

**DLA**  
Dienstleistung  
Lebensmittel  
Analytik GbR

**Auswertungs-Bericht**  
Laborvergleichsuntersuchung

**DLA 24/2016**

**Aflatoxine und Ochratoxin A  
in Gewürzmischung**

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

proficiency-testing@dla-lvu.de  
www.dla-lvu.de

Koordinator der LVU:  
Dr. Gerhard Wichmann

## Inhalt / Content

1. Einleitung.....	3
2. Durchführung.....	3
2.1 Untersuchungsmaterial.....	3
2.1.1 Homogenität.....	3
2.2 Probenversand und Informationen zur Untersuchung.....	4
2.3 Ergebnisübermittlung.....	4
3. Auswertung.....	5
3.1 Konsenswert der Teilnehmer (zugewiesener Wert).....	5
3.2 Robuste Standardabweichung.....	5
3.3 Wiederholstandardabweichung.....	5
3.4 Vergleichsstandardabweichung.....	6
3.5 Ausschluss von Ergebnissen und Ausreißer.....	6
3.6 Zielstandardabweichung (für die Eignungsbeurteilung).....	6
3.6.1 Allgemeines Modell nach Horwitz.....	7
3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision.....	7
3.6.3 Werte aus Erkenntnissen .....	8
3.7 z-Score.....	8
3.8 z'-Score.....	8
3.8.1 Warn- und Eingriffssignale.....	9
3.9 Variationskoeffizient (VKR).....	9
3.10 Quotient $S^*/opt$ .....	9
3.11 Standardunsicherheit.....	10
4. Ergebnisse.....	11
4.1 Aflatoxin B1 in $\mu\text{g}/\text{kg}$ .....	12
4.2 Gesamt-Aflatoxin in $\mu\text{g}/\text{kg}$ .....	15
4.3 Ochratoxin A in $\mu\text{g}/\text{kg}$ .....	18
5. Dokumentation.....	21
5.1 Primärdaten.....	21
5.1.1 Aflatoxin B1, B2, G1, G2 und Gesamt-Aflatoxine.....	21
5.1.2 Ochratoxin A.....	24
5.2 Homogenität.....	25
5.2.1 Homogenitätsuntersuchung vor der LVU.....	25
5.2.2 Wiederholstandardabweichung der Doppelbestimmungen der Teilnehmer.....	26
5.2.3 Gegenüberstellung der aufsteigenden Probennummern und der betreffenden Einzel-Messwerte.....	26
5.3 Analytische Methoden.....	27
5.3.1 Aflatoxine.....	27
5.3.2 Ochratoxin A.....	28
6. Verzeichnis der teilnehmenden Institute.....	29
7. Verzeichnis relevanter Literatur.....	30

## 1. Einleitung

Die Teilnahme an Laborvergleichsuntersuchungen (LVU) ist ein unverzichtbarer Baustein 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 Instituten 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

Bei dem Untersuchungsmaterial mit natürlichem Aflatoxin- und Ochratoxin A-Gehalt handelt es sich um eine Gewürzmischung (Paprika, Muskatnuss, Tragant-Wurzelpulver, Reismehl). Der Mischung wurden zusätzlich Microtracer-Eisen-Partikel (FSS-rot lake) zur Homogenitäts-Überprüfung zugegeben.

Ca. 3000 g des Materials wurden gemischt, gesiebt, homogenisiert und anschließend in Portionen zu ca. 50 Gramm abgepackt. Die Portionen wurden chronologisch nummeriert.

#### 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 [13].

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 [13, 14]. Die Microtracer-Analyse der vorliegenden LVU-Probe hat eine Wahrscheinlichkeit von 52% ergeben. Die Partikel-Ergebnisse wurden zusätzlich in Konzentrationen umgerechnet, statistisch als Normalverteilung ausgewertet und mit der Standardabweichung nach Horwitz verglichen. Es wurde ein HorRat-Wert von 1,2 erhalten. Die Ergebnisse der Microtracer-Analyse sind in der Dokumentation angegeben.

Die Berechnung der Wiederholstandardabweichung der Teilnehmer für Aflatoxin B1, Gesamt-Aflatoxin und Ochratoxin A wurde ebenfalls als Homogenitätskriterium für diese LVU herangezogen. Sie ist vergleichbar

mit der Wiederholstandardabweichung der ASU §64 LFGB L 23.05-2 [17] bzw. ASU §64 LFGB L 30.00-2 [18]. Die Wiederholstandardabweichung der Teilnehmer ist in der Dokumentation und bei den Kennzahlen (4.1 bis 4.3) angegeben.

Desweiteren wurde die Homogenität anhand der **Trendlinien-Funktion der Ergebnisse für Aflatoxin B1 für die chronologisch abgefüllten Einzel-Proben** charakterisiert. Die maximalen Abweichungen der Trendlinie vom Mittelwert lagen im Bereich von 17% der Zielstandardabweichung  $\sigma_{pt}$  (s. 5.2 Homogenität) und kann daher als niedrig betrachtet werden.

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

## 2.2 Probenversand und Informationen zur Untersuchung

An jedes teilnehmende Institut wurden in der 20. Woche 2016 zwei Portionen Untersuchungsmaterial verschickt. Das Untersuchungsverfahren wurde freigestellt. Die Untersuchungen waren durchzuführen bis spätestens 1. Juli 2016.

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

Bei den zwei Proben handelt es sich um zwei gleiche Gewürzmischungen mit natürlichem Gehalt an Aflatoxinen und Ochratoxin A.

Die Ergebnisauswertung erfolgt quantitativ.

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 Institute übergebenen, Übermittlungstabellen (per eMail). Zur statistischen Auswertung kamen die abschließend für die nummerierten Proben angegebenen Gehalte der Analyten. Für die Berechnung der Wiederhol- und Vergleichsstandardabweichung wurden auch die Einzelwerte der Doppelbestimmungen herangezogen.

Abgefragt und dokumentiert wurden Einzelergebnisse von Aflatoxin B1, B2, G1, G2, Gesamt-Aflatoxin, Ochratoxin A und Angaben zur Wiederfindung, Angaben zur Bestimmungsgrenze, zum Datum der Analysedurchführung und Stichpunkte zur durchgeführten Methode.

Von den 11 Teilnehmern haben alle Teilnehmer ihre Ergebnisse fristgerecht abgegeben.

### 3. Auswertung

#### 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.

Die statistische Auswertung erfolgt für alle Parameter, für die mindestens 7 Werte vorliegen.

Die tatsächlichen Messergebnisse sind anzugeben. 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 nicht berücksichtigt [3].

#### 3.2 Robuste Standardabweichung

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

#### 3.3 Wiederholstandardabweichung

Die Wiederholstandardabweichung  $S_r$  basiert auf den laborinternen Standardabweichungen der (ausreißerfreien) Einzelergebnisse der Teilnehmer, die jeweils unter Wiederholbedingungen, d.h. Analysen an derselben Probe von demselben Bearbeiter mit demselben Gerät im gleichen Labor innerhalb kurzer Zeit, ermittelt wurden. Sie charakterisiert die mittlere Streuung der Ergebnisse innerhalb der Laboratorien [3] und wird von DLA als Hinweis für die Homogenität des Untersuchungsmaterials herangezogen.

Die Berechnung der Wiederholstandardabweichung  $S_r$  erfolgt nach: [3, 4].

### 3.4 Vergleichsstandabweichung

Die Vergleichsstandabweichung  $S_R$  stellt eine laborübergreifende Schätzung der Standardabweichung für die Bestimmung des jeweiligen Parameters anhand der (ausreißerfreien) Einzelergebnisse der Teilnehmer dar. Sie berücksichtigt sowohl die Wiederholstandardabweichung  $S_r$  als auch die Standardabweichung innerhalb den Laboratorien  $S_w$ . Vergleichsstandardabweichungen von LVUs können von Vergleichsstandardabweichungen von Ringversuchen (RV) abweichen, da die beteiligten Laboratorien bei LVUs i.d.R. unterschiedliche interne Bedingungen und Methoden zur Bestimmung der Messwerte benutzen.

