-Runden sind als Beleg dafür zu werten, dass eine Anomalie aufgetreten ist, die untersucht werden muss. Eine Fehler- bzw. Ursachenanalyse kann durch Prüfung des Analysenablaufs inkl. Verständnis und Umsetzung der Messung durch das Personal, Einzelheiten des Messablaufs, Kalibrierung von Geräten und Zusammensetzung von Reagenzien, Übertragungs- bzw. Berechnungsfehler, Richtigkeit und Präzision sowie Einsatz von Referenzmaterial durchgeführt werden. Falls notwendig, muss auf die Probleme durch angemessene Korrekturmaßnahmen reagiert werden [3].

DLA stellt in den z-Score-Abbildungen die Grenzen für die Warn- und Eingriffssignale als gelbe bzw. rote Linien dar. Die jeweiligen Werte haben gemäß ISO 13528 nur Gültigkeit sofern  $\geq 10$  Ergebnisse vorliegen [3].

### 3.6 z'-Score

Der z'-Score kann u.a. zur Beurteilung der Ergebnisse der teilnehmenden Labore herangezogen werden, wenn die Standardunsicherheit des zugewiesenen Wertes berücksichtigt werden muss (s. 3.8). Der z'-Score drückt das Verhältnis der Abweichung des Ergebnisses ( $x_i$ ) des betreffenden Teilnehmers vom zugewiesenen Wert zur Wurzel aus der Quadratsumme von Zielstandardabweichung ( $\sigma_{pt}$ ) und Standardunsicherheit ( $U_{(x_{pt})}$ ) aus [3].

Die Berechnung erfolgt nach:

$$z'_i = \frac{x_i - x_{pt}}{\sqrt{\sigma_{pt}^2 + u_{(x_{pt})}^2}}$$

Sofern eine Bewertung der Ergebnisse mittels z'-Score erfolgt, haben wir im Folgenden den Ausdruck im Nenner als Zielstandardabweichung  $\sigma_{pt}'$  definiert.

Die Anforderungen an die Analytik gelten im Allgemeinen als erfüllt, wenn

$$-2 \leq z' \leq 2 .$$

Zu Warn- und Eingriffssignalen siehe 3.5.1.

### 3.7 Quotient $S^*/\sigma_{pt}$

In Anlehnung an den HorRat-Wert kann die Bewertung einer Laborvergleichsuntersuchung als aussagekräftig gelten, wenn der Quotient von robuster Standardabweichung  $S^*$  und Zielstandardabweichung  $\sigma_{pt}$  nicht über 2 liegt. Ein über 2 liegender Wert bedeutet, dass die Präzision nicht zufriedenstellend ist, d.h., dass die Präzision aus analytischen Gründen zu variabel ist oder die festgestellte Variation höher ist als für die angewandte Methode geschätzt wurde. Somit ist eine Vergleichbarkeit der Messergebnisse nicht gewährleistet [3].

### 3.8 Standardunsicherheit des zugewiesenen Werts

Jeder zugewiesene Wert ist mit einer Standardunsicherheit behaftet, die von der Analysenmethode, Unterschieden der eingesetzten Analysenmethoden, dem Probenmaterial und der Anzahl der Teilnehmer (P) einer LVU beeinflusst wird. Die Standardunsicherheit des zugewiesenen Wertes ( $U_{(x_{pt})}$ ) wird für die vorliegende LVU wie folgt berechnet [3]:

$$u_{(x_{pt})} = 1,25 \times \frac{s^*}{\sqrt{p}}$$

Ist  $U_{(x_{pt})} \leq 0,3 \sigma_{pt}$  muss die Standardunsicherheit des zugewiesenen Wertes nicht berücksichtigt werden [3]. Ein deutliches Überschreiten des Wertes von 0,3 ist ein Hinweis darauf, dass die Zielstandardabweichung ggf. zu



gering für die Standardunsicherheit des zugewiesenen Wertes gewählt wurde. Der Quotient  $U_{(x_{pt})}/\sigma_{pt}$  ist in den Kenndaten angegeben.

### 3.9 Graphische Darstellung der Bezugswerte

Die Bezugswerte (zugewiesene Werte und Zusatzniveau) werden als farbige Linien in den Abbildungen der Ergebnisse dargestellt. Dies ermöglicht einen optischen Vergleich der Einzelergebnisse mit den verschiedenen Bezugswerten für das Zusatzniveau eines Analyten einerseits und die robusten Mittelwerte über alle Methoden bzw. über Einzelmethoden andererseits.

### 3.10 Wiederfindungsraten: Dotierung

Für die Ergebnisse von Dotierungsmaterialprobe und dotierter Probe werden Wiederfindungsraten in Bezug auf die zugesetzten Allergene (Zusatzniveau) berechnet. Die Bezugswerte ergeben sich aus den unter 2.1 Untersuchungsmaterial in Tabelle 1 angegebenen Gehalten. Als Akzeptanzbereich AB für die Bewertung der Teilnehmerergebnisse wird der von der AOAC vorgeschlagene Bereich von 50 - 150% für die Wiederfindungsraten von Allergen-ELISAs herangezogen [21]. Für quantitative PCR-Bestimmungen wird ebenfalls dieser Akzeptanzbereich herangezogen.

## 4. Ergebnisse

Alle folgenden Tabellen sind anonymisiert. Den teilnehmenden Laboratorien wird mit dem Versand dieser Auswertung ihre individuelle Auswertenummer mitgeteilt.

Die Auswertung erfolgte getrennt nach ELISA und PCR-Methoden. Die Ergebnisse wurden in den entsprechenden Kapiteln nach durchgeführten Methoden (Testkits) zusammengefasst und die Auswertenummern innerhalb der Gruppen aufsteigend sortiert.

Die folgenden Ergebnisseiten sind für die allergenen Bestandteile jeweils gleich aufgebaut. Es werden zunächst die Ergebnisse aller ELISA- bzw. PCR-Methoden zu einem Parameter für die Probe A und dann für die Probe B angegeben. Die Ergebnisse der Dotierungsmaterialprobe werden zusammen mit der jeweiligen dotierten Probe im Abschnitt Wiederfindungsrate behandelt.

Um die **Vergleichbarkeit von quantitativen Ergebnissen** zu gewährleisten, wurden Teilnehmerergebnisse mit unterschiedlichen Angaben (z.B. als Protein oder allergenes Lebensmittel) soweit möglich von DLA harmonisiert.

Die ELISA-Ergebnisse, die als **Senf- und Sesamprotein** angegeben wurden, sind mit dem experimentell bestimmten Proteingehalt der Rohstoffe auf das Gesamtlebensmittel (Senfsamen, Sesamsamen) umgerechnet worden (Gesamtproteingehalte s. S. 5).

Qualitativ werden die Ergebnisse anhand des Prozentsatzes positiver bzw. negativer Ergebnisse bewertet. Sofern  $\geq 75$  % positive oder negative Ergebnisse vorlagen, wurde für die betreffende Probe ein Konsens-Ergebnis (positiv oder negativ) festgestellt. Für jeden Teilnehmer wird in Bezug auf die Konsens-Ergebnisse eine qualitative Bewertung vorgenommen. Hier wurde die Übereinstimmung mit den Konsens-Werten in Prozent angegeben.

Gegebenenfalls werden anschließend die Ergebnisse aller Methoden und von Einzelmethoden mit mindestens 5 quantitativen Ergebnissen statistisch ausgewertet.

In den Fällen, in denen eine statistische Auswertung der quantitativen Messergebnisse durchgeführt wurde, werden die Ergebnisse tabellarisch folgendermaßen aufgeführt:

Auswertenummer	Ergebnis	Ergebnis	z-Score $X_{pt_{ALL}}$	z-Score $X_{pt_{M i}}$	Methode	Hinweis
	pos/neg	[mg/kg]				

Die Kenndaten der jeweiligen Vergleichsuntersuchung werden aufgeführt, falls wenigstens 50% positive Ergebnisangaben und mindestens 5 quantitative Messergebnisse vorliegen:

Kenndaten	Alle Ergebnisse [mg/kg]	Methode i [mg/kg]
Zugewiesener Wert ( $X_{pt}$ )	$X_{pt_{ALL}}$	$X_{pt_{METHOD i}}$
Anzahl der Messergebnisse		
Anzahl der Ausreißer		
Median		
Robuster Mittelwert ( $X_{pt}$ )		
Robuste Standardabweichung ( $S^*$ )		
Zielkenndaten:		
Zielstandardabweichung $\sigma_{pt}$		
untere Grenze des Zielbereichs ( $X_{pt} - 2\sigma_{pt}$ )		
obere Grenze des Zielbereichs ( $X_{pt} + 2\sigma_{pt}$ )		
Quotient $S^*/\sigma_{pt}$		
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$		
Quotient $U(X_{pt})/\sigma_{pt}$		
Ergebnisse im Zielbereich		
Prozent im Zielbereich		

Im Anschluss erfolgt die Darstellung der Wiederfindungsraten für die Ergebnisse von Dotierungsmaterialprobe und dotierter Probe. Die Anzahl der Ergebnisse im Akzeptanzbereich von 50-150% wird aufsummiert.

## **4.1 Vergleichsuntersuchung Sellerie**

### ***4.1.1 ELISA-Ergebnisse: Sellerie (Selleriesamen)***

Anmerkung:

*Es wurden keine ELISA-Bestimmungen von den Teilnehmern durchgeführt.*

**4.1.2 PCR-Ergebnisse: Sellerie (Selleriesamen)**

**Qualitative Auswertung der Ergebnisse: Proben A und B**

Auswertenummer	Probe A pos/neg	Probe A [mg/kg]	Probe B pos/neg	Probe B [mg/kg]	Qualitative Bewertung Übereinstimmungen mit Konsenswerten	Methode	Hinweis
25	positiv		positiv		1/1 (100%)	4L	
6	positiv		positiv		1/1 (100%)	ASU	
11	positiv	-	negativ	-	1/1 (100%)	ASU	
20	positiv		negativ		1/1 (100%)	ASU	
22	positiv	30	positiv	< 20	1/1 (100%)	ASU	
23	positiv	--	positiv	--	1/1 (100%)	ASU	
26	positiv		negativ		1/1 (100%)	ASU	
14	positiv	10,18	positiv	3,42	1/1 (100%)	FP	
9	positiv		negativ		1/1 (100%)	MS	
15b	positiv	9,5	positiv	15,5	1/1 (100%)	MS	Einzelwerte Dotpr.: 8948/8403 °
15a	positiv	16	positiv	4,5	1/1 (100%)	SFA-4p	Einzelwerte Dotpr.: 6860/6137 °
17	positiv	99,06	positiv	23,32	1/1 (100%)	SFA-ID	
18	positiv		positiv		1/1 (100%)	SFA-ID	
19	positiv	>0,4	positiv	>0,4	1/1 (100%)	SFA-ID	
10	positiv	14,75	positiv	7,5	1/1 (100%)	SFA-Q	
21	positiv	9,9	positiv	1,1	1/1 (100%)	SFA-Q	
1	negativ		positiv		0/1 (0%)	div	
3	positiv		negativ		1/1 (100%)	div	
5	negativ	<1	negativ	<1	0/1 (0%)	div	
8	positiv	150	positiv	140	1/1 (100%)	div	

° Mittelwert von DLA berechnet

	Probe A	Probe B
Anzahl positiv	18	14
Anzahl negativ	2	6
Prozent positiv	90	70
Prozent negativ	10	30
Konsenswert	positiv	keiner

**Methoden:**

- 4L = 4LAB Diagnostics
- ASU = ASU §64 Methode/method
- FP = foodproof Detection Kit, BIOTECON Diagnostics
- MS = Microsynth
- SFA-4p = Sure Food Allergen 4plex, R-Biopharm / Congen
- SFA-ID = Sure Food Allergen ID, R-Biopharm / Congen
- SFA-Q = Sure Food Allergen Quant, R-Biopharm / Congen
- div = keine genaue Angabe / andere Methode

Anmerkung:

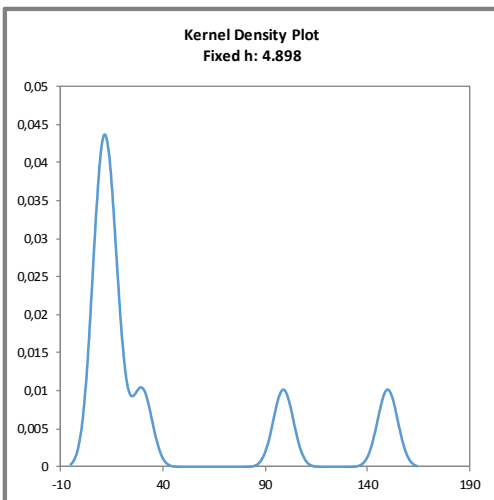
Der Konsenswert für Probe A steht in qualitativer Übereinstimmung mit der Dotierung von Probe A. Für Probe B wurde kein Konsenswert von 75% Übereinstimmung erhalten. 14 Teilnehmer haben Sellerie in der nicht dotierten Probe B mittels PCR nachgewiesen.

**Quantitative Auswertung der Ergebnisse: Probe A**

Auswertenummer	Sellerie [mg/kg]	z-Score X <sub>pt</sub> <sup>ALL</sup>	Methode	Hinweis
25			4L	
6			ASU	
11	-		ASU	
20			ASU	
22	30	4,8	ASU	
23	--		ASU	
26			ASU	
14	10,18	-1,0	FP	
9			MS	
15b	9,5	-1,2	MS	
15a	16	0,7	SFA-4p	
17	99,06		SFA-ID	Ergebnis ausgeschlossen
18			SFA-ID	
19	>0,4		SFA-ID	
10	14,75	0,3	SFA-Q	
21	9,9	-1,1	SFA-Q	
1			div	
3			div	
5	<1		div	
8	150		div	Ergebnis ausgeschlossen

**Methoden:**

- 4L = 4LAB Diagnostics
- ASU = ASU §64 Methode/method
- FP = foodproof Detection Kit, BIOTECON Diagnostics
- MS = Microsynth
- SFA-4p = Sure Food Allergen 4plex, R-Biopharm / Congen
- SFA-ID = Sure Food Allergen ID, R-Biopharm / Congen
- SFA-Q = Sure Food Allergen Quant, R-Biopharm / Congen
- div = keine genaue Angabe / andere Methode



**Abb. / Fig. 1:**

Kerndichte-Schätzung aller ELISA-Ergebnisse (mit  $h = 0,75 \times \sigma_{pt}$  von  $X_{pt}^{ALL}$ )

Kernel density plot of all ELISA results (with  $h = 0,75 \times \sigma_{pt}$  of  $X_{pt}^{ALL}$ )

Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt für 5 Ergebnisse annähernd eine Normalverteilung daneben sind eine Schulter und 2 Einzelergebnisse (Ausreißer) zu erkennen.