In der vorliegenden Auswertung bezieht sich die Angabe der Vergleichsstandardabweichung daher nicht auf eine spezifische Messmethode, sondern charakterisiert annähernd die Vergleichbarkeit der Ergebnisse der Laboratorien untereinander, vorausgesetzt der Einfluss von Homogenität und Stabilität des Probenmaterials sind zu vernachlässigen.

Die Berechnung der Vergleichsstandabweichung  $S_R$  erfolgt nach: [3, 4].

### 3.5 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].

### 3.6 Zielstandardabweichung (für die Eignungsbeurteilung)

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

Sofern ein akzeptabler Quotient  $S^*/\sigma_{pt}$  vorliegt, wird für die Eignungsbeurteilung bevorzugt die Zielstandardabweichung des allgemeinen Modells nach Horwitz verwendet, da diese in der Regel für Auswertungen von Laborvergleichsuntersuchungen, bei denen von den Teilnehmern unterschiedliche Analysenmethoden eingesetzt werden, geeignet ist. Die

Zielstandardabweichung aus der Auswertung von Präzisionsdaten eines Versuchs leitet sich dagegen aus Ringversuchen mit vorgegebener Analysenmethode ab.

In Fällen, in denen beide o.g. Modelle ungeeignet sind, wird die Zielstandardabweichung anhand von Werten aus Erkenntnissen nach 3.6.3 ermittelt.

**Für die anschließende Auswertung für Aflatoxin B<sub>1</sub>, Gesamt-Aflatoxin und Ochratoxin A wurde die Zielstandardabweichung nach Horwitz/ Thompson [6, 8 - 10, 15, 16] verwendet. Für die Parameter Gesamt-Aflatoxin und Ochratoxin A lag ein erhöhter HorRat-Quotient (> 2,0) vor. Aus diesem Grunde wurden diese Parameter mit der Zielstandardabweichung  $\sigma_{pt}$  ausgewertet.**

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

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

### 3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision

Aus der Vergleichsstandardabweichung  $\sigma_R$  und der Wiederholstandardabweichung  $S_r$  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]:

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

Aus den Präzisionsdaten des Amtlichen Untersuchungsverfahrens ASU § 64 LFGB 23.05-2 bei vergleichbarem Aflatoxin-Gehalt/ Paprikapulver (13) wird eine relative Zielstandardabweichung von 15,5 % für Aflatoxin B<sub>1</sub> und aus ASU § 64 LFGB 30.00-5 bei hohem Ochratoxin A-Gehalt/ Sultaninen (14) wird eine relative Zielstandardabweichung von 13,7 % für Ochratoxin A erhalten. Diese Zielstandardabweichung wurde rein informativ in der Auswertung angegeben.

Weil für die vorliegende LVU die Verfahren freigestellt wurden, wurde die statistische Auswertung mit der Zielstandardabweichung nach Horwitz/Thompson ausgewertet [8, 10].

### 3.6.3 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].

**In der vorliegenden LVU wurde die Auswertung nach dem Model nach Horwitz/Thompson gewählt.**

### 3.7 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

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

### 3.8 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. 3.11). 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

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



### 3.8.1 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]. Gleichermäßen 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].

### 3.9 Variationskoeffizient ( $VK_R$ )

Der Variationskoeffizient ( $VK_R$ ) der Vergleichspräzision (= relative Vergleichsstandardabweichung) errechnet sich aus der Vergleichsstandardabweichung  $\sigma_R$  und dem Mittelwert [4, 13]:

$$VK_R = \frac{S_R * 100}{\bar{x}}$$

Im Gegensatz zur Standardabweichung als ein Maß für die absolute Variabilität gibt der  $V_K$  die relative Variabilität innerhalb eines Datenbereichs an. Während ein niedriger  $V_K$  von z.B.  $< 5-10\%$  als Beleg für einen homogenen Ergebnissatz gelten kann, deutet ein  $V_K$  von mehr als  $50\%$  auf eine „starke Inhomogenität der statistischen Masse“ hin, sodass die Eignung für bestimmte Anwendungszwecke wie die Beurteilung von Höchstwertüberschreitungen oder die Leistungsbeurteilung der teilnehmenden Laboratorien ggf. nicht mehr gegeben sein kann [3].

### 3.10 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].

### 3.11 Standardunsicherheit

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.

### 4. Ergebnisse

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

In der oberen Tabelle sind die Kenndaten aufgeführt:

<b>Kenndaten</b>
Anzahl der Messergebnisse
Anzahl der Ausreißer
Mittelwert
Median
Robuster Mittelwert ( $X_{pt}$ )
Robuste Standardabweichung ( $S^*$ )
Wiederholstandardabweichung ( $S_r$ )
Vergleichsstandardabweichung ( $S_R$ )
<b>Zielkenndaten:</b>
Zielstandardabweichung $\sigma_{pt}$ oder $\sigma_{pt}'$
Zielstandardabweichung zur Information
untere Grenze des Zielbereichs ( $X_{pt} - 2\sigma_{pt}$ ) oder ( $X_{pt} - 2\sigma_{pt}'$ )*
obere Grenze des Zielbereichs ( $X_{pt} + 2\sigma_{pt}$ ) oder ( $X_{pt} + 2\sigma_{pt}'$ )*
Variationskoeffizient ( $VK_R$ ) in %
Quotient $S^*/\sigma_{pt}$ oder $S^*/\sigma_{pt}'$
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$
Quotient $U(X_{pt})/\sigma_{pt}$ oder $U(X_{pt})/\sigma_{pt}'$
<b>Ergebnisse im Zielbereich</b>
<b>Prozent im Zielbereich</b>

\* Der Zielbereich wurde mit z-Score oder z'-Score berechnet

In der unteren Tabelle sind die Einzelergebnisse der teilnehmenden Labore aufgeführt:

Auswertenummer	Parameter [Einheit/ Unit]	Abweichung	Z-Score $\sigma_{pt}$	z-Score (Info)	Hinweis
Evaluation number		Deviation			Remark

**4.1 Aflatoxin B1 in µg/kg****Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

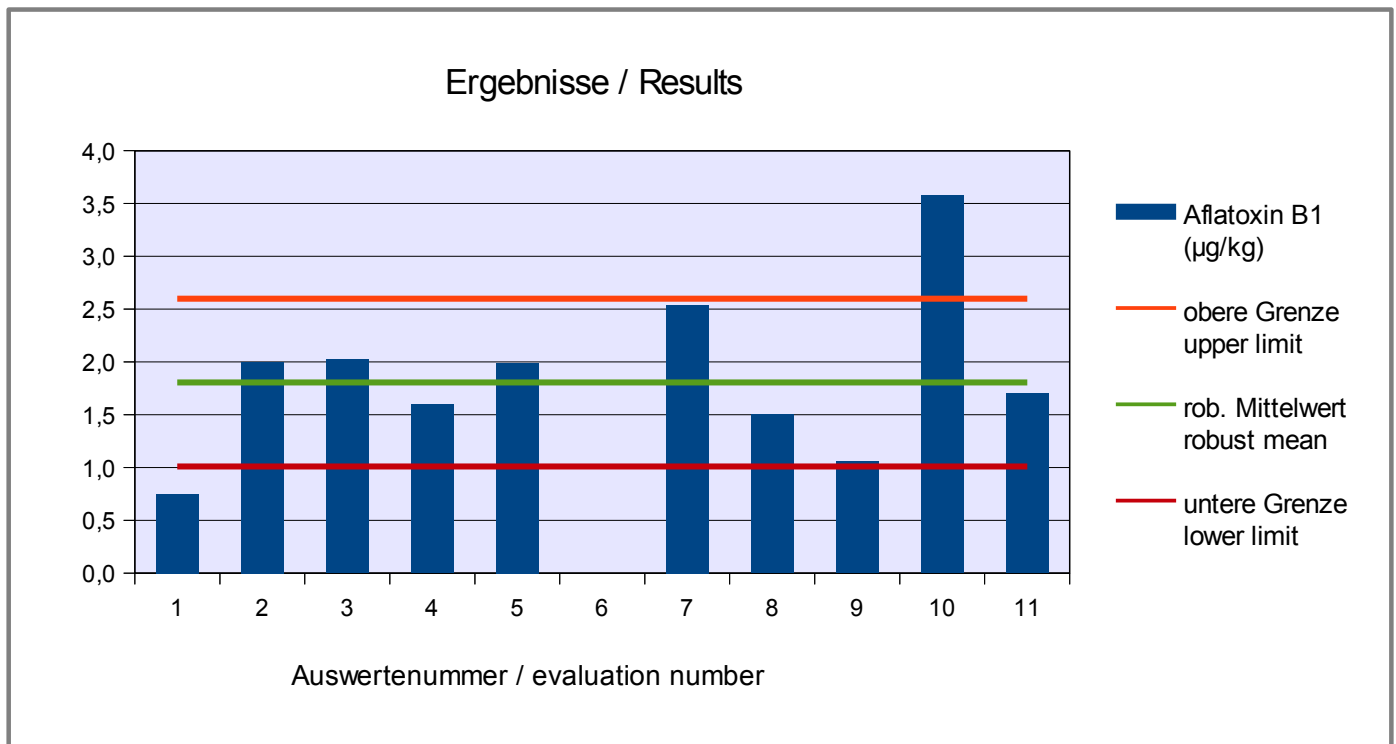
<b>Kenndaten</b>	
Anzahl der Messergebnisse	10
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	1,87
Median	1,85
Robuster Mittelwert ( $X_{pt}$ )	1,80
Robuste Standardabweichung ( $S^*$ )	0,723
Wiederholstandardabweichung ( $S_r$ )	0,385
Vergleichsstandardabweichung ( $S_R$ )	1,165
<b>Zielkenndaten:</b>	
Zielstandardabweichung Horwitz/ Thompson ( $\sigma_{pt}$ )	0,397
Zielstandardabweichung nach ASU (zur Information)	0,279
Untere Grenze des Zielbereichs	1,01
Obere Grenze des Zielbereichs	2,60
Variationskoeffizient ( $VK_R$ ) in %	64,5
Quotient $S^*/\sigma_{pt}$	1,8
Standardunsicherheit $u(X_{pt})$	0,29
Quotient $u(X_{pt})/\sigma_{pt}$	0,72
Ergebnisse im Zielbereich	8
Prozent im Zielbereich	80

**Anmerkungen zu den Kenndaten:**

Die Zielstandardabweichung wurde nach Horwitz/ Thompson als  $\sigma_{pt}$  berechnet.

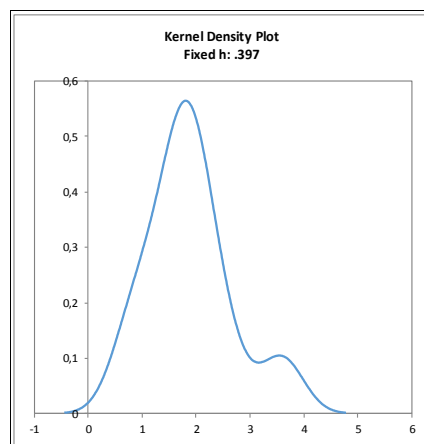
Die mittlere Streuung der Ergebnisse innerhalb der Laboratorien (Wiederholstandardabweichung) liegt im Bereich von etablierten Werten. Die robuste Standardabweichung und der Vergleichs-Variationskoeffizient ist als relativ hoch zu beurteilen. Der Ursache hierfür liegt insbesondere in den sich deutlich unterscheidenden Methoden (HPLC, ELISA), die von den Teilnehmern eingesetzt wurden.

Der Quotient  $S^*/\sigma_{pt}$  liegt unter 2,0. Der Quotient  $U(X_{pt})/\sigma_{pt}$  liegt mit 0,72 über 0,3, ist aber aufgrund der unterschiedlichen Methoden zu akzeptieren. Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.



**Abb. 1:** Ergebnisse Aflatoxin B1

**Fig. 1:** Results Aflatoxin B1



**Abb. 2:** Kern Dichte Plot der Ergebnisse Aflatoxin B1 mit  $h =$  Zielstandardabweichung ( $0,397 \mu\text{g/kg}$ )

**Fig. 2:** Kernel density plot of the Aflatoxin B1 results with  $h =$  target standard deviation ( $0,397 \mu\text{g/kg}$ )

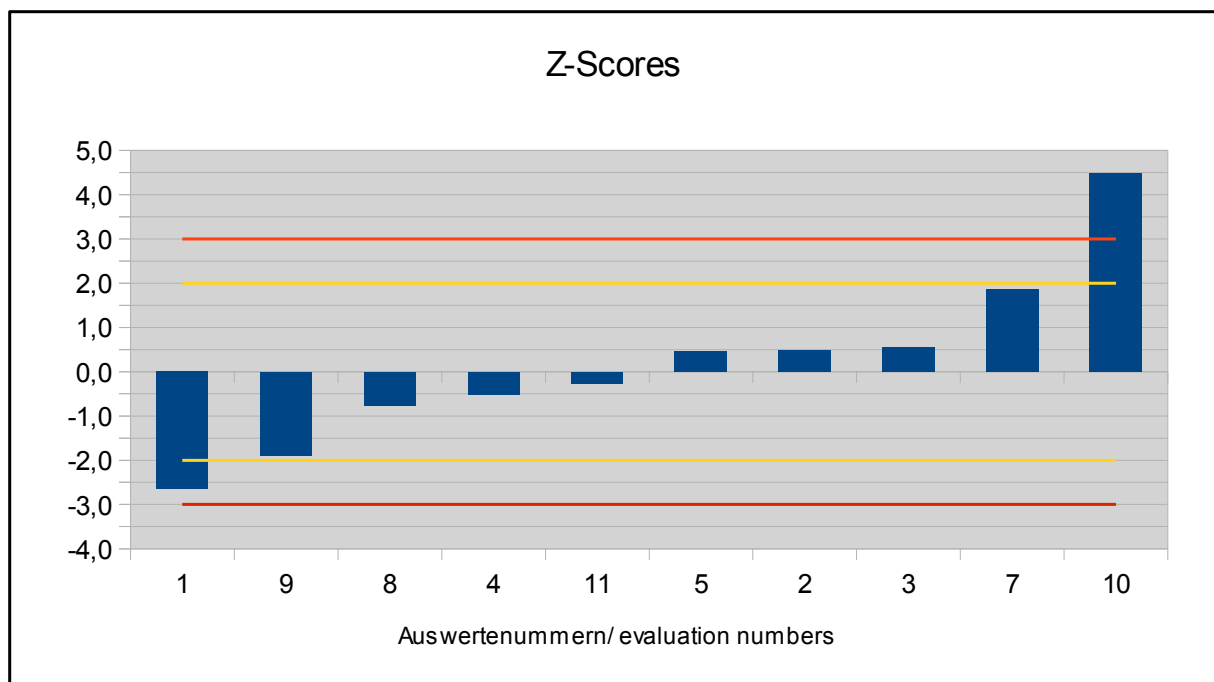
Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt eine Normalverteilung der Ergebnisse.

Der Neben-Peak bei  $3,5 \mu\text{g/kg}$  kennzeichnet das deutlich erhöhte Ergebnis vom Teilnehmer Nr. 10.