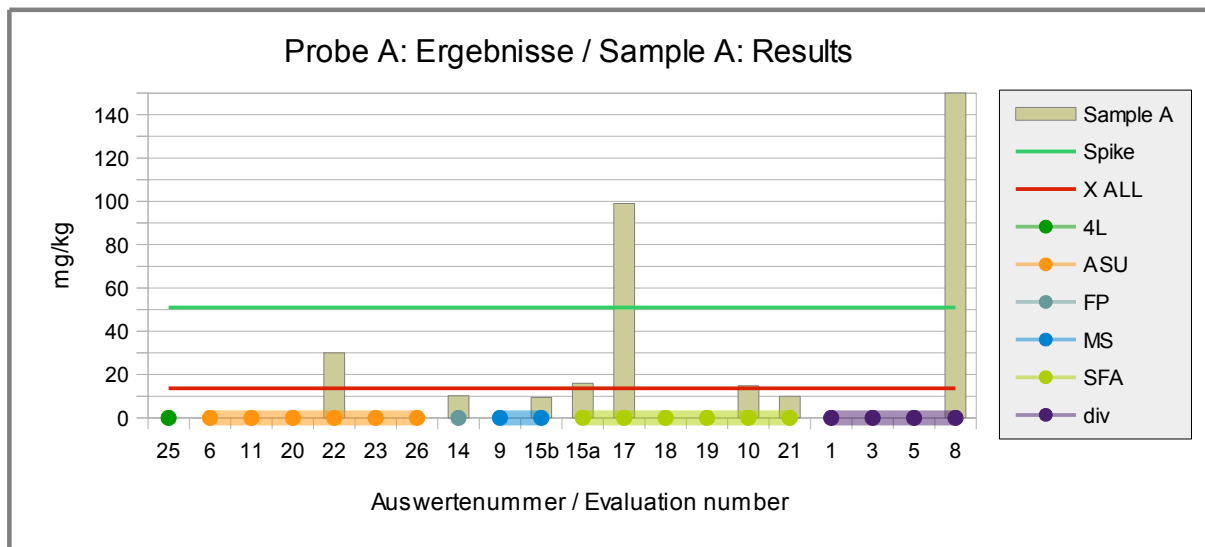
Kenndaten: Quantitative Auswertung Sellerie**Probe A**

<b>Kenndaten</b>	<b>Alle Ergebnisse</b> [mg/kg]
Zugewiesener Wert ( $X_{pt}$ )	$X_{pt\_ALL}$
Anzahl der Messergebnisse	6
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	15,1
Median	12,5
<b>Robuster Mittelwert (<math>X_{pt}</math>)</b>	<b>13,7</b>
<b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>	<b>5,51</b>
<i>Zielkenndaten:</i>	
<b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}</math></b>	<b>3,43</b>
<b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>	<b>6,85</b>
<b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>	<b>20,6</b>
Quotient $S^*/\sigma_{pt}$	1,6
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	2,81
Quotient $U(X_{pt})/\sigma_{pt}$	0,82
Ergebnisse im Zielbereich	5
Prozent im Zielbereich	83

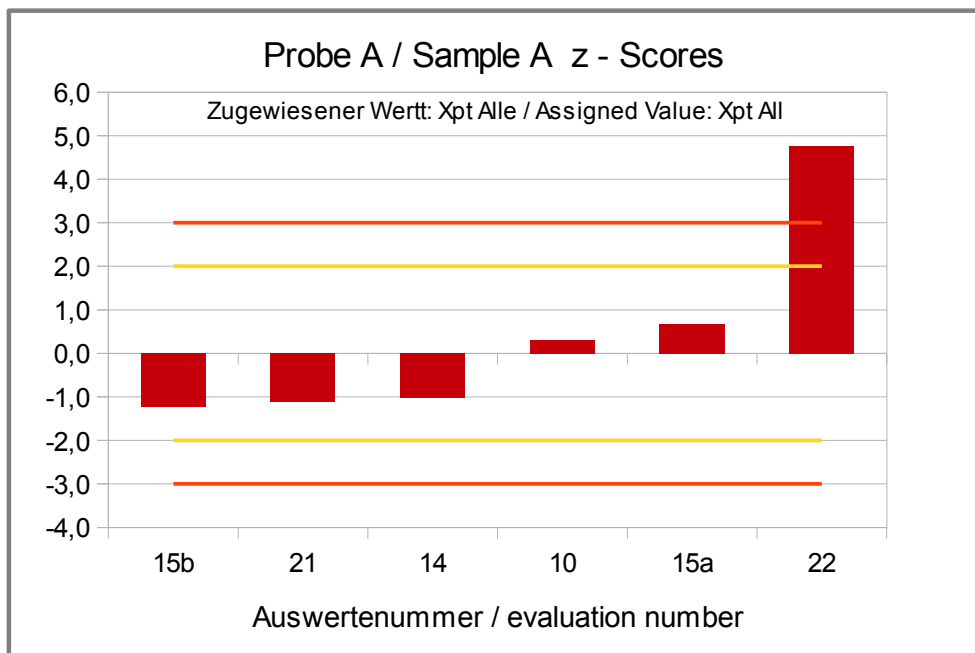
Anmerkungen zu den Kenndaten und Vergleich der Bezugswerte:

Die Auswertung der Ergebnisse aller Methoden zeigte nach Eliminierung von zwei Ausreißern eine normale Variabilität der Ergebnisse. Der Quotient  $S^*/\sigma_{pt}$  lag unter 2,0. Die robuste Standardabweichung liegt im Bereich von etablierten Werten für die Vergleichsstandardabweichung der eingesetzten Bestimmungsmethoden (vgl. 3.4.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision und 3.4.3 Werte aus Erkenntnissen). Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist formal gegeben. Diese Aussage ist nur eingeschränkt gültig, da insgesamt und für die Einzelmethode jeweils nur wenige Ergebnisse vorlagen. Die Bewertung der Ergebnisse mit z-Scores hat daher auch nur eingeschränkte Aussagekraft.

Der robuste Mittelwert der Auswertung lag deutlich unter dem Zuatzniveau von Sellerie zu Probe A. Dabei ist zusätzlich zu berücksichtigen, dass Probe B (also die Grundmatrix von Probe A) ebenfalls Sellerie enthielt (s. "Wiederfindungsraten für Sellerie" S.25).



**Abb./Fig. 2:** PCR-Ergebnisse Sellerie  
 grüne Linie = Zusatzniveau (Spike)  
 rote Linie = robuster Mittelwert aller berücksichtigter Ergebnisse  
 runde Symbole = Zuordnung der Methoden (s. Legende)



**Abb./Fig. 3:**  
 z-Scores (PCR-Ergebnisse als Sellerie)  
 Zugewiesener Wert: robuster Mittelwert aller Ergebnisse



**Wiederfindungsraten für Sellerie:  
Dotierungsmaterialprobe und Probe A (- Probe B)**

Auswertenummer	Dotierungsmaterial	Wiederfindungsrate*	Probe A minus B	Wiederfindungsrate*	Methode	Hinweis
	[mg/kg]	[%]	[mg/kg]	[%]		
25					4L	
6					ASU	
11	-		-		ASU	
20					ASU	
22	8400	93	30	59	ASU	
23	--		--		ASU	
26					ASU	
14			6,76	13	FP	
9					MS	
15b	8676	96	-6	-12	MS	Einzelw erte Dotpr.: 8948/8403 °
15a	6499	72	11,5	23	SFA-4p	Einzelw erte Dotpr.: 6860/6137 °
17	19397	214	75,74	149	SFA-ID	
18					SFA-ID	
19	>0,4		>0,4		SFA-ID	
10	5223	58	7,25	14	SFA-Q	
21	7597	84	8,8	17	SFA-Q	
1					div	
3					div	
5	>1		<1		div	
8	104200	1151	10	20	div	

° Mittelwert von DLA berechnet

AB**	50-150 %	AB**	50-150 %
Anzahl im AB	5	Anzahl im AB	2
Prozent im AB	71	Prozent im AB	25

\* Wiederfindungsrate 100% Bezugsgröße: Sellerie, s. Seite 5

\*\* Akzeptanzbereich der AOAC für Allergen-ELISAs

**Methoden:**

4L = 4LAB Diagnostics

ASU = ASU §64 Methode/method

FP = foodproof Detection Kit, BIOTECON Diagnostics

MS = Microsynth

SFA-4p = Sure Food Allergen 4plex, R-Biopharm / Congen

SFA-ID = Sure Food Allergen ID, R-Biopharm / Congen

SFA-Q = Sure Food Allergen Quant, R-Biopharm / Congen

div = keine genaue Angabe / andere Methode

Anmerkung:

71% (5) der Teilnehmer haben in der Dotierungsmaterialprobe mittels PCR eine Wiederfindungsrate im Bereich der AOAC-Anforderung von 50-150% erhalten. Bei der mit dem Dotierungsmaterial hergestellten Lebensmittelmatrix-Probe A wurde der Matrix-Gehalt (entspricht Gehalt in Probe B) abgezogen. Danach lagen 2 von 8 der Wiederfindungsraten in diesem Akzeptanzbereich.

**Quantitative Auswertung der Ergebnisse: Probe B**

Auswertenummer	Sellerie [mg/kg]	z-Score $X_{pt_{ALL}}$	Methode	Hinweis
25			4L	
6			ASU	
11	-		ASU	
20			ASU	
22	< 20		ASU	
23	--		ASU	
26			ASU	
14	3,42		FP	
9			MS	
15b	15,5		MS	
15a	4,5		SFA-4p	
17	23,32		SFA-ID	
18			SFA-ID	
19	>0,4		SFA-ID	
10	7,5		SFA-Q	
21	1,1		SFA-Q	
1			div	
3			div	
5	<1		div	
8	140		div	Probe B: vorab ausgeschlossen

° Mittelwert von DLA berechnet

**Methoden:**

4L = 4LAB Diagnostics

ASU = ASU §64 Methode/method

FP = foodproof Detection Kit, BIOTECON Diagnostics

MS = Microsynth

SFA-4p = Sure Food Allergen 4plex, R-Biopharm / Congen

SFA-ID = Sure Food Allergen ID, R-Biopharm / Congen

SFA-Q = Sure Food Allergen Quant, R-Biopharm / Congen

div = keine genaue Angabe / andere Methode

**Anmerkung:**

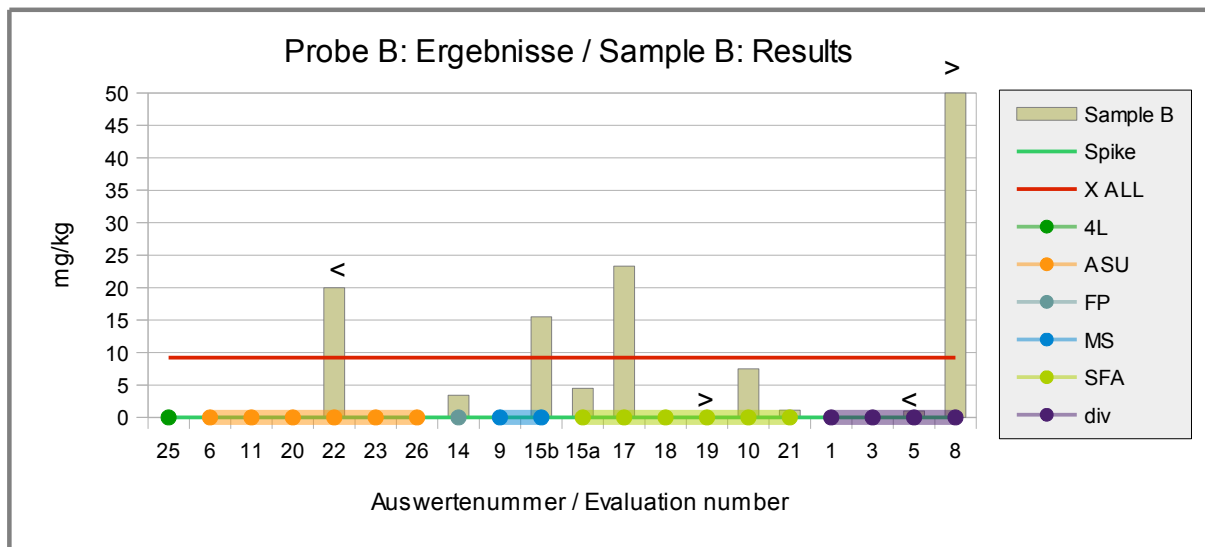
Eine Kerndichte-Schätzung wurde aufgrund der Anzahl von < 8 Ergebnissen nicht vorgenommen.

Kenndaten: Quantitative Auswertung Sellerie**Probe B**

<b>Kenndaten</b>	<b>Alle Ergebnisse</b> [mg/kg]
Zugewiesener Wert ( $X_{pt}$ )	<b><math>X_{pt}_{ALL}</math></b>
Anzahl der Messergebnisse	6
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	9,22
Median	6,00
<b>Robuster Mittelwert (<math>X_{pt}</math>)</b>	<b>9,22</b>
<b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>	<b>9,66</b>
<i>Zielkenndaten:</i>	
<b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}</math></b>	
<b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>	
<b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>	
<i>Quotient <math>S^*/\sigma_{pt}</math></i>	
<i>Standardunsicherheit <math>U(X_{pt})</math></i>	
<i>Quotient <math>U(X_{pt})/\sigma_{pt}</math></i>	
<i>Ergebnisse im Zielbereich</i>	
<i>Prozent im Zielbereich</i>	

Anmerkungen zu den Kenndaten und Vergleich der Bezugswerte:

Die Auswertung der Ergebnisse aller Methoden zeigte auch nach Vorabeliminierung eines Ausreißers eine erhöhte Variabilität der Ergebnisse. Der Quotient  $S^*/\sigma_{pt}$  lag über 4. Es wurde daher keine Bewertung der Ergebnisse anhand eines Zielbereichs und mittels z-Scores durchgeführt.



**Abb./Fig. 4:** PCR-Ergebnisse Sellerie  
 rote Linie = robuster Mittelwert aller berücksichtigter Ergebnisse  
 runde Symbole = Zuordnung der Methoden (s. Legende)

## 4.2 Vergleichsuntersuchung Senf

### 4.2.1 ELISA-Ergebnisse: Senf (*Sinapis alba*)

#### Qualitative Auswertung der Ergebnisse: Proben A und B

Auswertenummer	Probe A	Probe A	Probe B	Probe B	Qualitative Bewertung	Methode	Hinweis
	pos/neg	[mg/kg]	pos/neg	[mg/kg]	Übereinstimmungen mit Konsenswerten		
1	positiv	40,4	negativ	< 2	2/2 (100%)	AQ	
24	positiv	48,55	negativ	< 2	2/2 (100%)	AQ	
7	positiv	31,1	negativ	< 2	2/2 (100%)	BC	
14	positiv	65,5	negativ	< 1	2/2 (100%)	ES	Ergebnis umgerechnet *
19	positiv	49	negativ	< 1	2/2 (100%)	ES	Ergebnis umgerechnet *
25	positiv	72	negativ		2/2 (100%)	ES	Ergebnis umgerechnet *
27	positiv	52	negativ	< 1	2/2 (100%)	IL	
6	positiv	8,8	negativ	< 2,50	2/2 (100%)	NL	
5	positiv	60,6	positiv	0,88	1/2 (50%)	RS	
10	positiv	51	positiv	1,79	1/2 (50%)	RS	
16	positiv	52,83	positiv	0,83	1/2 (50%)	RS	
17	positiv	75,85	negativ	< 0.5	2/2 (100%)	RS	
18	positiv	76,9	positiv	0,91	1/2 (50%)	RS	
2	positiv	68	negativ	nd	2/2 (100%)	VT	
3	positiv	50	negativ	< 2.5	2/2 (100%)	VT	
4	positiv	96	negativ	< 2,5	2/2 (100%)	VT	
11	positiv	133	negativ	< 2,5	2/2 (100%)	VT	
12	positiv	102	negativ	nd	2/2 (100%)	VT	
13	positiv	54	negativ	< 2.5	2/2 (100%)	VT	

\* Umrechnung S. 18

	Probe A	Probe B
Anzahl positiv	19	4
Anzahl negativ	0	15
Prozent positiv	100	21
Prozent negativ	0	79
Konsenswert	positiv	negativ

#### Methoden:

AQ = AgraQuant, RomerLabs  
 BC = BioCheck  
 ES = ELISA-Systems  
 IL = Immunolab  
 NL = nutriLinia® Allergen-ELISA  
 RS = Ridascreen® Fast, R-Biopharm  
 VT = Veratox, Neogen

#### Anmerkung:

Die Konsenswerte stehen in qualitativer Übereinstimmung mit der Dotierung von Probe A.