**Ergebnisse der teilnehmenden Institute:  
Results of Participants:**

Auswertenummer Evaluation number	Aflatoxin B1 (µg/kg)	Abweichung [µg/kg] Deviation [µg/kg]	Z-Score $\sigma_{pt}$	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	0,75	-1,05	-2,7	-3,8	
2	2,00	0,196	0,5	0,7	
3	2,02	0,216	0,5	0,8	
4	1,60	-0,204	-0,5	-0,7	
5	1,99	0,187	0,5	0,7	
6					
7	2,54	0,736	1,9	2,6	
8	1,50	-0,304	-0,8	-1,1	
9	1,06	-0,749	-1,9	-2,7	
10	3,58	1,78	4,5	6,4	
11	1,70	-0,104	-0,3	-0,4	



**Abb. 3:** Z-Scores Aflatoxin B1

**Fig. 3:** Z-Scores Aflatoxin B1

## 4.2 Gesamt-Aflatoxin in µg/kg

### Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

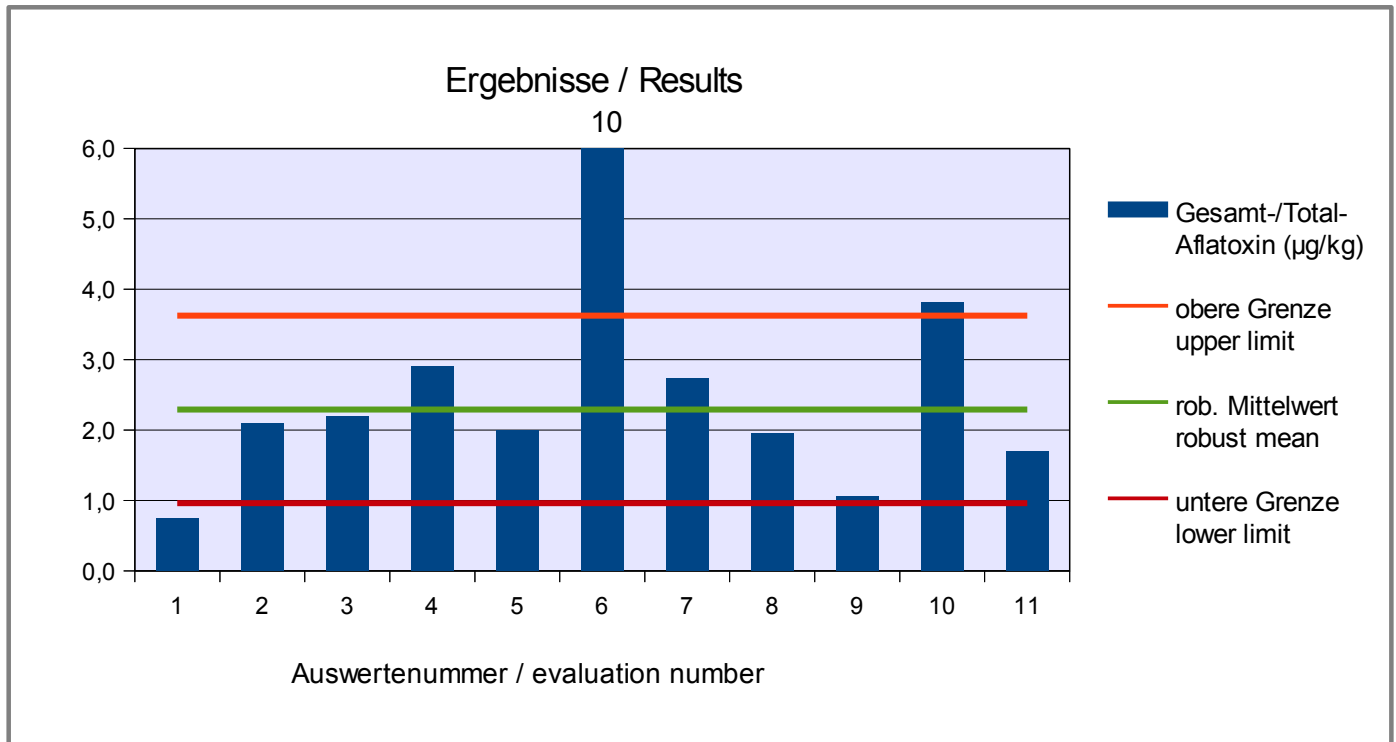
<b>Kenndaten</b>	
Anzahl der Messergebnisse	11
Anzahl der Ausreißer	1
Mittelwert	2,84
Median	2,10
Robuster Mittelwert ( $X_{pt}$ )	2,29
Robuste Standardabweichung ( $S^*$ )	1,15
Wiederholstandardabweichung ( $S_r$ )	0,433
Vergleichsstandardabweichung ( $S_R$ )	1,23
<b>Zielkenndaten:</b>	
Zielstandardabweichung Horwitz/Thompson ( $\sigma_{pt}'$ )	0,666
Zielstandardabweichung nach ASU (zur Information)	0,612
Untere Grenze des Zielbereichs	0,960
Obere Grenze des Zielbereichs	3,63
Variationskoeffizient ( $VK_R$ ) in %	53,7
Quotient $S^*/\sigma_{pt}'$	1,7
Standardunsicherheit $u(X_{pt})$	0,44
Quotient $u(X_{pt})/\sigma_{pt}'$	0,65
Ergebnisse im Zielbereich	8
Prozent im Zielbereich	73

#### Anmerkungen zu den Kenndaten:

Die Zielstandardabweichung wurde nach Horwitz/ Thompson als  $\sigma_{pt}'$  berechnet.

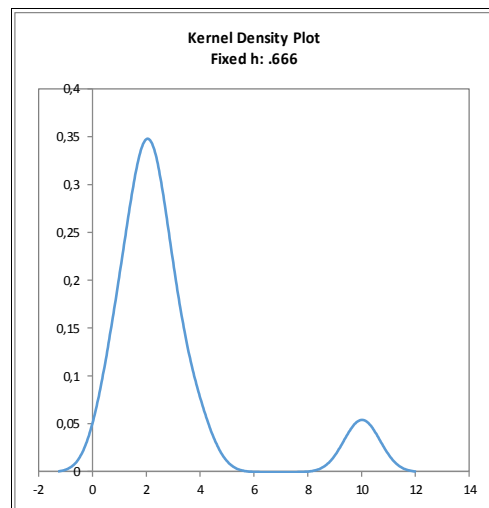
Die mittlere Streuung der Ergebnisse innerhalb der Laboratorien (Wiederholstandardabweichung) liegt im Bereich von etablierten Werten. Die robuste Standardabweichung und der Vergleichs-Variationskoeffizient ist als relativ hoch zu beurteilen. Der Ursache hierfür liegt insbesondere in den sich deutlich unterscheidenden Methoden (HPLC, ELISA), die von den Teilnehmern eingesetzt wurden.

Der Quotient  $S^*/\sigma_{pt}'$  liegt unter 2,0. Der Quotient  $U(X_{pt})/\sigma_{pt}'$  liegt mit 0,65 über 0,3, ist aber aufgrund der unterschiedlichen Methoden zu akzeptieren. Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.



**Abb. 4:** Ergebnisse Gesamt-Aflatoxine

**Fig. 4:** Results Total-Aflatoxins



**Abb. 5:** Kern Dichte Plot der Ergebnisse Gesamt-Aflatoxine mit  $h =$  Zielstandardabweichung (0,666 µg/kg)

**Fig. 5:** Kernel density plot of total aflatoxins results with  $h =$  target standard deviation (0,666 µg/kg)

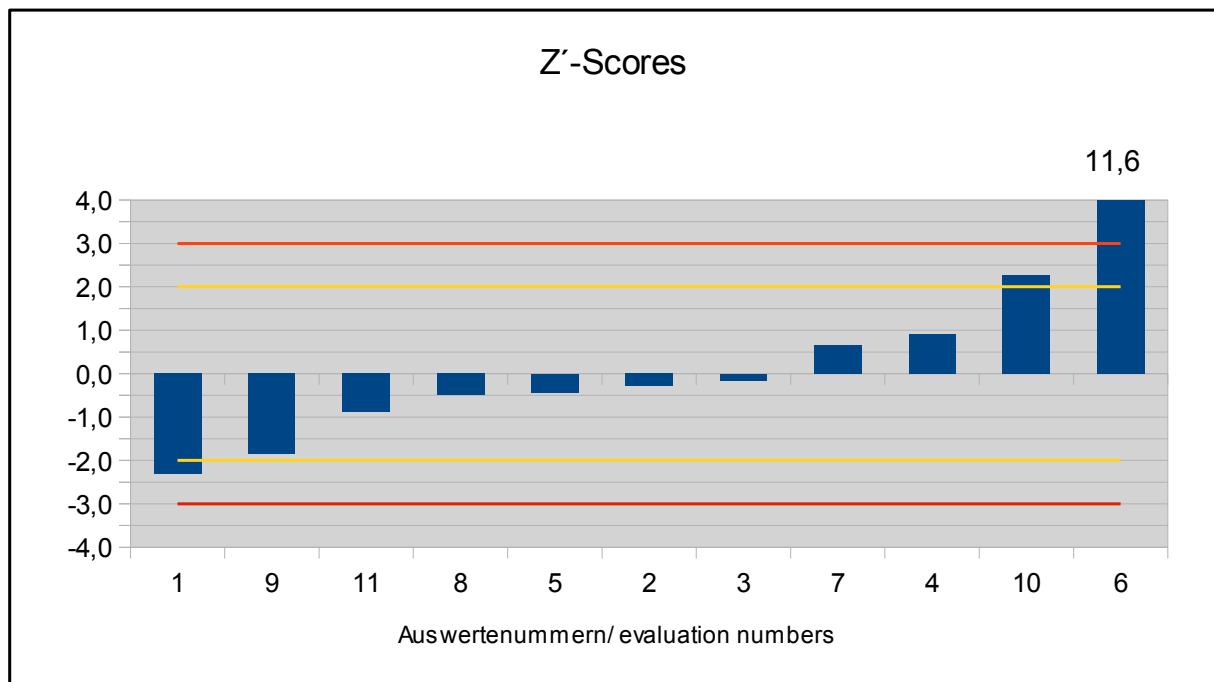
Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt eine Normalverteilung der Ergebnisse. Der Neben-Peak bei 10 µg/kg kennzeichnet den Ausreißer (Nr. 6).



**Ergebnisse der teilnehmenden Institute:  
Results of Participants:**

Auswertenummer Evaluation number	Gesamt-/Total-Aflatoxin (µg/kg)	Abweichung [µg/kg] Deviation [µg/kg]	Z'-Score $\sigma_{pt}$	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	0,75	-1,54	-2,3	-2,5	
2	2,10	-0,193	-0,3	-0,3	
3	2,19	-0,103	-0,2	-0,2	
4	2,90	0,607	0,9	1,0	
5	2,00	-0,292	-0,4	-0,5	
6	10,0	7,71	11,6	12,6	Ausreisser / Outlier
7	2,73	0,437	0,7	0,7	
8	1,96	-0,333	-0,5	-0,5	
9	1,06	-1,24	-1,9	-2,0	
10	3,81	1,52	2,3	2,5	
11	1,70	-0,593	-0,9	-1,0	



**Abb. 6:** Z'-Scores Gesamt-Aflatoxine

**Fig. 6:** Z'-Scores total aflatoxins

### 4.3 Ochratoxin A in µg/kg

#### Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

<b>Kenndaten</b>	
Anzahl der Messergebnisse	9
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	42,1
Median	47,2
Robuster Mittelwert ( $X_{pt}$ )	42,1
Robuste Standardabweichung ( $S^*$ )	27,9
Wiederholstandardabweichung ( $S_r$ )	4,78
Vergleichsstandardabweichung ( $S_R$ )	23,3
<b>Zielkenndaten:</b>	
Zielstandardabweichung Horwitz/ Thompson ( $\sigma_{pt}'$ )	14,8
Zielstandardabweichung nach ASU (zur Information)	5,78
Untere Grenze des Zielbereichs	12,4
Obere Grenze des Zielbereichs	71,8
Variationskoeffizient ( $VK_R$ ) in %	55,3
Quotient $S^*/\sigma_{pt}'$	1,9
Standardunsicherheit $u(X_{pt})$	11,6
Quotient $u(X_{pt})/\sigma_{pt}'$	0,78
Ergebnisse im Zielbereich	6
Prozent im Zielbereich	67

Die Zielstandardabweichung wurde nach Horwitz/ Thompson als  $\sigma_{pt}'$  berechnet.

Die mittlere Streuung der Ergebnisse innerhalb der Laboratorien (Wiederholstandardabweichung) liegt im Bereich von etablierten Werten. Die robuste Standardabweichung und der Vergleichs-Variationskoeffizient ist als relativ hoch zu beurteilen. Der Ursache hierfür liegt insbesondere in den sich deutlich unterscheidenden Methoden (HPLC, ELISA), die von den Teilnehmern eingesetzt wurden.

Der Quotient  $S^*/\sigma_{pt}'$  liegt unter 2,0. Der Quotient  $u(X_{pt})/\sigma_{pt}'$  liegt mit 0,78 über 0,3, ist aber aufgrund der unterschiedlichen Methoden zu akzeptieren. Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