Alle Ergebnisse für Probe B lagen < 2,5 mg/kg. Es wurden 4 positive Ergebnisse mit der Methode RS im Bereich der Bestimmungsgrenze erhalten.

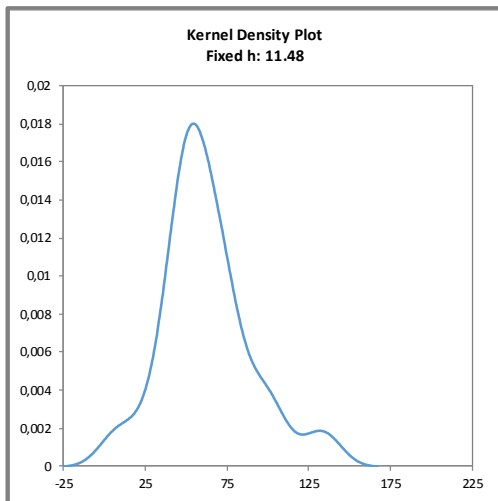
**Quantitative Auswertung der Ergebnisse: Probe A**

Auswertenummer	Senf [mg/kg]	z-Score Xpt <sub>ALL</sub>	z-Score Xpt <sub>RS</sub>	z-Score Xpt <sub>VT</sub>	Methode	Hinweis
1	40,4	-1,4			AQ	
24	48,55	-0,8			AQ	
7	31,1	-2,0			BC	
14	65,5	0,3			ES	Ergebnis umgerechnet *
19	49	-0,8			ES	Ergebnis umgerechnet *
25	72	0,7			ES	Ergebnis umgerechnet *
27	52	-0,6			IL	
6	8,8	-3,4			NL	
5	60,6	0,0	-0,2		RS	
10	51	-0,7	-0,8		RS	
16	52,83	-0,5	-0,7		RS	
17	75,85	1,0	0,8		RS	
18	76,9	1,0	0,8		RS	
2	68	0,5		-0,8	VT	
3	50	-0,7		-1,6	VT	
4	96	2,3		0,6	VT	
11	133	4,7		2,3	VT	
12	102	2,7		0,9	VT	
13	54	-0,5		-1,4	VT	

\* Umrechnung S. 18

**Methoden:**

- AQ = AgraQuant, RomerLabs
- BC = BioCheck
- ES = ELISA-Systems
- IL = Immunolab
- NL = nutriLinia® Allergen-ELISA
- RS = Ridascreen® Fast, R-Biopharm
- VT = Veratox, Neogen



**Abb. / Fig. 5:**

Kerndichte-Schätzung aller ELISA-Ergebnisse (mit  $h = 0,75 \times \sigma_{pt}$  von  $X_{ptALL}$ )

Kernel density plot of all ELISA results (with  $h = 0,75 \times \sigma_{pt}$  of  $X_{ptALL}$ )

**Anmerkung:**

Die Kerndichte-Schätzung zeigt annähernd eine Normalverteilung der Ergebnisse mit einer Schulter bei < 25 mg/kg (Methode NL) und zwei Schultern bei > 90 mg/kg (Methode VT).

Kenndaten: Quantitative Auswertung Senf**Probe A**

<b>Kenndaten</b>	<b>Alle Ergebnisse</b> [mg/kg]	<b>Methode RS</b> [mg/kg]	<b>Methode VT</b> [mg/kg]
Zugewiesener Wert ( $X_{pt}$ )	$X_{pt\_ALL}$	$X_{pt\_METHOD\ RS}$	$X_{pt\_METHOD\ VT}$
Anzahl der Messergebnisse	19	5	6
Anzahl der Ausreißer	1	0	0
Mittelwert	62,5	63,4	83,8
Median	54,0	60,6	82,0
<b>Robuster Mittelwert (<math>X_{pt}</math>)</b>	<b>61,1</b>	<b>63,4</b>	<b>83,8</b>
<b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>	<b>23,1</b>	<b>14,0</b>	<b>36,5</b>
<i>Zielkenndaten:</i>			
<b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}</math></b>	<b>15,3</b>	<b>15,9</b>	<b>21,0</b>
<b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>	<b>30,6</b>	<b>31,7</b>	<b>41,9</b>
<b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>	<b>91,7</b>	<b>95,2</b>	<b>126</b>
Quotient $S^*/\sigma_{pt}$	1,5	0,88	1,7
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	6,63	7,83	18,6
Quotient $U(X_{pt})/\sigma_{pt}$	0,43	0,49	0,89
Ergebnisse im Zielbereich	15	5	5
Prozent im Zielbereich	79	100	83

**Methoden:**

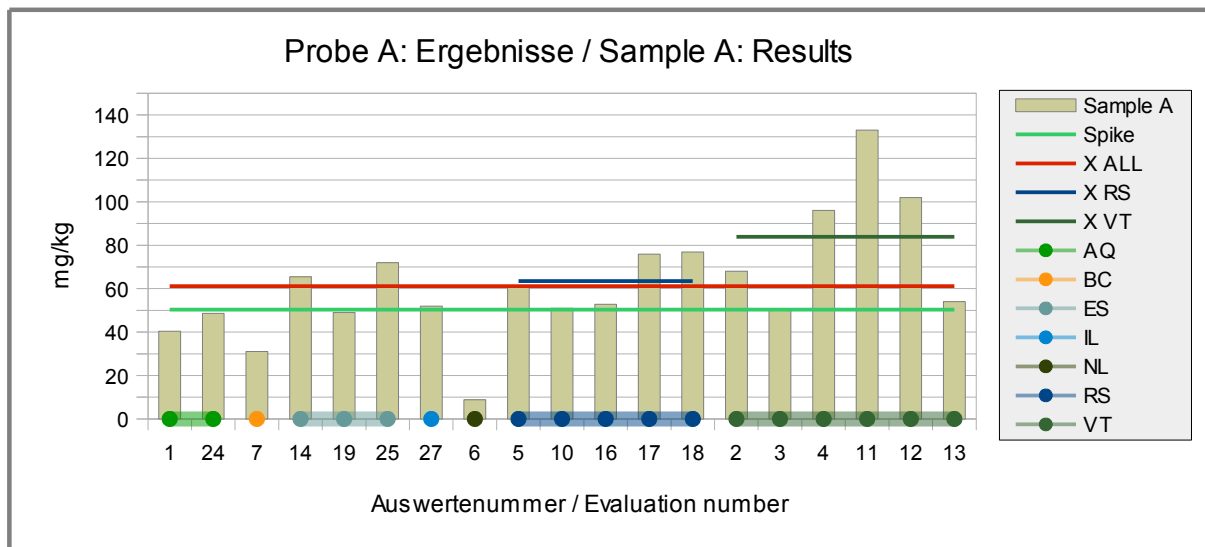
RS = R-Biopharm, Ridascreen®

VT = Veratox, Neogen

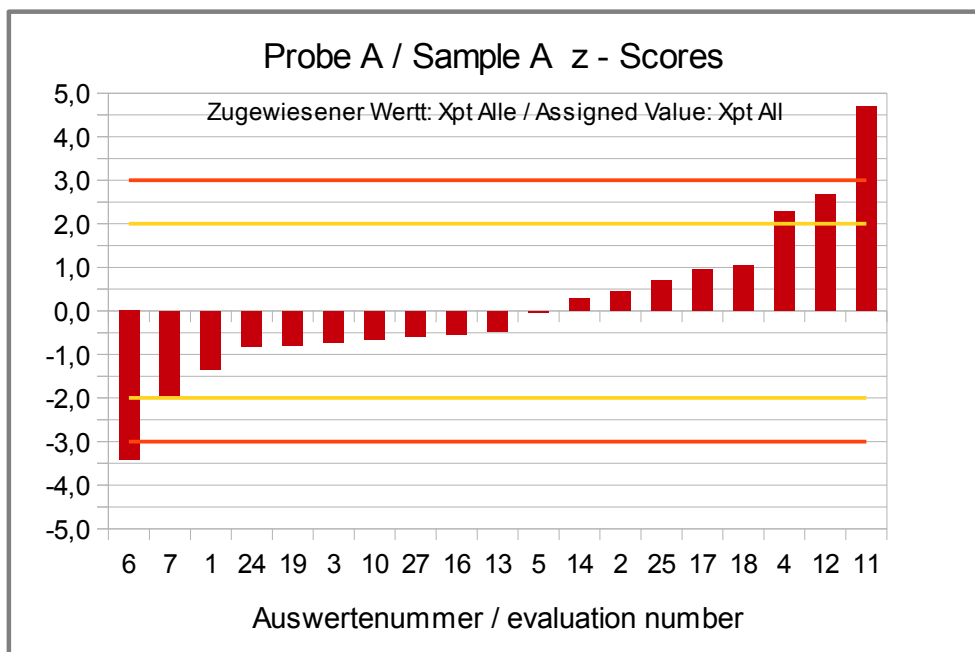
Anmerkungen zu den Kenndaten und Vergleich der Bezugswerte:

Die Auswertungen der Ergebnisse aller Methoden und von Methode RS und VT zeigten eine normale bis geringe Variabilität der Ergebnisse. Der Quotient  $S^*/\sigma_{pt}$  lag jeweils unter 2,0. Die robusten Standardabweichungen liegen im Bereich von etablierten Werten für die Vergleichsstandardabweichung der eingesetzten Bestimmungsmethoden (vgl. 3.4.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision und 3.4.3 Werte aus Erkenntnissen). Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben. Diese Aussage ist für die methodenübergreifende Auswertung nur eingeschränkt gültig, da insgesamt 7 verschiedene Methoden mit jeweils nur wenigen Ergebnisse vorlagen.

Die robusten Mittelwerte der Auswertungen über alle Methoden und Methode RS lagen mit 122% bzw. 127% vom Zusatzniveau von Senf zu Probe A, innerhalb der relevanten Anforderungen für die eingesetzten Methoden, und Methode VT mit 168% etwas darüber (s. 3.4.3 und "Wiederfindungsraten für Senf" S.34).

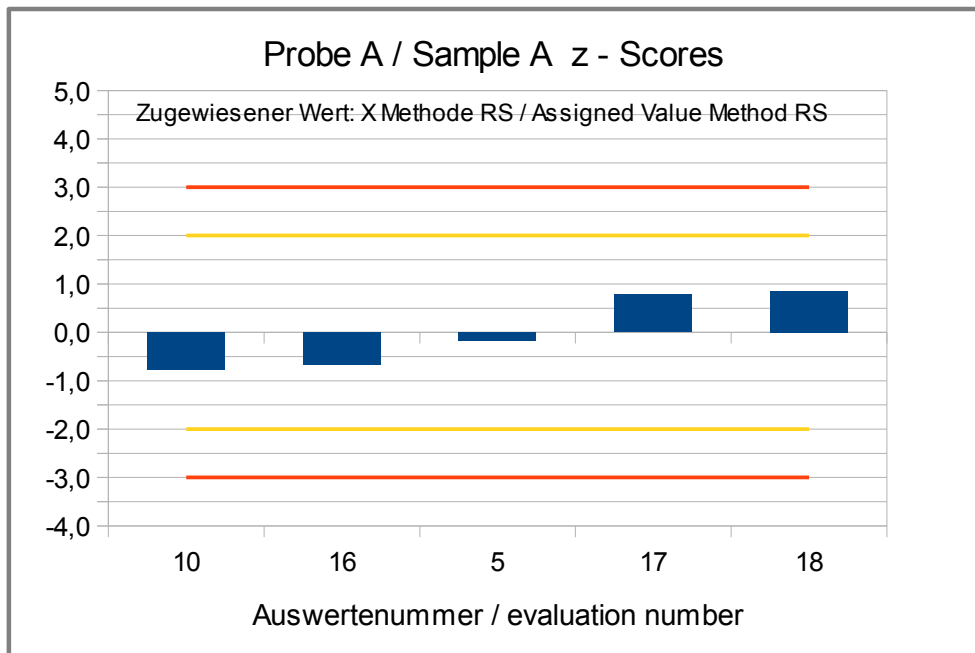


**Abb./Fig. 6:** ELISA-Ergebnisse Senf  
 grüne Linie = Zusatzniveau (Spike)  
 rote Linie = robuster Mittelwert aller Ergebnisse  
 blaue Linie = robuster Mittelwert Ergebnisse Methode RS  
 dunkelgrüne Linie = robuster Mittelwert Ergebnisse Methode VT  
 runde Symbole = Zuordnung der Methoden (s. Legende)



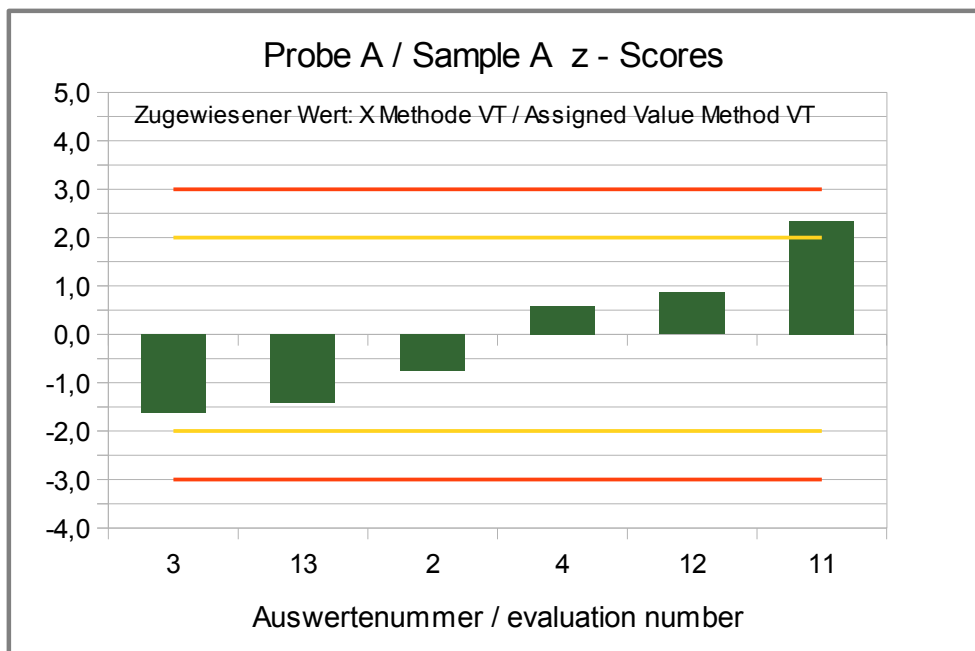
**Abb./Fig. 7:**  
 z-Scores (ELISA-Ergebnisse als Senf) Zugewiesener Wert: robuster Mittelwert aller Ergebnisse