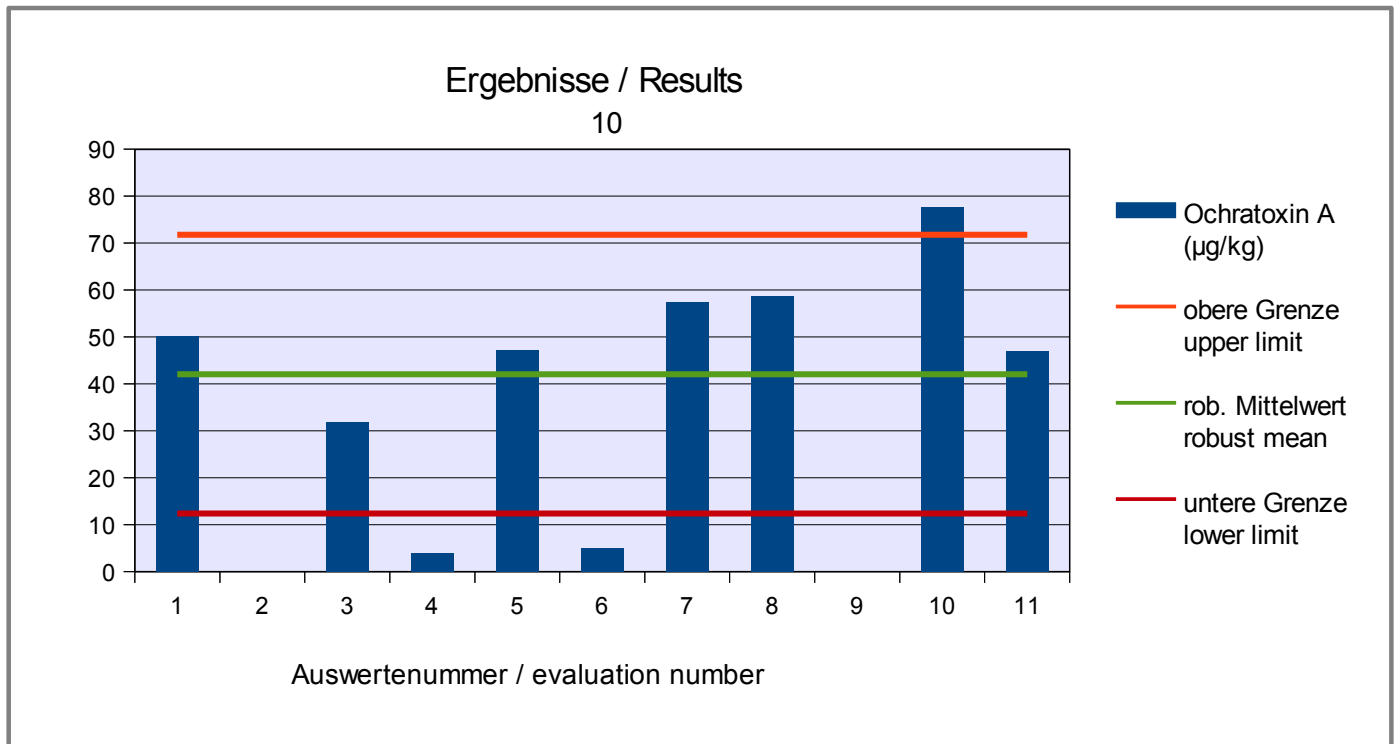


Abb. 7: Ergebnisse Ochratoxin A

Fig. 7: Results Ochratoxin A

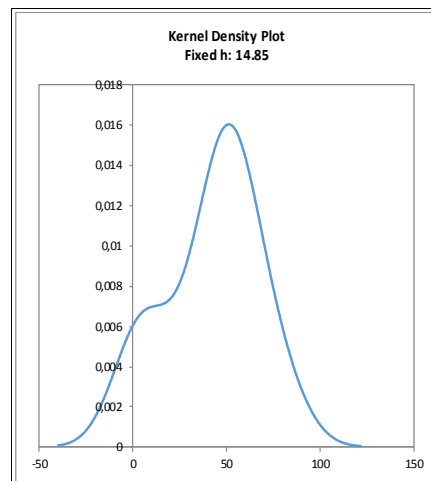


Abb. 8: Kern Dichte Plot der Ergebnisse Ochratoxin A mit  $h =$  Zielstandardabweichung (14,85 µg/kg)

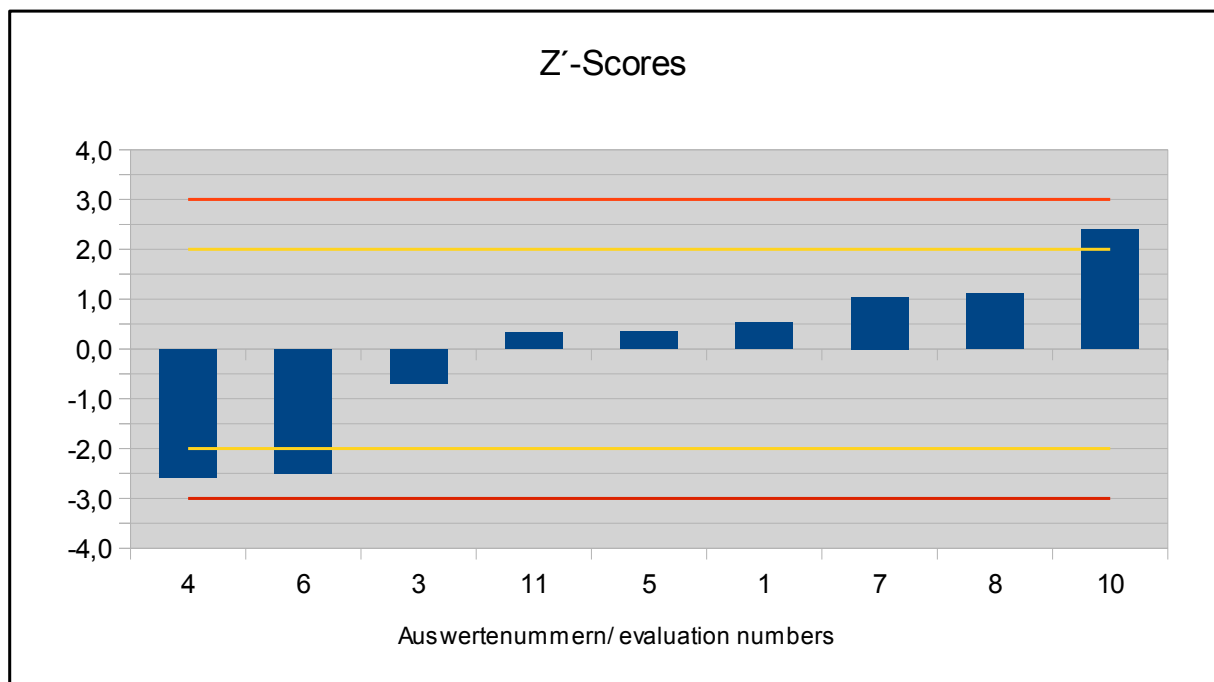
Fig. 8: Kernel density plot of the Ochratoxin A results with  $h =$  target standard deviation (14,85 µg/kg)

Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt eine Normalverteilung der Ergebnisse. Die Schulter bei 4 µg/kg hat ihre Ursache in den relativ niedrigen Ergebnissen von den Teilnehmern 4 und 6.

**Ergebnisse der teilnehmenden Institute:  
Results of Participants:**

Auswertenummer Evaluation number	Ochratoxin A (µg/kg)	Abweichung [µg/kg] Deviation [µg/kg]	Z'-Score $\sigma_{pt}$	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	50,1	8,02	0,5	1,4	
2					
3	31,8	-10,3	-0,7	-1,8	
4	3,90	-38,2	-2,6	-6,6	
5	47,2	5,17	0,3	0,9	
6	5,00	-37,1	-2,5	-6,4	
7	57,5	15,4	1,0	2,7	
8	58,6	16,5	1,1	2,9	
9					
10	77,6	35,5	2,4	6,1	
11	47,0	4,92	0,3	0,9	



**Abb. 9:** Z'-Scores Ochratoxin A  
**Fig. 9:** Z'-Scores Ochratoxin A

## 5. Dokumentation

### 5.1 Primärdaten

#### 5.1.1 Aflatoxin B1, B2, G1, G2 und Gesamt-Aflatoxine

Aflatoxin B1 mit spezifischen Angaben zur Aflatoxin-Analytik:

Teilnehmer/ participant	Ergebnis/ result	DLA-Nr Probe A/ sample A	DLA-Nr Probe B/ sample B	Datum der Analyse/ date of the analysis	Ergebnis/ result A	Ergebnis/ result B	Angabe inkl. Wiederfindung/ Assignment incl. recovery	Wiederfindung mit gleicher Matrix/ recovery with same matrix
	µg/kg			Tag/Monat	µg/kg	µg/kg	ja / nein	ja / nein
1	0,75	26	50	02/06	0,7	0,75	Ja	Ja
2	2,00	37	44	28/06	1,8	2,2	keine Vergleichsdaten für Gewürzmischung	nein
3	2,02	17	29	14/06	1,89	2,15	nein	nein
4	1,6	18	51	22/06	1,61	1,67	nein	Ja
5	1,991	15	52	21/06	1,854	1,874	ja	ja
6		30	57					
7	2,54	54	35	30/05	2,72	2,35	ja	ja
8	1,5	16	48	20/06				
9	1,055	Nr. 13	Nr. 27	06/06	0,96	1,15	ja	ja
10	3,58	1	5	25/05-14/06	4,05	3,11	ja	ja
11	1,7	28	53	25/04	1,8	1,6	Ja	Ja

Angaben zur Summe Aflatoxine B1, B2, G1 und G2:

Teilnehmer/ participant	Endergebnis/ Result	Ergebnis A/ result A	Ergebnis B/ result B
	µg/kg	µg/kg	µg/kg
1	0,75	0,7	0,75
2	2,10	1,90	2,30
3	2,19	2,03	2,35
4	2,9	2,9	2,9
5	2,001	1,992	2,001
6	10	10	10
7	2,73	2,93	2,54
8	1,96		
9	1,055		
10	3,81	4,32	3,3
11	1,7	1,8	1,6

Angaben zu Aflatoxin B2:

Teilnehmer/ participant	Ergebnis A/ result A	Ergebnis B/ result B
	µg/kg	µg/kg
1	< 0,1	< 0,1
2	-	-
3	0,14	0,2
4	0,15	0,14
5	0,138	0,127
6		
7	0,209	0,185
8		
9		
10	0,27	0,19
11	<0,5	<0,5

Angaben zu Aflatoxin G1:

Teilnehmer/ participant	Ergebnis A/ result A	Ergebnis B/ result B
	µg/kg	µg/kg
1	< 0,1	< 0,1
2	-	-
3	n.n.	n.n.
4	1,15	1,07
5	<0.1	<0.1
6		
7	<0,2	<0,2
8		
9		
10	<0,3	<0,3
11	<0,5	<0,5

Angaben zu Aflatoxin G2:

Teilnehmer/ paticipant	Ergebnis A/ result A	Ergebnis B/ result B
	µg/kg	µg/kg
1	< 0,1	< 0,1
2	0,1	0,1
3	n.n.	n.n.
4	<1	<1
5	<0.1	<0.1
6		
7	<0,2	<0,2
8		
9		
10	<0,25	<0,25
11	<0,5	<0,5

Weitere Angaben zu Aflatoxin B1, B2, G1, G2 und Summe Aflatoxine:

Teilnehmer/ participant	Bestimmungsgrenze/ limit of quantification					Wiederfindungsrate/ recovery				
	Aflat.B1	Ges/total Aflat.	Aflat.B2	Aflat. G1	Aflat. G2	Aflat.B1	Ges/total Aflat.	Aflat. B2	Aflat.G1	Aflat.G2
	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	in %	in %	in %	in %	in %
1	0,1	0,4	0,1	0,1	0,1	117		100,3	99,4	45
2						85 % bei Erdnuß	85 % bei Erdnuß	85 % bei Erdnuß	85 % bei Erdnuß	85 % bei Erdnuß
3						/	/	/	/	/
4	1	1	1	1	1	96,5		55,7	70,7	34,6
5	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	85		85	80	70
6		0,05					90			
7	1	0,8	0,2	0,2	0,2	104,04		107,8	89,1	93,5
8										
9	0,2					Probe A: 110 Probe B: 84				
10	0,25	-	0,15	0,3	0,25	70,3	85,8	84,3	97,3	91,2

## 5.1.2 Ochratoxin A

Teilnehmer/ participant	Ergebnis/ result	DLA-Nr Probe A/ sample A	DLA-Nr Probe B/ sample B	Datum der Analyse/ date of analysis	Ergebnis A/ result A	Ergebnis B/ result B	Bestimmungs- grenze/ limit of quantificat- ion	Angabe inkl. Wieder- findung/ Assignment incl. recovery	Wiederfin- dungsrate/ recovery
	µg/kg			Tag/Monat	µg/kg	µg/kg	µg/kg	ja / nein	in %
1	50,1	26	50	08/06	51,4	48,8	1	Ja	94,2
2		37	44						
3	31,75	17	29	16/06	33,96	29,53		nein	/
4	3,9	18	51	22/06	3,9	3,8	1	nein	93,9
5	47,2	15	52	15/06	47,48	47,01	1	ja	99
6	5	30	57	13/06	5	5	0,05	ja	90
7	57,5	54	35	23/05	61,6	53,38	2,5	ja	71,3
8	58,6	16	48	20/06					
9	nicht bestimmt	13	27						
10	77,6	1	5	25/05-14/06	73	82,2	1	ja	44,3
11	47	28	53	23/04	48	46	0,5	nein	88



## 5.2 Homogenität

### 5.2.1 Homogenitätsuntersuchung vor der LVU

Die **Mischungshomogenität vor der Abfüllung** wurde in 10-fach Bestimmung mittels **Microtracer-Analyse** untersucht.

<b>Microtracer Homogenitätstest</b>			
Gewicht Gesamtprobe	3,042 kg		
Microtracer	FSS-rot lake		
Teilchengröße	75-300	µm	
Gewicht pro Partikel	2,0	µg	
Tracerzugabe	23,2	mg/kg	
<b>Analyseergebnisse:</b>			
Probe	Einwaage [g]	Partikel Anzahl	Partikel [mg/kg]
1	9,2	45	9,8
2	10	53	10,6
3	10,02	43	8,6
4	10,08	38	7,5
5	9,8	35	7,1
6	9,47	50	10,6
7	10,85	52	9,6
8	10,67	50	9,4
9	10,32	38	7,4
10	9,99	44	8,8

<b>Poisson-Verteilung</b>			<b>Normalverteilung</b>		
Probenanzahl	10		Probenanzahl	10	
Freiheitsgrad	9		Mittelwert	8,93	mg/kg
Mittelwert	44,7	Partikel	Standardabweichung	1,27	mg/kg
Standardabweichung	6,35	Partikel	rel. Standardabweichung	14,2	%
$\chi^2$ (CHI-Quadrat)	8,12		Horwitz Standardabweichung	11,5	%
<b>Wahrscheinlichkeit</b>	<b>52</b>	%	<b>HorRat-Wert</b>	<b>1,2</b>	
Wiederfindungsrate	39	%	Wiederfindungsrate	39	%

5.2.2 Wiederholstandardabweichung der Doppelbestimmungen der Teilnehmer

Die Wiederholstandardabweichung wurde aus den Daten wie unter 5.1 dokumentiert berechnet, siehe auch unter Kenndaten 4.1 bis 4.3. Sie beträgt 0,385 g/100g = 21,3 % von X (Aflatoxin B1), sie beträgt 0,433 g/100g = 18,9 % von X (Gesamt Aflatoxine) und sie beträgt 4,78 g/100g = 11,4 % von X (Ochratoxin A).

In der ASU L23.05-2 wurden für Paprikapulver und in der ASU L30.00-5 für Sultaninen relative Wiederholstandardabweichungen in vergleichbarer Größenordnung bestimmt [17, 18].

5.2.3 Gegenüberstellung der aufsteigenden Probennummern und der betreffenden Einzel-Messwerte

Aus der Gegenüberstellung der aufsteigenden Probennummern und den Messergebnissen lässt sich die Homogenität des chronologisch abgefüllten LVU-Materials anhand der Trendlinien-Funktion charakterisieren:

Aflatoxin B1 (µg/kg)			
Ziel-Std-Abw. ( $\sigma_{pt}$ )	0,397 µg/kg		
Probennummern	Nr. 5 bis Nr. 54 (ohne Nr. 1)*		
Anzahl der Proben	17		
Steigung:	0,0080 µg/kg		
Schnittp. Y-Achse	1,703 µg/kg		
Trendlinienbereich bis:	1,839 µg/kg		
Abweichung Trendlinie:	1,771 ± 0,068 µg/kg		
Anteil von $\sigma_{pt}$	17,13 %		