**Abb./Fig. 8:**

z-Scores (ELISA-Ergebnisse als Senf) Bezugswert robuster Mittelwert Ergebnisse Methode RS (R-Biopharm, Ridascreen)



**Abb./Fig. 9:**

z-Scores (ELISA-Ergebnisse als Senf) Bezugswert robuster Mittelwert Ergebnisse Methode VT (Veratox, Neogen)

**Wiederfindungsraten für Senf:  
Dotierungsmaterialprobe und Probe A**

Auswertenummer	Dotierungsmaterial	Wiederfindungsrate*	Probe A	Wiederfindungsrate*	Methode	Hinweis
	[mg/kg]	[%]	[mg/kg]	[%]		
1	26081	290	40,4	<b>80</b>	AQ	
24	5946,05	<b>66</b>	48,55	<b>96</b>	AQ	
7	10200	<b>113</b>	31,1	<b>62</b>	BC	
14			65,5	<b>130</b>	ES	Ergebnis umgerechnet °
19	6200	<b>69</b>	49	<b>97</b>	ES	Ergebnis umgerechnet °
25			72	<b>143</b>	ES	Ergebnis umgerechnet °
27	15000	167	52	<b>103</b>	IL	
6	2673	30	8,8	17	NL	
5	875	10	60,6	<b>120</b>	RS	
10	9950	<b>111</b>	51	<b>101</b>	RS	
16	7412,9	<b>82</b>	52,83	<b>105</b>	RS	
17	9232	<b>103</b>	75,85	<b>150</b>	RS	
18	14284	<b>159</b>	76,9	153	RS	
2	9200	<b>102</b>	68	<b>135</b>	VT	
3	12000	<b>133</b>	50	<b>99</b>	VT	
4	na		96	190	VT	
11	20000	222	133	264	VT	
12			102	202	VT	
13	10350	<b>115</b>	54	<b>107</b>	VT	

° Umrechnung S. 18

AB**	50-150 %	AB**	50-150 %
Anzahl im AB	<b>9</b>	Anzahl im AB	<b>13</b>
Prozent im AB	<b>60</b>	Prozent im AB	<b>68</b>

\* Wiederfindungsrate 100% Bezugsgröße: Senf, s. Seite 5

\*\* Akzeptanzbereich der AOAC für Allergen-ELISAs

**Methoden:**

AQ = AgraQuant, RomerLabs

BC = BioCheck

ES = ELISA-Systeme

IL = Immunolab

NL = nutriLinia® Allergen-ELISA

RS = Ridascreen® Fast, R-Biopharm

VT = Veratox, Neogen

Anmerkung:

60% (9) der Teilnehmer haben in der Dotierungsmaterialprobe mittels ELISA eine Wiederfindungsrate im Bereich der AOAC-Anforderung von 50-150% erhalten. Bei der mit dem Dotierungsmaterial hergestellten Lebensmittelmatrix-Probe A lagen 68% (13) der Wiederfindungsraten in diesem Akzeptanzbereich.

#### 4.2.2 PCR-Ergebnisse: Senf (*Sinapis alba*)

##### Qualitative Auswertung der Ergebnisse: Proben A und B

Auswertenummer	Probe A	Probe A	Probe B	Probe B	Qualitative Bewertung	Methode	Hinweis
	pos/neg	[mg/kg]	pos/neg	[mg/kg]	Übereinstimmungen mit Konsenswerten		
11	positiv	-	negativ	-	2/2 (100%)	ASU	
20	positiv		negativ		2/2 (100%)	ASU	
22	positiv	50	negativ		2/2 (100%)	ASU	
23a	positiv	-	negativ	-	2/2 (100%)	ASU	Senf, gelb
15a	positiv	15,5	negativ	0	2/2 (100%)	SFA-4p	
15b	positiv	45	negativ	0	2/2 (100%)	SFA-ID	
17	positiv	43,36	negativ	< 1	2/2 (100%)	SFA-ID	
18	positiv		Spuren		1/2 (50%)	SFA-ID	
19	positiv	> 0,4	negativ	< 0,4	2/2 (100%)	SFA-ID	
25	positiv		positiv		1/2 (50%)	SFA-ID	
3	positiv		negativ		2/2 (100%)	div	
6	positiv		negativ		2/2 (100%)	div	
8	positiv	90	negativ	-	2/2 (100%)	div	
9	positiv		negativ		2/2 (100%)	div	
11	positiv	-	Spuren	-	1/2 (50%)	div	
23b	negativ	-	negativ	-	2/2 (100%)	div	Senf, braun/schwarz
26	positiv		negativ		2/2 (100%)	div	

	Probe A	Probe B
Anzahl positiv	16	1
Anzahl negativ	1	14
Prozent positiv	94	7
Prozent negativ	6	93
Konsenswert	positiv	negativ

##### Methoden:

ASU = ASU §64 Methode/method

SFA-4p = Sure Food Allergen 4plex, R-Biopharm / Congen

SFA-ID = Sure Food Allergen ID, R-Biopharm / Congen

div = keine genaue Angabe / andere Methode

##### Anmerkung:

Die Konsenswerte stehen in qualitativer Übereinstimmung mit der Dotierung von Probe A. Das negative Ergebnis für Probe A ist plausibel, da es für den Nachweis von braunem und schwarzem Senf angegeben wurde. Zuge-setzt ist weißer/gelber Senf.

Ein positives Ergebnis und zwei Ergebnisangaben als „Spuren“ wurden für Probe B ohne Gehaltsangabe angegeben.

**Quantitative Auswertung der Ergebnisse: Probe A**

Auswertenummer	Senf [mg/kg]	z-Score X <sub>pt,ALL</sub>	Methode	Hinweis
11	-		ASU	
20			ASU	
22	50	0,1	ASU	
23a	-		ASU	Senf, gelb
15a	15,5	-2,7	SFA-4p	
15b	45	-0,3	SFA-ID	
17	43,36	-0,4	SFA-ID	
18			SFA-ID	
19	> 0,4		SFA-ID	
25			SFA-ID	
3			div	
6			div	
8	90	3,4	div	
9			div	
11	-		div	
23b	-		div	Senf, braun/schwarz
26			div	

**Methoden:**

ASU = ASU §64 Methode/method

SFA-4p = Sure Food Allergen 4plex, R-Biopharm / Congen

SFA-ID = Sure Food Allergen ID, R-Biopharm / Congen

div = keine genaue Angabe / andere Methode

Anmerkung:

Eine Kerndichte-Schätzung wurde aufgrund der Anzahl von < 8 Ergebnissen nicht vorgenommen.

Kenndaten: Quantitative Auswertung Senf**Probe A**

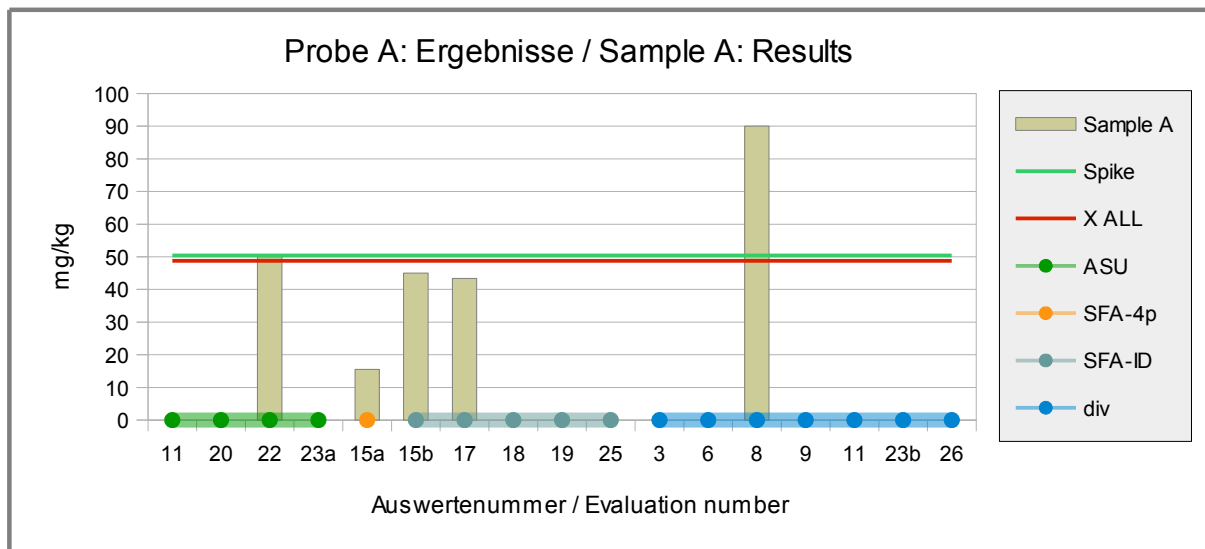
<b>Kenndaten</b>	<b>Alle Ergebnisse</b> [mg/kg]
Zugewiesener Wert ( $X_{pt}$ )	<b><math>X_{pt\_ALL}</math></b>
Anzahl der Messergebnisse	5
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	48,8
Median	45,0
<b>Robuster Mittelwert (<math>X_{pt}</math>)</b>	<b>48,8</b>
<b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>	<b>30,3</b>
<i>Zielkenndaten:</i>	
<b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}</math></b>	<b>12,2</b>
<b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>	<b>24,4</b>
<b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>	<b>73,2</b>
Quotient $S^*/\sigma_{pt}$	2,5
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	16,9
Quotient $U(X_{pt})/\sigma_{pt}$	1,4
Ergebnisse im Zielbereich	3
Prozent im Zielbereich	60

Anmerkungen zu den Kenndaten und Vergleich der Bezugswerte:

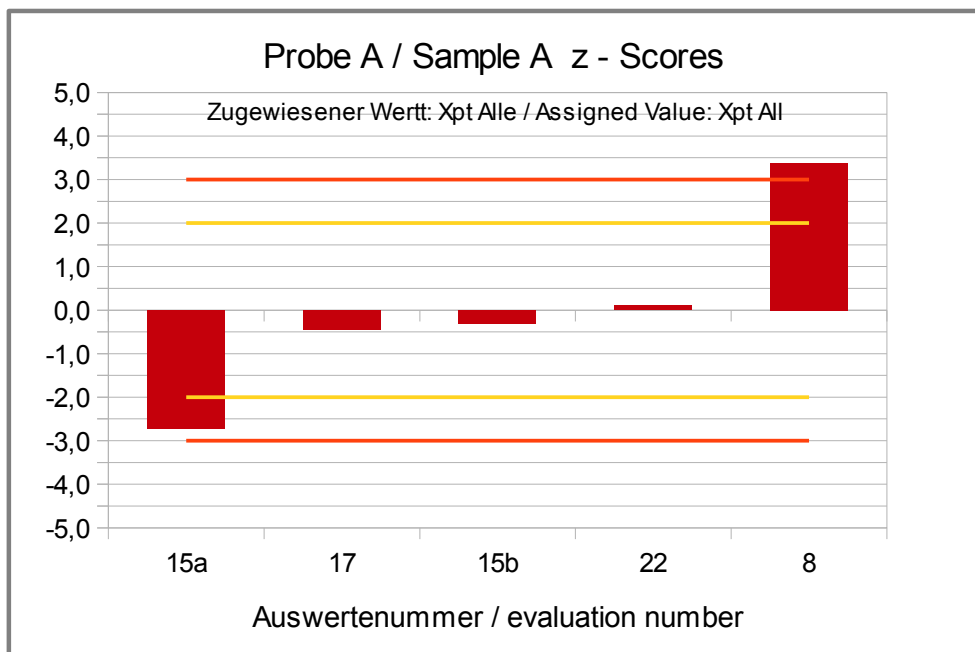
Die Auswertung der Ergebnisse aller Methoden zeigte eine leicht erhöhte Variabilität der Ergebnisse. Der Quotient  $S^*/\sigma_{pt}$  lag über 2,0. Die robuste Standardabweichung liegt über dem Bereich von etablierten Werten für die Vergleichsstandardabweichung der eingesetzten Bestimmungsmethoden (vgl. 3.4.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision und 3.4.3 Werte aus Erkenntnissen).

Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist eingeschränkt. Die Aussagekraft von Zielbereich und z-Score-Bewertung ist ebenfalls eingeschränkt. Sie wurden jedoch zur orientierenden Information mit angegeben.

Der robuste Mittelwert der Auswertung lag mit 98% vom Zusatzniveau von Senf zu Probe A innerhalb der relevanten Anforderungen für die eingesetzten Methoden (s. 3.4.3 und "Wiederfindungsraten für Senf" S.39).



**Abb./Fig. 10:** PCR-Ergebnisse Senf  
 grüne Linie = Zusatzniveau (Spike)  
 rote Linie = robuster Mittelwert aller Ergebnisse  
 runde Symbole = Zuordnung der Methoden (s. Legende)



**Abb./Fig. 11:**  
 z-Scores (PCR-Ergebnisse als Senf) Zugewiesener Wert: robuster Mittelwert aller Ergebnisse

**Wiederfindungsraten für Senf:  
Dotierungsmaterialprobe und Probe A**

Auswertenummer	Dotierungsmaterial	Wiederfindungsrate*	Probe A	Wiederfindungsrate*	Methode	Hinweis
	[mg/kg]	[%]	[mg/kg]	[%]		
11	-		-		ASU	
20					ASU	
22	13000	<b>144</b>	50	<b>99</b>	ASU	
23a	-		-		ASU	Senf, gelb
15a	8520	<b>95</b>	15,5	31	SFA-4p	Einzelw erte Dotpr.: 9581/7462 °
15b	s. Hinweis		45	<b>89</b>	SFA-ID	Einzelw erte Dotpr.: 281183/180894
17	4477	<b>50</b>	43,36	<b>86</b>	SFA-ID	
18					SFA-ID	
19	>0,4		> 0,4		SFA-ID	
25					SFA-ID	
3					div	
6					div	
8	57900	643	90	179	div	
9	3385	38			div	
11	-		-		div	
23b	-		-		div	Senf, braun/schw arz
26					div	

° Mittelwert von DLA berechnet

AB**	50-150 %	AB**	50-150 %
Anzahl im AB	<b>3</b>	Anzahl im AB	<b>3</b>
Prozent im AB	<b>60</b>	Prozent im AB	<b>60</b>

\* Wiederfindungsrate 100% Bezugsgröße: Senf, s. Seite 4

\*\* Akzeptanzbereich der AOAC für Allergen-ELISAs

**Methoden:**

ASU = ASU §64 Methode/method

SFA-4p = Sure Food Allergen 4plex, R-Biopharm / Congen

SFA-ID = Sure Food Allergen ID, R-Biopharm / Congen

div = keine genaue Angabe / andere Methode

Anmerkung:

3 Teilnehmer haben in der Dotierungsmaterialprobe mittels PCR eine Wiederfindungsrate im Bereich der AOAC-Anforderung von 50-150% erhalten. Bei der mit dem Dotierungsmaterial hergestellten Lebensmittelmatrix-Probe A lagen ebenfalls 3 der Wiederfindungsraten in diesem Akzeptanzbereich.

### 4.3 Vergleichsuntersuchung Sesam

#### 4.3.1 ELISA-Ergebnisse: Sesam

#### Qualitative Auswertung der Ergebnisse: Proben A und B

Auswertenummer	Probe A	Probe A	Probe B	Probe B	Qualitative Bewertung	Methode	Hinweis
	pos/neg	[mg/kg]	pos/neg	[mg/kg]			
1	positiv	52,7	negativ	< 2	2/2 (100%)	AQ	
5	positiv	78,5	negativ	< 2	2/2 (100%)	BC	
7	positiv	49,1	negativ	< 2	2/2 (100%)	BC	
3	positiv	220	negativ	< 6.25	2/2 (100%)	BK	
11	positiv	150	negativ	< 6	2/2 (100%)	BK	
2	positiv	15,0	negativ	nd	2/2 (100%)	ES	Ergebnis umgerechnet °
4	positiv	11,5	negativ	< 0,5	2/2 (100%)	ES	Ergebnis umgerechnet °
12	positiv	10,2	negativ	nd	2/2 (100%)	ES	Ergebnis umgerechnet °
13	positiv	11,5	negativ	< 0,5	2/2 (100%)	ES	Ergebnis umgerechnet °
14	positiv	11,2	negativ	< 0,5	2/2 (100%)	ES	Ergebnis umgerechnet °
19	positiv	12,0	negativ	< 0,5	2/2 (100%)	ES	Ergebnis umgerechnet °
24	positiv	15,9	negativ	< 0,5	2/2 (100%)	ES	Ergebnis umgerechnet °
25	positiv	27,9	negativ		2/2 (100%)	ES	Ergebnis umgerechnet °
27	positiv	30	negativ	< 1	2/2 (100%)	IL	
6	positiv	84,5	negativ	< 2,50	2/2 (100%)	NL	Ergebnis umgerechnet °
10	positiv	398	negativ	< 0,24	2/2 (100%)	RS	
16	positiv	561,99	negativ	< LOD	2/2 (100%)	RS	
17	positiv	318,95	negativ	< 2.5	2/2 (100%)	RS	

° Umrechnung S. 18

	Probe A	Probe B
Anzahl positiv	18	0
Anzahl negativ	0	18
Prozent positiv	100	0
Prozent negativ	0	100
Konsenswert	positiv	negativ

#### Methoden:

AQ = AgraQuant, RomerLabs  
 BC = BioCheck  
 BK = BioKits, Neogen  
 ES = ELISA-Systeme  
 IL = Immunolab  
 NL = nutriLinia® Allergen-ELISA  
 RS = Ridascreen® Fast, R-Biopharm

#### Anmerkung:

Die Konsenswerte stehen in qualitativer Übereinstimmung mit der Dotierung von Probe A.



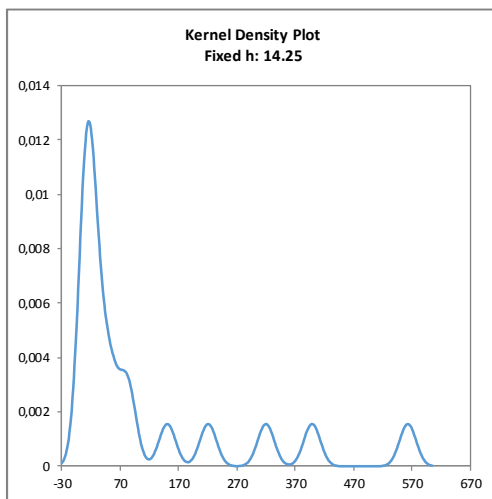
**Quantitative Auswertung der Ergebnisse: Probe A**

Auswertenummer	Sesam [mg/kg]	z-Score X <sub>pt</sub> ALL	z-Score X <sub>pt</sub> ES	Methode	Hinweis
1	52,7			AQ	
5	78,5			BC	
7	49,1			BC	
3	220			BK	
11	150			BK	
2	15,0		0,6	ES	Ergebnis umgerechnet °
4	11,5		-0,5	ES	Ergebnis umgerechnet °
12	10,2		-0,9	ES	Ergebnis umgerechnet °
13	11,5		-0,5	ES	Ergebnis umgerechnet °
14	11,2		-0,6	ES	Ergebnis umgerechnet °
19	12,0		-0,3	ES	Ergebnis umgerechnet °
24	15,9		0,9	ES	Ergebnis umgerechnet °
25	27,9		4,5	ES	Ergebnis umgerechnet °
27	30			IL	
6	84,5			NL	Ergebnis umgerechnet °
10	398			RS	
16	561,99			RS	
17	318,95			RS	

° Umrechnung S. 18

**Methoden:**

- AQ = AgraQuant, RomerLabs
- BC = BioCheck
- BK = BioKits, Neogen
- ES = ELISA-Systems
- IL = Immunolab
- NL = nutrilinia® Allergen-ELISA
- RS = Ridascreen® Fast, R-Biopharm



**Abb. / Fig. 12:**

Kerndichte-Schätzung aller ELISA-Ergebnisse (mit  $h = 0,75 \times \sigma_{pt}$  von  $X_{ptALL}$ )

Kernel density plot of all ELISA results (with  $h = 0,75 \times \sigma_{pt}$  of  $X_{ptALL}$ )

**Anmerkung:**

Die Kerndichte-Schätzung zeigt nur für Methode ES annähernd eine Normalverteilung der Ergebnisse, die wenigen Ergebnisse der anderen Methoden liegen im höheren Konzentrationsbereich verteilt.

Kenndaten: Quantitative Auswertung Sesam**Probe A**

<b>Kenndaten</b>	<b>Alle Ergebnisse</b> [mg/kg]	<b>Methode ES</b> [mg/kg]
Zugewiesener Wert ( $X_{pt}$ )	$X_{pt\_ALL}$	$X_{pt\_METHOD\ ES}$
Anzahl der Messergebnisse	18	8
Anzahl der Ausreißer	-	1
Mittelwert	114,0	14,4
Median	39,6	11,8
<b>Robuster Mittelwert (<math>X_{pt}</math>)</b>	<b>75,9</b>	<b>13,1</b>
<b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>	<b>88,1</b>	<b>3,06</b>
Zielkenndaten:		
<b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}</math></b>		<b>3,3</b>
<b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>		<b>6,6</b>
<b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>		<b>19,7</b>
Quotient $S^*/\sigma_{pt}$		0,93
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$		1,35
Quotient $U(X_{pt})/\sigma_{pt}$		0,41
Ergebnisse im Zielbereich		7
Prozent im Zielbereich		88

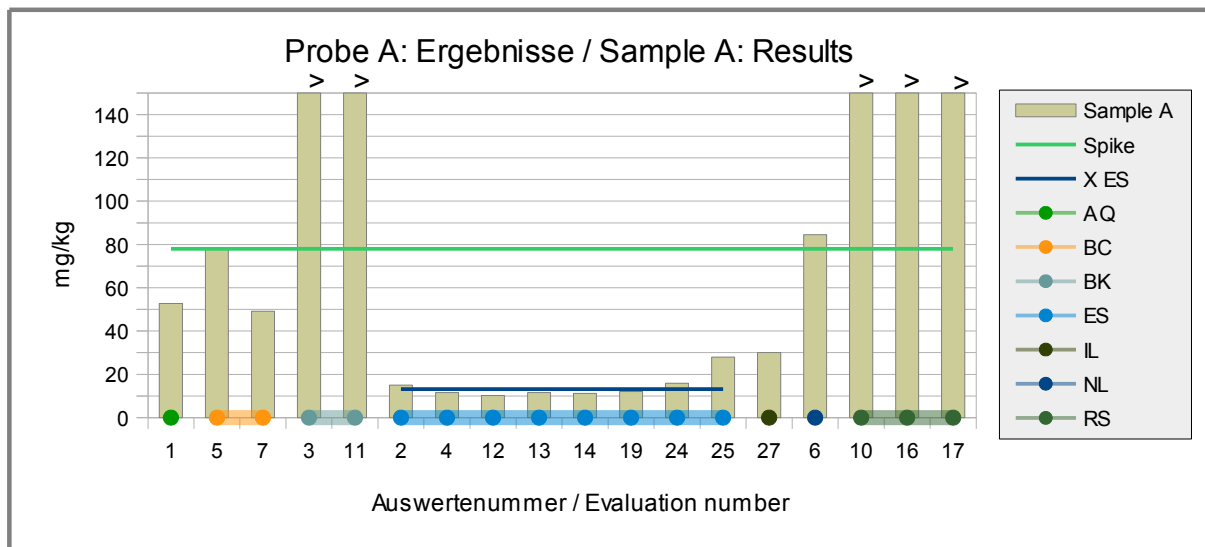
**Methoden:**

ES = ELISA-Systems

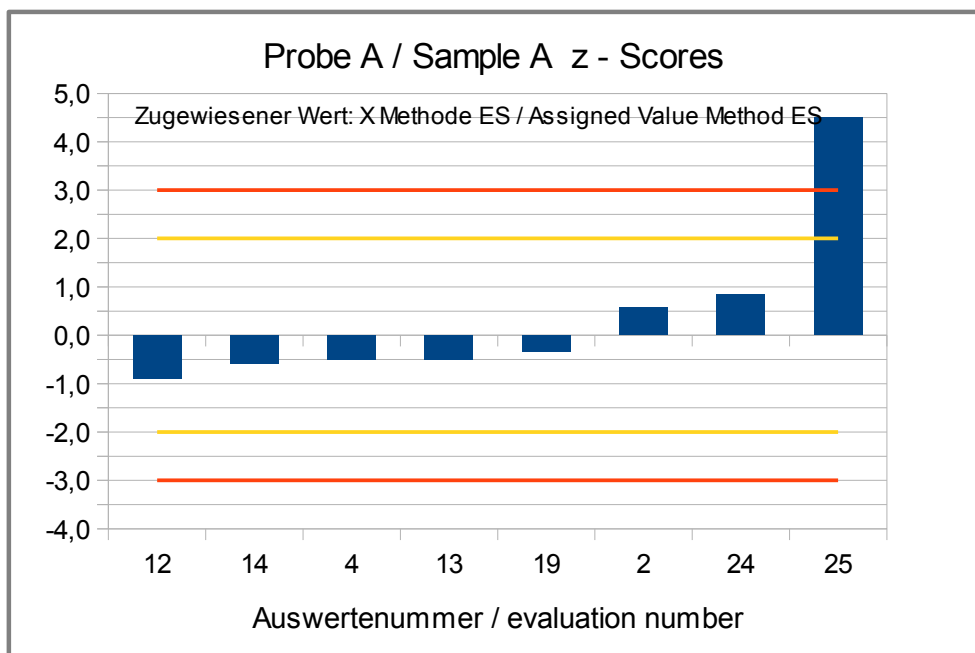
Anmerkungen zu den Kenndaten und Vergleich der Bezugswerte:

Aufgrund der stark unterschiedlichen Ergebnisse wurde eine gemeinsame Auswertung der Ergebnisse aller Methoden nicht vorgenommen. Die Auswertung der Ergebnisse von Methode ES zeigte eine geringe Variabilität der Ergebnisse. Der Quotient  $S^*/\sigma_{pt}$  lag deutlich unter 2,0. Die robuste Standardabweichung liegt im Bereich von etablierten Werten für die Vergleichsstandardabweichung der eingesetzten Bestimmungsmethoden (vgl. 3.4.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision und 3.4.3 Werte aus Erkenntnissen). Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse von Methode ES ist gegeben.

Der robuste Mittelwert der Methode ES lag mit 17% vom Zusatzniveau von Sesam zu Probe A deutlich unterhalb der relevanten Anforderungen für die eingesetzte Methoden (s. 3.4.3 und "Wiederfindungsraten für Sesam" S.44).



**Abb./Fig. 13:** ELISA-Ergebnisse Sesam  
 grüne Linie = Zusatzniveau (Spike)  
 blaue Linie = robuster Mittelwert Ergebnisse Methode ES  
 runde Symbole = Zuordnung der Methoden (s. Legende)



**Abb./Fig. 14:** z-Scores (ELISA-Ergebnisse als Sesam) Bezugswert robuster Mittelwert Ergebnisse Methode ES (ELISA-Systeme)

**Wiederfindungsraten für Sesam:  
Dotierungsmaterialprobe und Probe A**

Auswertenummer	Dotierungsmaterial	Wiederfindungsrate*	Probe A	Wiederfindungsrate*	Methode	Hinweis
	[mg/kg]	[%]	[mg/kg]	[%]		
1	13124	100	52,7	68	AQ	
5	2960	23	78,5	101	BC	
7	12700	97	49,1	63	BC	
3	59000	450	220	282	BK	
11	28000	214	150	192	BK	
2	2210	17	15,0	19	ES	Ergebnis umgerechnet °
4	na		11,5	15	ES	Ergebnis umgerechnet °
12			10,2	13	ES	Ergebnis umgerechnet °
13	1620	12	11,5	15	ES	Ergebnis umgerechnet °
14			11,2	14	ES	Ergebnis umgerechnet °
19	2230	17	12,0	15	ES	Ergebnis umgerechnet °
24	2080	16	15,9	20	ES	Ergebnis umgerechnet °
25			27,9	36	ES	Ergebnis umgerechnet °
27	10000	76	30	38	IL	
6	5250	40	84,5	108	NL	Ergebnis umgerechnet °
10	>200000		398	510	RS	
16	111382	850	561,99	721	RS	
17	51071	390	318,95	409	RS	

° Umrechnung S. 18

AB**	50-150 %	AB**	50-150 %
Anzahl im AB	3	Anzahl im AB	4
Prozent im AB	23	Prozent im AB	22

\* Wiederfindungsrate 100% Bezugsgröße: Senf, s. Seite 5

\*\* Akzeptanzbereich der AOAC für Allergen-ELISAs

**Methoden:**

AQ = AgraQuant, RomerLabs

BC = BioCheck

BK = BioKits, Neogen

ES = ELISA-Systeme

IL = Immunolab

NL = nutriLinia® Allergen-ELISA

RS = Ridascreen® Fast, R-Biopharm

Anmerkung:

3 Teilnehmer haben in der Dotierungsmaterialprobe mittels ELISA eine Wiederfindungsrate im Bereich der AOAC-Anforderung von 50-150% erhalten. Bei der mit dem Dotierungsmaterial hergestellten Lebensmittelmatrix-Probe A lagen 4 der Wiederfindungsraten in diesem Akzeptanzbereich.

### 4.3.2 PCR-Ergebnisse: Sesam

#### Qualitative Auswertung der Ergebnisse: Proben A und B

Auswertenummer	Probe A	Probe A	Probe B	Probe B	Qualitative Bewertung	Methode	Hinweis
	pos/neg	[mg/kg]	pos/neg	[mg/kg]	Übereinstimmungen mit Konsenswerten		
25	positiv		negativ		2/2 (100%)	4L	
6	positiv		negativ		2/2 (100%)	ASU	
20	positiv		positiv		2/2 (100%)	ASU	
22	positiv	92	negativ		2/2 (100%)	ASU	
9	positiv		negativ		2/2 (100%)	MS	
15a	positiv	47,5	negativ	0	2/2 (100%)	MS	Einzelwerte Dotpr.: 20232/14971 °
21	positiv	197	negativ		2/2 (100%)	MS	
15b	positiv	26,5	negativ	0	1/2 (50%)	SFA-ID	Einzelwerte Dotpr.: 10455/7266 °
18	positiv		negativ		2/2 (100%)	SFA-ID	
19	positiv	> 0,4	negativ	<0,4	1/2 (50%)	SFA-ID	
3	positiv		negativ		2/2 (100%)	div	
8	positiv	40	negativ	-	2/2 (100%)	div	
11	positiv	-	negativ	-	2/2 (100%)	div	
23	positiv	-	negativ	-	2/2 (100%)	div	
26	positiv		negativ		1/2 (50%)	div	

° Mittelwert von DLA berechnet

	Probe A	Probe B
Anzahl positiv	15	1
Anzahl negativ	0	14
Prozent positiv	100	7
Prozent negativ	0	93
Konsenswert	positiv	negativ

#### Methoden:

4L = 4LAB Diagnostics

ASU = ASU §64 Methode/method

MS = Microsynth

SFA-ID = Sure Food Allergen ID, R-Biopharm / Congen

div = keine genaue Angabe / andere Methode

#### Anmerkung:

Die Konsenswerte stehen in qualitativer Übereinstimmung mit der Dotierung von Probe A.

Ein positives Ergebnis wurde für Probe B ohne Gehaltsangabe angegeben.

**Quantitative Auswertung der Ergebnisse: Probe A**

Auswertenummer	Sesam	z-Score X <sub>p<sub>t</sub>,ALL</sub>	Methode	Hinweis
	[mg/kg]			
25			4L	
6			ASU	
20			ASU	
22	92	0,9	ASU	
9			MS	
15a	47,5	-1,5	MS	
21	197	6,5	MS	
15b	26,5	-2,6	SFA-ID	
18			SFA-ID	
19	> 0,4		SFA-ID	
3			div	
8	40	-1,9	div	
11	-		div	
23	-		div	
26			div	

**Methoden:**

4L = 4LAB Diagnostics

ASU = ASU §64 Methode/method

MS = Microsynth

SFA-ID = Sure Food Allergen ID, R-Biopharm / Congen

div = keine genaue Angabe / andere Methode

Anmerkung:

Eine Kerndichte-Schätzung wurde aufgrund der Anzahl von < 8 Ergebnissen nicht vorgenommen.

Kenndaten: Quantitative Auswertung Sesam**Probe A**

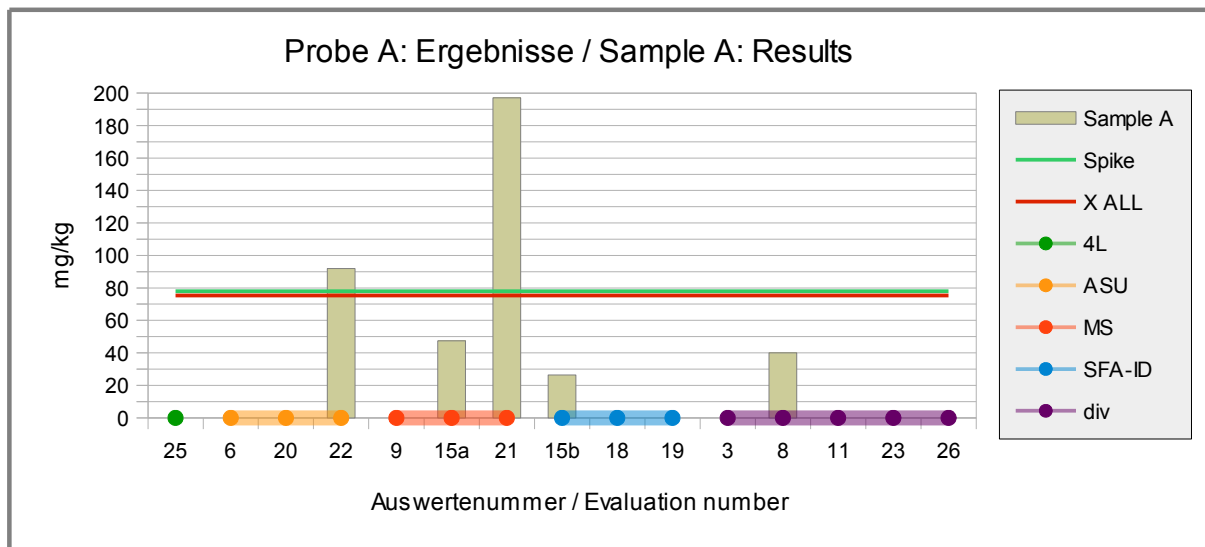
<b>Kenndaten</b>	<b>Alle Ergebnisse</b> [mg/kg]
Zugewiesener Wert ( $X_{pt}$ )	<b><math>X_{pt\_ALL}</math></b>
Anzahl der Messergebnisse	5
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	80,6
Median	47,5
<b>Robuster Mittelwert (<math>X_{pt}</math>)</b>	<b>75,4</b>
<b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>	<b>66,6</b>
<i>Zielkenndaten:</i>	
<b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}</math></b>	<b>18,8</b>
<b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>	<b>37,7</b>
<b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>	<b>113</b>
Quotient $S^*/\sigma_{pt}$	3,5
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	37,2
Quotient $U(X_{pt})/\sigma_{pt}$	2,0
Ergebnisse im Zielbereich	3
Prozent im Zielbereich	60

Anmerkungen zu den Kenndaten und Vergleich der Bezugswerte:

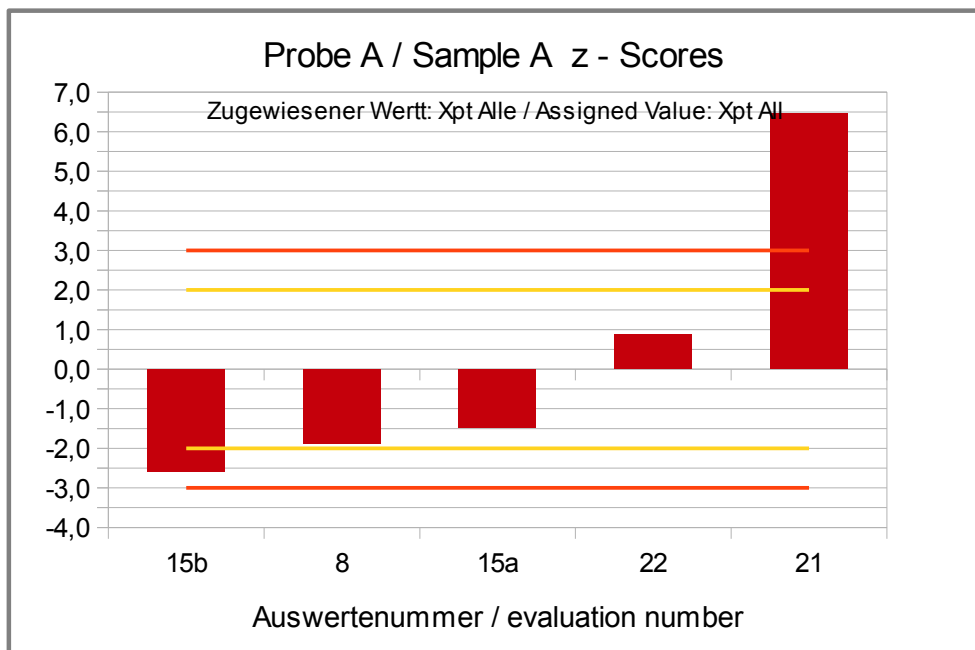
Die Auswertung der Ergebnisse aller Methoden zeigte eine erhöhte Variabilität der Ergebnisse. Der Quotient  $S^*/\sigma_{pt}$  lag über 2,0. Die robuste Standardabweichung liegt über dem Bereich von etablierten Werten für die Vergleichsstandardabweichung der eingesetzten Bestimmungsmethoden (vgl. 3.4.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision und 3.4.3 Werte aus Erkenntnissen).

Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist eingeschränkt. Die Aussagekraft von Zielbereich und z-Score-Bewertung ist ebenfalls eingeschränkt. Sie wurden jedoch zur orientierenden Information mit angegeben.

Der robuste Mittelwert der Auswertung lag mit 97% vom Zusatzniveau von Senf zu Probe A innerhalb der relevanten Anforderungen für die eingesetzten Methoden (s. 3.4.3 und "Wiederfindungsraten für Sesam" S.49).



**Abb./Fig. 15:** PCR-Ergebnisse Sesam  
 grüne Linie = Zusatzniveau (Spike)  
 rote Linie = robuster Mittelwert aller Ergebnisse  
 runde Symbole = Zuordnung der Methoden (s. Legende)



**Abb./Fig. 16:** z-Scores (PCR-Ergebnisse als Sesam) Zugewiesener Wert: robuster Mittelwert aller Ergebnisse



**Wiederfindungsraten für Sesam:  
Dotierungsmaterialprobe und Probe A**

Auswertenummer	Dotierungsmaterial	Wiederfindungsrate*	Probe A	Wiederfindungsrate*	Methode	Hinweis
	[mg/kg]	[%]	[mg/kg]	[%]		
25					4L	
6					ASU	
20					ASU	
22	31000	237	92	<b>118</b>	ASU	
9					MS	
15a	17600	<b>134</b>	47,5	<b>61</b>	MS	Einzelwerte Dotpr.: 20232/14971 °
21	8828	<b>67</b>	197	253	MS	
15b	8860	<b>68</b>	26,5	34	SFA-ID	Einzelwerte Dotpr.: 10455/7266 °
18					SFA-ID	
19	>0,4		> 0,4		SFA-ID	
3					div	
8	48300	<b>369</b>	40	<b>51</b>	div	
11	-		-		div	
23	-		-		div	
26					div	

° Mittelwert von DLA berechnet

AB**	50-150 %	AB**	50-150 %
Anzahl im AB	<b>3</b>	Anzahl im AB	<b>3</b>
Prozent im AB	<b>60</b>	Prozent im AB	<b>60</b>

\* Wiederfindungsrate 100% Bezugsgröße: Sesam, s. Seite 5

\*\* Akzeptanzbereich der AOAC für Allergen-ELISAs

**Methoden:**

4L = 4LAB Diagnostics

ASU = ASU §64 Methode/method

MS = Microsynth

SFA-ID = Sure Food Allergen ID, R-Biopharm / Congen

div = keine genaue Angabe / andere Methode

Anmerkung:

3 Teilnehmer haben in der Dotierungsmaterialprobe mittels PCR eine Wiederfindungsrate im Bereich der AOAC-Anforderung von 50-150% erhalten. Bei der mit dem Dotierungsmaterial hergestellten Lebensmittelmatrix-Probe A lagen ebenfalls 3 der Wiederfindungsraten in diesem Akzeptanzbereich.

## 5. Dokumentation

### 5.1 Angaben der Teilnehmer

Hinweis: Angaben in englischer Sprache wurden von DLA nach bestem Wissen ins Deutsche übersetzt (ohne Gewähr der Richtigkeit).

#### 5.1.1 ELISA: Sellerie

*keine Angaben*

#### 5.1.2 ELISA: Senf

Meth. Abk.	Auswertenummer	Datum der Analyse	Ergebnis Probe A		Ergebnis Probe B		Ergebnis Dotierungsprobe		Quantitatives Ergebnis als	Methode
			qualitativ	mg/kg	qualitativ	mg/kg	qualitativ	mg/kg		
AQ	1	05.09.16	positiv	40,4	negativ	<2	positiv	26081	Senf	AgraQuant Mustard
AQ	24	06.09.16	positiv	48,55	negativ	<2	positiv	5946,05	Senf	AgraQuant Mustard (CO-KAL2148), RomerLabs
BC	7	05.09.16	positiv	31,1	negativ	<2	-	10200	Senf	Biocheck Mustard Check
ES	14	28.09.16	-	19,65	-	< 1	-		Senfprotein	ELISA-Systems, Mustard Seed Protein Residue (ESMUS-48)
ES	19	22.09.16	positiv	14,7	negativ	<1	positiv	1860	Senfprotein	ELISA-Systems, Mustard Seed Protein Residue (ESMUS-48)
ES	25	31.08.16	positiv	21,6	negativ		-		Senfprotein	ELISA-Systems, Mustard Seed Protein Residue (ESMUS-48)
IL	27	10.08.16	positiv	52	negativ	< 1	positiv	15000	Senf	Immunolab Senf ELISA
NL	6	02.09.16	positiv	8,8	negativ	< 2,50	positiv	2673	Senf	nutriLinia Senf (NC-6008), Transia
RS	5	03.10.16	positiv	60,6	positiv	0,88	positiv	875	Senf	Ridascreen Fast Senf / Mustard (R6152), r-Biopharm
RS	10	21-22/09/2016	positiv	51	positiv	1,79	positiv	9950	Senf	Ridascreen Fast Senf / Mustard (R6152), r-Biopharm
RS	16	28.09.16	-	52,83	-	0,833	-	7412,9	Senf	Ridascreen Fast Senf / Mustard (R6152), r-Biopharm
RS	17	19.08.16	positiv	75,85	negativ	<0.5	positiv	9232	Senf	Ridascreen Fast Senf / Mustard (R6152), r-Biopharm
RS	18	19.09.	positiv	76,9	positiv	0,91	positiv	14284	Senfpulver	Ridascreen Fast Senf / Mustard (R6152), r-Biopharm
VT	2	04.10.16	positiv	68	negativ	nd	positiv	9200	Senf	Veratox Mustard Allergen, Neogen
VT	3		positiv	50	negativ	<2.5	positiv	12000	Senf	Veratox Mustard Allergen, Neogen
VT	4	06.09.16	-	96	-	<2,5	-	na	Senf	Veratox Mustard Allergen, Neogen
VT	11	17.08.16	positiv	133	positiv	<2,5	positiv	20000	Senf	Veratox Mustard Allergen, Neogen
VT	12	16.09.16	positiv	102	negativ	nd	-		Senf	Veratox Mustard Allergen, Neogen
VT	13	10.03.16	positiv	54	negativ	<2.5	positiv	10350	Senf	Veratox Mustard Allergen, Neogen

Fortsetzung ELISA Senf:

Meth. Abk.	Auswertenummer	Spezifität	Hinweise zur Methode (Extraktion und Bestimmung)	Sonstige Hinweise
		Antikörper	z.B. Extraktionslösung / Zeit / Temperatur	
AQ	1			
AQ	24	-	-	-
BC	7			
ES	14			
ES	19			
ES	25			
IL	27			
NL	6		Anleitung des Testkits befolgt	
RS	5		1g + 20ml Extraktionspuffer 60°C	
RS	10	Senf	nach Herstellerangaben	
RS	16	spezifisch	1 g Probe + 20 ml Extraktionspuffer aus dem Kit, 10 Minuten bei 60°C, zentrifugieren,	
RS	17		nach Herstellerangaben	
RS	18		nach Herstelleranleitung	
VT	2		Kit Extraktionspuffer / 15 min / 60°C	Einzelresultate
VT	3			
VT	4	Senf	nach Herstellerangaben	
VT	11	Senfprotein aus Samen von Weißem Senf ( <i>Sinapis alba</i> ), Schwarzem Senf ( <i>Brassica nigra</i> ) und Braunem Senf ( <i>Brassica juncea</i> )	nach Herstellerangaben	
VT	12		Extraktion: 60°C vorgewärmtes TRIS-EDTA / 15 min bei 60°C in Schüttelwasserbad / Zentrifugieren, Bestimmung: 4 Parameterkurve	Dotierungsprobe nicht getestet
VT	13		nach Herstellerangaben	

**5.1.3 ELISA: Sesam**

Meth. Abk.	Auswertenummer	Datum der Analyse	Ergebnis Probe A		Ergebnis Probe B		Ergebnis Dotierungsprobe		Quantitatives Ergebnis als	Methode
			qualitativ	mg/kg	qualitativ	mg/kg	qualitativ	mg/kg		
		Tag/Monat								Test-Kit + Anbieter
AQ	1	23.08.16	positiv	52,7	negativ	<2	positiv	13124	Sesam	AgraQuant Sesame
BC	5	03.10.16	positiv	78,5	negativ	<2	positiv	2960	Sesam	Biocheck (UK) Sesame
BC	7	30.09.16	positiv	49,1	negativ	<2	-	12700	Sesam	Biocheck Sesame Check
BK	3	23.08./30.09. / 27.09.	positiv	220	negativ	<6.25	positiv	59000	Sesam	BioKits, Sesame Assay Kit (902070X), Neogen
BK	11	15.08.16	positiv	150	negativ	<6	positiv	28000	Sesam	BioKits, Sesame Assay Kit (902070X), Neogen
ES	2	07.10.16	positiv	3,4	negativ	nd	positiv	500	Sesamprotein	ELISA-Systems, Sesame Seed Protein Residue (ESSESRD-48)
ES	4	06.09.16	-	2,6	-	<0,5	-	na	Sesamprotein	ELISA-Systems, Sesame Seed Protein Residue (ESSESRD-48)
ES	12	18.08.16	positiv	2,3	negativ	nd	-		Sesamsamenprotein	ELISA-Systems, Sesame Seed Protein Residue (ESSESRD-48)
ES	13	10.05.16	positiv	2,6	negativ	<0.5	positiv	366,3	Sesamprotein	ELISA-Systems, Sesame Seed Protein Residue (ESSESRD-48)
ES	14	28.09.16	-	2,54	-	< 0,5	-		Sesamprotein	ELISA-Systems, Sesame Seed Protein Residue (ESSESRD-48)
ES	19	22.09.16	positiv	2,7	negativ	<0,5	positiv	505	Sesamprotein	ELISA-Systems, Sesame Seed Protein Residue (ESSESRD-48)
ES	24	31.08.16	positiv	3,6	negativ	<0.5	positiv	470,5	Sesamprotein	ELISA-Systems, Sesame Seed Protein Residue (ESSESRD-48)
ES	25	31.08.16	positiv	6,3	negativ		-		Sesamprotein	ELISA-Systems, Sesame Seed Protein Residue (ESSESRD-48)
IL	27	10.08.16	positiv	30	negativ	< 1	positiv	10000	Sesam	Immunolab Sesam ELISA
NL	6	28.09.16	positiv	19,1	negativ	< 2,50	positiv	1185,9	Sesamprotein	nutriLinia Sesam (NC-6006), Transia
RS	10	26-27/09/2016	positiv	398	negativ	<0,24	positiv	>200000	Sesam	Ridascreen Fast Sesame (R7202), r-biopharm
RS	16	28.09.16	-	561,99	-	< LOD	-	111382	Sesam	Ridascreen Fast Sesame (R7202), r-Biopharm
RS	17	24.08.16	positiv	318,95	negativ	<2.5	positiv	51071	Sesam	other: please fill in!

Meth. Abk.	Auswertenummer	Spezifität	Hinweise zur Methode (Extraktion und Bestimmung)	Sonstige Hinweise
		Antikörper	z.B. Extraktionslösung / Zeit / Temperatur	
AQ	1			
BC	5		1g + 20ml Extraktionspuffer 60°C	
BC	7			
BK	3			
BK	11	Sesamproteine	nach Herstellerangaben	
ES	2		Kit Extraktionspuffer / 15 min / 60°C	Einzelergebnisse
ES	4	Sesam	nach Herstellerangaben	
ES	12	anti-Sesamsamen 2S Albumin Antikörper	Extraktion: Raumtemperatur PBS (pH Einstellung falls notw. endig) / 15 min bei 60°C in Schüttelwasserbad / Zentrifugieren, Bestimmung: 4 Parameterkurve	Dotierungsmaterial nicht getestet
ES	13	2S-Albumin	nach Herstellerangaben	
ES	14			
ES	19			
ES	24	-	-	-
ES	25			
IL	27			
NL	6		Anleitung des Testkits befolgt	
RS	10	Sesam	nach Herstellerangaben	
RS	16	spezifisch	1 g Probe + 20 ml Extraktionspuffer aus dem Kit, 10 Minuten bei 60°C, zentrifugieren,	
RS	17		nach Herstellerangaben	R- Biopharm FAST Sesame

**5.1.4 PCR: Sellerie**

Meth. Abk.	Auswertenummer	Datum der Analyse	Ergebnis Probe A		Ergebnis Probe B		Ergebnis Dotierungsprobe		Quantitatives Ergebnis als	Methode
			qualitativ	mg/kg	qualitativ	mg/kg	qualitativ	mg/kg		
4L	25	23.08.16	positiv		positiv		-		Sellerie-DNA	4 LAB
ASU	6	04.09.16	positiv		positiv		positiv			ASU §64 L 08.00-56
ASU	11	12.08.16	positiv	-	negativ	-	positiv	-	Sellerie-DNA	ASU §64 L 08.00-56
ASU	20	16.9.	+		-		+		Angabe als	ASU §64 L 08.00-56
ASU	22	15.09.16	positiv	30	positiv	< 20	positiv	8400	Selleriesamen, getr.	ASU §64 L 08.00-56
ASU	23	08.09.16	positiv	--	positiv	--	positiv	--	Angabe als	ASU §64 L 08.00-56
ASU	26	24.08.	positiv		negativ		positiv		Sellerie-DNA	ASU §64 L 08.00-56
FP	14	15.09.16	-	10,18	-	3,42	-		Sellerie	Foodproof Celery Detection Kit - 5' Nuclease
MS	9		positiv		negativ		positiv		Sellerie-DNA	Microsynth
MS	15b	20.09.16	positiv	9,5	positiv	15,5	positiv	8948/8403	Allergen/Lebensmittel	Microsynth AIAIA
SFA-4p	15a	14.09.16	positiv	16	positiv	4,5	positiv	6860/6137	Allergen/Lebensmittel	Sure Food Allergen 4plex, Congen / r-Biopharm
SFA-ID	17	15.08.16	positiv	99,06	positiv	23,32	positiv	19397	Sellerie	Sure Food Allergen ID, Congen / r-Biopharm
SFA-ID	18	31.08.16	positiv		positiv		positiv		Sellerie-DNA	Sure Food Allergen ID, Congen / r-Biopharm
SFA-ID	19	22.09.16	positiv	>0,4	positiv	>0,4	positiv	>0,4	Sellerie-DNA	Sure Food Allergen ID, Congen / r-Biopharm
SFA-Q	10	13-14/9/2016	positiv	14,75	positiv	7,5	positiv	5223	Sellerie	Sure Food Allergen QUANT, Congen / r-Biopharm
SFA-Q	21	12.09.16	positiv	9,9	positiv	1,1	positiv	7597	Sellerie	Sure Food Allergen QUANT, Congen / r-Biopharm
div	1	06.10.16	negativ		positiv		positiv		Sellerie DNA	Hausmethode
div	3	29.09.	positiv		negativ		positiv		Sellerie-DNA	realtime PCR-Verfahren
div	5	03.10.16	negativ	<1	negativ	<1	positiv	>1	Sellerie	Hausmethode
div	8	05.10.16	positiv	150	positiv	140	positiv	104200	Sellerie	ApiumMat3

Meth. Abk.	Auswertenummer	Spezifität	Hinweise zur Methode (Extraktion und Bestimmung)	Sonstige Hinweise
		Target-Sequenz / -DNA	z.B. Extraktion / Enzyme / Clean-Up / Real Time PCR / Gelelektrophorese / Cyclen	
4L	25			
ASU	6			
ASU	11		CTAB / Protease K/ Amylase / Chloroform + Promega Wizard/ Realtime PCR/ - / 45 Zyklen	
ASU	20			
ASU	22		CTAB-Präzipitationsmethode entsprechend ASU § 64 L 18.00-22	NG ca. 5 mg/kg, BG 20 mg/kg
ASU	23	Mannitoldehydrogenasegen	CTAB	
ASU	26	Mannitol-Dehydrogenase	CTAB Präzipitation, QIAgen PCR Purification Kit, Real Time PCR	
FP	14		Real Time PCR	
MS	9	Sellerie-DNA	Macherey Nagel Nucleo Spin Food mit Optimierungen: erhöhte Einw aage, Umpufferung (Waschschritt mit Lysis Buffer) RNase-Schritt, Chloroform-Schritt, 2xC-QW; RealTime PCR mit 45 Zyklen, Dekontaminations-schritt mit UNG; eigenes Thermoprofil	
MS	15b		CTAB Isolierung / Prot.K / QIAquick Purification Kit / RT- PCR / 45 Cyclen	Mittelwert aus Doppelbestimmung / Dotierungsprobe unverdünnt
SFA-4p	15a		CTAB Isolierung / Prot.K / QIAquick Purification Kit / RT- PCR / 35 Cyclen	Mittelwert aus Doppelbestimmung / Dotierungsprobe unverdünnt
SFA-ID	17		As Per Kit Instructions	
SFA-ID	18		DNA-Isolierung mit SureFood PREP Advanced, Congen/R-Biopharm	
SFA-ID	19			
SFA-Q	10	Sellerie	Real time PCR	
SFA-Q	21	Sellerie	Kit SureFood PREP Advanced, S1053, PCR nach Herstellerangaben, 45 Zyklen	
div	1		Gelelektrophorese, BG 10ppm	
div	3			
div	5	MTD	Tris DNA Extraktion, Säulen Clean-up, Taqman Reagenzien, real-time PCR Detektion	
div	8		CTAB, Magnetic Beads, M&N-Säule	

**5.1.5 PCR: Senf**

Meth. Abk.	Auswertenummer	Datum der Analyse	Ergebnis Probe A		Ergebnis Probe B		Ergebnis Dotierungsprobe		Quantitatives Ergebnis als	Methode
			qualitativ	mg/kg	qualitativ	mg/kg	qualitativ	mg/kg		
ASU	11	12.08.16	positiv	-	negativ	-	positiv	-	Senf-DNA	ASU §64 L 08.00-59
ASU	20	10.8.	+		-		+		Angabe als	ASU §64 L 08.00-59
ASU	22	15.09.16	positiv	50	negativ		positiv	13000	Senfsaat, weiß	ASU §64 L 08.00-59
ASU	23a	08.09.16	positiv	--	negativ	--	positiv	--	Angabe als	ASU §64 L 08.00-59
SFA-4p	15a	14.09.16	positiv	15,5	negativ	0	positiv	9581/7462	Allergen/Lebensmittel	Sure Food Allergen 4plex, Congen / r-Biopharm
SFA-ID	15b	29.09.16	positiv	45	negativ	0	positiv	281183/180894	Allergen/Lebensmittel	Sure Food Allergen ID, Congen / r-Biopharm
SFA-ID	17	15.08.16	positiv	43,36	negativ	<1	positiv	4477	Senf	Sure Food Allergen ID, Congen / r-Biopharm
SFA-ID	18	31.08.16	positiv		in Spuren		positiv		Senf-DNA	Sure Food Allergen ID, Congen / r-Biopharm
SFA-ID	19	22.09.16	positiv	>0,4	negativ	<0,4	positiv	>0,4	Senf-DNA	Sure Food Allergen ID, Congen / r-Biopharm
SFA-ID	25	23.08.16	positiv		positiv		-		Senf-DNA	Sure Food Allergen ID, Congen / r-Biopharm
div	3	29.09.	positiv		negativ		positiv		Senf-DNA	realtime PCR-Verfahren
div	6	05.09.16	positiv		negativ		positiv			Methode intern
div	8	05.10.16	positiv	90	negativ	-	positiv	57900	Senf	SinAlba
div	9		positiv		negativ		positiv	3385	Senf-DNA	Primer+Sonden: Micro-synth; Methode: Fuchs et al. J. Agric. Food Chem. 2010, 58, 11193–11200 Palle-Reisch et al. Food Chemistry 138 (2013) 348–355
div	11	12.08.16	positiv	-	Spuren an der NWG	-	positiv	-	Senf-DNA und Brassica Arten	interne Methode: realtime PCR 45 Zyklen
div	23b	12.09.16	negativ	--	negativ	--	negativ	--		Palle-Reisch, Food Chemistry 153 (2014) 66–73
div	26	18.08.	positiv		negativ		positiv		Senf-DNA	Mustorp et al. 2008 Eur Food Res Technol. 226: 771-778

Meth. Abk.	Auswertenummer	Spezifität	Hinweise zur Methode (Extraktion und Bestimmung)	Sonstige Hinweise
		Target-Sequenz / -DNA	z.B. Extraktion / Enzyme / Clean-Up / Real Time PCR / Gelelektrophorese / Cyclen	
ASU	11	w weißer Senf (Sinapis alba)	CTAB / Protease K/ Amylase / Chloroform + Promega Wizard/ Realtime PCR/ - / 45 Zyklen	
ASU	20			
ASU	22		CTAB-Präzipitationsmethode entsprechend ASU § 64 L 18.00-22	NG ca. 5 mg/kg
ASU	23a	mRNAforMADSD	CTAB	
SFA-4p	15a		CTAB Isolierung / Prot.K / QIAquick Purification Kit / RT- PCR / 35 Cyclen	Mittelwert aus Doppelbestimmung / Dotierungsprobe unverdünnt
SFA-ID	15b		CTAB Isolierung / Prot.K / QIAquick Purification Kit / RT- PCR / 35 Cyclen	Mittelwert aus Doppelbestimmung / Dotierungsprobe unverdünnt
SFA-ID	17		nach Herstellerangaben	
SFA-ID	18		DNA-Isolierung mit SureFood PREP Advanced, Congen/R-Biopharm	
SFA-ID	19			
SFA-ID	25			
div	3			
div	6			
div	8		CTAB, Magnetic Beads, M&N-Säule	
div	9	Sinapis alba, Brassica juncea, Brassica nigra	Macherey Nagel Nucleo Spin Food mit Optimierungen: erhöhte Einw aage, Umpufferung (Waschschritt mit Lysis Buffer) RNase-Schritt, Chloroform-Schritt, 2xC-QW; RealTime PCR mit 45 Zyklen, Dekontaminations-schritt mit UNG; eigenes Thermoprofil	keine Unterscheidung zw ischen Brassica juncea und nigra Quantifizierung Senf bezieht sich auf Sinapis alba; Brassica juncea/nigra in Spuren vorhanden
div	11	w weißer Senf (Sinapis alba), Schwarzem Senf (Brassica nigra) und Braunem Senf (Brassica juncea)	CTAB / Protease K / Amylase / Chloroform + Promega Wizard/ Realtime PCR/ - / 45 Zyklen	
div	23b	AJ415649	CTAB	
div	26	Hauptallergen sin a1	CTAB Präzipitation, QIAgen PCR Purification Kit, Real Time PCR	

**5.1.6 PCR: Sesam**

Meth. Abk.	Auswertenummer	Datum der Analyse	Ergebnis Probe A		Ergebnis Probe B		Ergebnis Dotierungsprobe		Quantitatives Ergebnis als	Methode
			qualitativ	mg/kg	qualitativ	mg/kg	qualitativ	mg/kg		
4L	25	23.08.16	positiv		negativ				Sesam-DNA	4 LAB
ASU	6	05.09.16	positiv		negativ		positiv			ASU L 18.00.19:2014 mod
ASU	20	10.8.	+		+		+		Angabe als	ASU §64 L 18.00-19
ASU	22	16.09.16	positiv	92	negativ		positiv	31000	Sesam	ASU §64 L 18.00-19
MS	9		positiv		negativ		positiv		Sesam-DNA	Microsynth
MS	15a	28.09.16	positiv	47,5	negativ	0	positiv	20232/14 971	Allergen/Lebensmittel	Microsynth AIIAIB
MS	21	19.09.16	positiv	197	negativ		positiv	8828	Sesam	AIIAIB, microsynth
SFA-ID	15b	27.09.16	positiv	26,5	negativ	0	positiv	10455/72 66	Allergen/Lebensmittel	Sure Food Allergen ID, Congen / r-Biopharm
SFA-ID	18	16.08.	positiv		negativ		positiv		Sesam-DNA	Sure Food Allergen ID, Congen / r-Biopharm
SFA-ID	19	22.09.16	positiv	>0,4	negativ	<0,4	positiv	>0,4	Sesam-DNA	Sure Food Allergen ID, Congen / r-Biopharm
div	3	29.09.	positiv		negativ		positiv		Sesam-DNA	realtime PCR-Verfahren
div	8	05.10.16	positiv	40	negativ	-	positiv	48300	Sesam	Ses-Cy5
div	11	12.08.16	positiv	-	negativ	-	positiv	-	Sesam-DNA	interne Methode: realtime PCR 45 Zyklen
div	23	08.09.16	positiv	--	negativ	--	positiv	--	Angabe als	I. Laube 2007
div	26	18.08.	positiv		negativ		positiv		Sesam-DNA	Sure Food Allergen , Congen / r-Biopharm

Meth. Abk.	Auswertenummer	Spezifität	Hinweise zur Methode (Extraktion und Bestimmung)	Sonstige Hinweise
		Target-Sequenz / -DNA	z.B. Extraktion / Enzyme / Clean-Up / Real Time PCR / Gelelektrophorese / Cyclen	
4L	25			
ASU	6			
ASU	20			
ASU	22		CTAB-Präzipitationsmethode entsprechend ASU § 64 L 18.00-22	NG ca. 5 mg/kg
MS	9	Sesam-DNA	Macherey Nagel Nucleo Spin Food mit Optimierungen: erhöhte Einw aage, Umpufferung (Waschschritt mit Lysis Buffer) RNase-Schritt, Chloroform-Schritt, 2xC-QW; RealTime PCR mit 45 Zyklen, Dekontaminations-schritt mit UNG; eigenes Thermoprofil	
MS	15a		CTAB Isolierung / Prot.K / QIAquick Purification Kit / RT- PCR / 45 Cyclen	Mittelwert aus Doppelbestimmung / Dotierungsprobe unverdünnt
MS	21		Kit SureFood PREP Advanced, Quantifast Mastermix QIAGEN, 45 Zyklen	
SFA-ID	15b		CTAB Isolierung / Prot.K / QIAquick Purification Kit / RT- PCR / 35 Cyclen	Mittelwert aus Doppelbestimmung / Dotierungsprobe unverdünnt
SFA-ID	18		DNA-Isolierung mit SureFood PREP Advanced, Congen/R-Biopharm	
SFA-ID	19			
div	3			
div	8		CTAB, Magnetic Beads, M&N-Säule	
div	11		CTAB / Protease K / Amylase / Chloroform + Promega Wizard/ Realtime PCR/ - / 45 Zyklen	
div	23	Sesamum indicum omega-6 fatty acid desaturase	CTAB	
div	26	unbekannt	CTAB Präzipitation, QIAGEN PCR Purification Kit, Real Time PCR	

## 5.2 Homogenität

### 5.2.1 Mischungshomogenität vor der Abfüllung

#### Microtracer Homogenitätstest

##### DLA 04-2016 Probe A

Gewicht Gesamtprobe	3,02	kg
Microtracer	FSS-rot lake	
Teilchengröße	75 – 300	µm
Gewicht pro Partikel	2,0	µg
Tracerzugabe	22,0	mg/kg

#### Analysenergebnisse:

Probe	Einwaage [g]	Partikel Anzahl	Partikel [mg/kg]
1	5,22	66	25,3
2	5,04	68	27,0
3	5,14	68	26,5
4	5,23	52	19,9
5	5,21	56	21,5
6	5,04	60	23,8
7	5,00	54	21,6
8	5,19	63	24,3
9	5,13	62	24,2
10	5,01	70	27,9

Poisson-Verteilung		
Probenanzahl	10	
Freiheitsgrad	9	
Mittelwert	61,9	Partikel
Standardabweichung	6,66	Partikel
$\chi^2$ (CHI-Quadrat)	6,45	
<b>Wahrscheinlichkeit</b>	<b>69</b>	%
Wiederfindungsrate	110	%

Normalverteilung		
Probenanzahl	10	
Mittelwert	24,2	mg/kg
Standardabweichung	2,60	mg/kg
rel. Standardabweichung	10,8	%
Horwitz Standardabweichung	9,9	%
<b>HorRat-Wert</b>	<b>1,1</b>	
Wiederfindungsrate	110	%

#### Microtracer Homogenitätstest

##### DLA 04-2016 Dotierungsmaterialprobe

Gewicht Gesamtprobe	1,40	kg
Microtracer	FSS-rot lake	
Teilchengröße	75 – 300	µm
Gewicht pro Partikel	2,0	µg
Tracerzugabe	29,2	mg/kg

#### Analysenergebnisse:

Probe	Einwaage [g]	Partikel Anzahl	Partikel [mg/kg]
1	5,04	78	31,0
2	5,27	82	31,1
3	4,96	68	27,4
4	5,09	71	27,9
5	5,07	75	29,6
6	5,31	84	31,6
7	5,25	79	30,1
8	5,03	71	28,2
9	5,16	67	26,0
10	4,99	73	29,3

Poisson-Verteilung		
Probenanzahl	10	
Freiheitsgrad	9	
Mittelwert	74,8	Partikel
Standardabweichung	4,66	Partikel
$\chi^2$ (CHI-Quadrat)	2,62	
<b>Wahrscheinlichkeit</b>	<b>98</b>	%
Wiederfindungsrate	100	%

Normalverteilung		
Probenanzahl	10	
Mittelwert	29,2	mg/kg
Standardabweichung	1,82	mg/kg
rel. Standardabweichung	6,2	%
Horwitz Standardabweichung	9,6	%
<b>HorRat-Wert</b>	<b>0,6</b>	
Wiederfindungsrate	100	%



## 6. Verzeichnis der Teilnehmer in alphabetischer Reihenfolge

Teilnehmer / Participant	Ort / Town	Land / Country
		GROSSBRITANNIEN
		SCHWEIZ
		Deutschland
		SCHWEIZ
		CANADA
		CANADA
		ITALIEN
		Deutschland
		Deutschland
		ZYPERN
		Deutschland
		ITALIEN
		GROSSBRITANNIEN
		Deutschland
		GROSSBRITANNIEN
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		ÖSTERREICH
		GROSSBRITANNIEN
		Deutschland
		Deutschland
		ÖSTERREICH
		GROSSBRITANNIEN
		CANADA
		Deutschland
		CANADA
		Deutschland

*[Die Adressdaten der Teilnehmer wurden für die allgemeine Veröffentlichung des Auswertebereichs nicht angegeben.]*

*[The address data of the participants were deleted for publication of the evaluation report.]*

## 7. Verzeichnis relevanter Literatur

1. DIN EN ISO/IEC 17025:2005; Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien / General requirements for the competence of testing and calibration laboratories
2. DIN EN ISO/IEC 17043:2010; Konformitätsbewertung - Allgemeine Anforderungen an Eignungsprüfungen / Conformity assessment - General requirements for proficiency testing
3. ISO 13528:2015 & DIN ISO 13528:2009; Statistische Verfahren für Eignungsprüfungen durch Ringversuche / Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons
4. ASU §64 LFGB: Planung und statistische Auswertung von Ringversuchen zur Methodvalidierung / DIN ISO 5725 series part 1, 2 and 6 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results
5. Verordnung / Regulation 882/2004/EU; Verordnung über über amtliche Kontrollen zur Überprüfung der Einhaltung des Lebensmittel- und Futtermittelrechts sowie der Bestimmungen über Tiergesundheit und Tierschutz / Regulation on official controls performed to ensure the verification of compliance with feed and food law, animal health and animal welfare rules
6. Evaluation of analytical methods used for regulation of food and drugs; W. Horwitz; Analytical Chemistry, 54, 67-76 (1982)
7. The International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Laboratories ; J.AOAC Int., 76(4), 926 - 940 (1993)
8. A Horwitz-like funktion describes precision in proficiency test; M. Thompson, P.J. Lowthian; Analyst, 120, 271-272 (1995)
9. Protocol for the design, conduct and interpretation of method performance studies; W. Horwitz; Pure & Applied Chemistry, 67, 331-343 (1995)
10. Recent trends in inter-laboratory precision at ppb and sub-ppb concentrations in relation to fitness for purpose criteria in proficiency testing; M. Thompson; Analyst, 125, 385-386 (2000)
11. The International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories; Pure Appl Chem, 78, 145 - 196 (2006)
12. AMC Kernel Density - Representing data distributions with kernel density estimates, amc technical brief, Editor M Thompson, Analytical Methods Committee, AMCTB No 4, Revised March 2006 and Excel Add-in Kernel.xla 1.0e by Royal Society of Chemistry
13. EURACHEM/CITAC Leitfaden, Ermittlung der Messunsicherheit bei analytischen Messungen (2003); Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement (1999)
14. GMP+ Feed Certification scheme, Module: Feed Safety Assurance, chapter 5.7 Checking procedure for the process accuracy of compound feed with micro tracers in GMP+ BA2 Control of residues, Version: 1st of January 2015 GMP+ International B.V.
15. MTSE SOP No. 010.01 (2014): Quantitative measurement of mixing uniformity and carry-over in powder mixtures with the rotary detector technique, MTSE Micro Tracers Services Europe GmbH
16. Codex Alimentarius Commission (2010) - Guidelines on performance criteria and validation of methods for detection, identification and quantification of specific DNA sequences and specific proteins in foods, CAC/GL 74-2010
17. DIN EN ISO 15633-1:2009; Nachweis von Lebensmittelallergenen mit immunologischen Verfahren - Teil 1: Allgemeine Betrachtungen / Foodstuffs - Detection of food allergens by immunological methods - Part 1: General considerations
18. DIN EN ISO 15634-1:2009; Nachweis von Lebensmittelallergenen mit molekularbiologischen Verfahren - Teil 1: Allgemeine Betrachtungen / Foodstuffs - Detection of food allergens by molecular biological methods - Part 1: General considerations
19. DIN EN ISO 15842:2010 Lebensmittel - Nachweis von Lebensmittelallergenen - Allgemeine Betrachtungen und Validierung von Verfahren / Foodstuffs - Detection of food allergens - General considerations and validation of

- methods
20. Ministry of Health and Welfare, JSM, Japan 2006
  21. Working Group Food Allergens, Abbott et al., Validation Procedures for Quantitative Food Allergen ELISA Methods: Community Guidance and Best Practices JAOAC Int. 93:442-50 (2010)
  22. Working Group on Prolamin Analysis and Toxicity (WGPAT): Méndez et al. Report of a collaborative trial to investigate the performance of the R5 enzyme linked immunoassay to determine gliadin in gluten-free food. Eur J Gastroenterol Hepatol. 17:1053-63 (2005)
  23. DLA Publikation: Performance of ELISA and PCR methods for the determination of allergens in food: an evaluation of six years of proficiency testing for soy (*Glycine max* L.) and wheat gluten (*Triticum aestivum* L.); Scharf et al.; J Agric Food Chem. 61(43):10261-72 (2013)
  24. EFSA (2014) Scientific Opinion on the evaluation of allergenic foods and food ingredients for labelling purposes<sup>1</sup>, EFSA Panel on Dietetic Products, Nutrition and Allergies (NDA), European Food Safety Authority (EFSA), Parma, Italy, EFSA Journal 2014;12(11):3894
  25. IRMM, Poms et al.; Inter-laboratory validation study of five different commercial ELISA test kits for determination of peanut residues in cookie and dark chocolate; European Commission, Joint Research Centre, Belgium; GE/R/FSQ/D08/05/2004
  26. Jayasena et al. (2015) Comparison of six commercial ELISA kits for their specificity and sensitivity in detecting different major peanut allergens. J Agric Food Chem. 2015 Feb 18;63(6):1849-55
  27. ASU §64 LFGB L 00.00-69 Bestimmung von Erdnuss-Kontaminationen in Lebensmitteln mittels ELISA im Mikrotiterplattensystem (2003)
  28. ASU §64 LFGB L 44.00-7 Bestimmung von Haselnuss-Kontaminationen in Schokolade und Schokoladenwaren mittels ELISA im Mikrotiterplattensystem (2006)
  29. ASU §64 LFGB L 18.00-19 Untersuchung von Lebensmitteln - Nachweis und Bestimmung von Sesam (*Sesamum indicum*) in Reis- und Weizenkeksen sowie in Soßenpulver mittels real-time PCR (2014)
  30. ASU §64 LFGB L 18.00-22 Untersuchung von Lebensmitteln - Simultaner Nachweis und Bestimmung von Lupine, Mandel, Paranuss und Sesam in Reis- und Weizenkeksen sowie Soßenpulver mittels real-time PCR (2014)
  31. ASU §64 LFGB L 08.00-59 Untersuchung von Lebensmitteln - Nachweis und Bestimmung von Senf (*Sinapis alba*) sowie Soja (*Glycine max*) in Brühwürsten mittels real-time PCR (2013)
  32. ASU §64 LFGB L 08.00-64 Untersuchung von Lebensmitteln - Nachweis und Bestimmung von schwarzem Senf (*Brassica nigra* L.) und braunem Senf (*Brassica juncea* L.) in Brühwurst mittels real-time PCR (2016)
  33. ASU §64 LFGB L 08.00-65 Untersuchung von Lebensmitteln - Simultaner Nachweis und Bestimmung von schwarzem Senf (*Brassica nigra* L.), braunem Senf (*Brassica juncea* L.), weißem Senf (*Sinapis alba*), Sellerie (*Apium graveolens*) und Soja (*Glycine max*) in Brühwurst mittels real-time PCR (2016)

**DLA 04/2016 - Allergene IV**

27 von 28 Teilnehmern haben Ergebnisse eingereicht. Die Auswertung erfolgte hinsichtlich der Parameter Sellerie, Senf und Sesam getrennt nach den Methoden ELISA und PCR. Die ELISA-Ergebnisse für Senf und Sesam wurden quantitativ ausgewertet. Für Sellerie lagen keine ELISA-Ergebnisse vor. Die PCR-Ergebnisse wurden qualitativ bewertet. Details zu den einzelnen Parametern inklusive separater Auswertung nach Testkit-Herstellern sind dem Auswertebereicht zu entnehmen.

12 Teilnehmer hatten ihren Sitz im Europäischen Ausland (Großbritannien, Italien, Österreich, Schweiz, Zypern) und vier Teilnehmer im außereuropäischen Ausland (Canada).