\* Probe Nr. 1 = Ausreißer

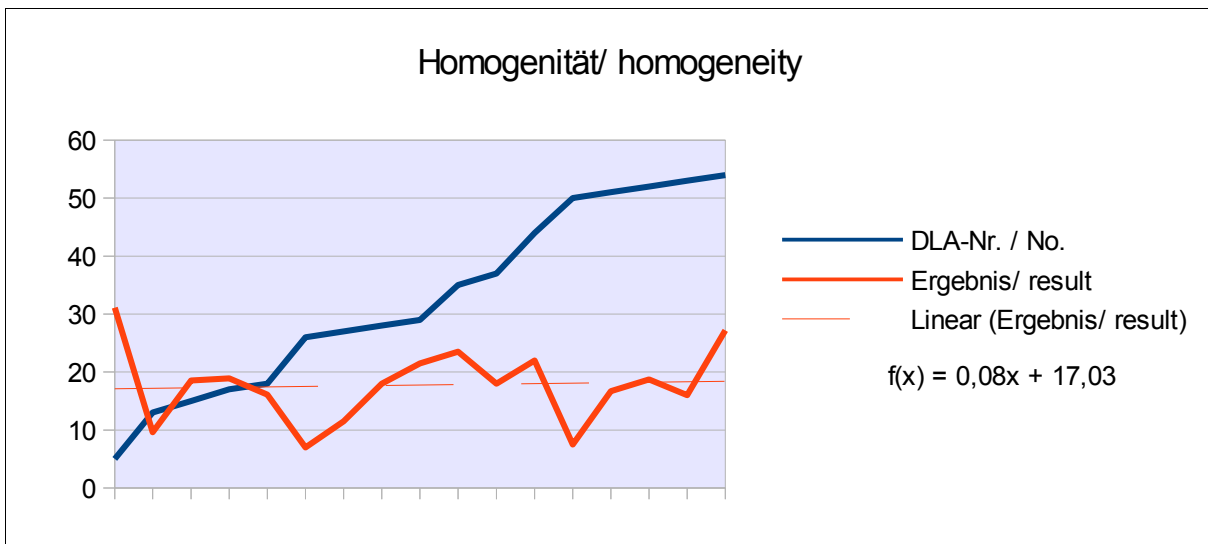


Abb. 10: Trendfunktion Probennummern/ Aflatoxin B1-Ergebnisse (\*10)

Fig. 10: Trend line function sample number/ results Aflatoxin B1 (\*10)

**5.3 Analytische Methoden***Angaben der Teilnehmer*

## 5.3.1 Aflatoxine

Teilnehmer/ participant	Methode/ method	akkreditiert/ accedited	Sonstige Hinweise/ further remarks
		ja / nein	
1	PV 2.019/004	Ja	---
2	Bestimmung HPLC mit Immunoaffinitätssäulen	nein	Routineanalyse nur für Erdnüsse
3	IAC-HPLC mit Coring-Zelle	nein	
4		Ja	ja
5	Extraktion nach SLMB 1374: 50.0 g Probe + 5 g NaCl, Extraktion mit 300 ml MeOH/Wasser (80+20 v/v). 3 min mischen (Polytron®). Extrakt filtrieren. 5 ml Probenextrakt in 100 ml Messzylinder und mit 60 ml TWEEN-20 10% Lösung verdünnen. Folgt IAC-Reinigung der gesamten 25 ml (Fluss ca. 1-2 Tropfen/s). Elution der Toxine erfolgt in Methanol in einen 5.0 ml Messkolben. Das gesammelte Methanoleluat wird mit dest. Wasser auf 5.0 ml ergänzt und die Lösung filtriert (0.2 µm) ins HPLC-Vial. Die quantitative Bestimmung erfolgt mit Reversed-Phase HPLC unter Fluoreszenzdetektion (Ex 362 nm, Em 440 nm) nach elektrochemische Nachsäulenderivatisierung (KOBRA-Zelle).	ja	
6			
7	DIN EN 17375:2006	ja	
8	Ridasreen R4701	ja	
9	§64 LFGB L15.00/2	nein	verwendeter Detektor: MS/MS anstatt FLD
10	EP 2.8.18/OR-LCF-017-AT	ja	-
11	HPLC-FLD	Ja	

## 5.3.2 Ochratoxin A

Teilnehmer/ participant	Methode/ method	akkreditiert/ accredited	Sonstige Hinweise/ further remark
		ja / nein	
1	PV 2.019/001	Ja	---
2			
3	IAC-HPLC	nein	
4		nein	nein
5	Extraktion nach SLMB 1387: 25.0 g Probe mit 200 ml Extraktionslösung (MeOH/3%Natriumhydrogencarbonat-lösung 50+50 v/v) versetzen. Mischung 3 min mit Polytronmixer extrahieren und über Glasfaserfilter filtrieren (alternativ zentrifugieren). 10 ml Filtrat mit CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> gewaschen. Dann 5 ml wässrige Phase in 100 ml Messzylinder überführen und mit PBS-Pufferlösung auf 100 ml verdünnen. Folgt IAC (Fluss ca. 1 Tropfen/s). Dann Elution mit Methanol, trocknen am Rotavapor. Rückstand in 0.500 ml mobiler Phase lösen. Die quantitative Bestimmung erfolgt mit Reversed-Phase HPLC unter Fluoreszenzdetektion (Ex 330 nm, Em 470 nm)	ja	
6	ELISA der Fa r-biopharm	ja	
7	DIN EN 14132:2009, modifiziert	ja	
8	Ridascreen R1311	ja	
9			
10	EP 2.8.22/OR-LCF-085-AT	ja	-
11	HPLC-FLD	Ja	

## 6. Verzeichnis der teilnehmenden Institute in alphabetischer Reihenfolge

Teilnehmer/ Participant	Ort/ Town	Land/ Country
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		SCHWEIZ
		Deutschland
		Deutschland
		SÜDAFRIKA
		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) GMP+ Feed Certification scheme, Module: Feed Safety Assurance, chapter 5.7 Checking procedure for the process accuracy of compound feed with microtracers in GMP+ BA2 Control of residues, Version: 1st of January 2015 GMP+ International B.V.

- 14.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
- 15.EG-VO 401-2006 zur Festlegung der Probenahmeverfahren und Analysemethoden für die amtliche Kontrolle des Mykotoxingehalts von Lebensmitteln/ Commission Regulation (EC) No 401/2006 of 23 February 2006 laying down the methods of sampling and analysis for the official control of the levels of mycotoxins in foodstuffs (Text with EEA relevance)
- 16.EU-VO 519/2014 zur Änderung der Verordnung (EG) Nr. 401/2006 hinsichtlich der Probenahmeverfahren für große Partien, Gewürze und Nahrungsergänzungsmittel, der Leistungskriterien für die Bestimmung von T-2-Toxin, HT-2-Toxin und Citrinin sowie der Screening-Methoden für die Analyse (v. 16. Mai 2014)/ Commission Regulation (EU) No 519/2014 of 16 May 2014 amending Regulation (EC) No 401/2006 as regards methods of sampling of large lots, spices and food supplements, performance criteria for T-2, HT-2 toxin and citrinin and screening methods of analysis Text with EEA relevance
- 17.ASU §64 LFGB 23.05-2 (Jan. 2012): Bestimmung von Aflatoxin B<sub>1</sub> und der Summe von Aflatoxin B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub>, G<sub>1</sub> und G<sub>2</sub> in Erdnüssen, Pistazien, Feigen und Paprikapulver
- 18.ASU §64 LFGB 30.00-5: Bestimmung von Ochratoxin A in Korinthen, Rosinen, Sultaninen, gemischtem Trockenobst und getrockneten Feigen (Jan. 2011)
- 19.ASU §64 LFGB 15.03-1: Bestimmung von Ochratoxin A in Gerste (Jan. 2010)
- 20.Report on the 2007 Proficiency Test for the Determination of Ochratoxin A in Capsicum ssp (Paprika Powder), J.Stroka et al., JRC Scientific and Technical Reports, European Commission EUR 23382 EN, European Communities, 2008



**DLA 24/2016 - Aflatoxine und Ochratoxin A**

Von den 11 Teilnehmern haben alle mindestens ein Ergebnis eingereicht. Die Auswertung erfolgte hinsichtlich der Parameter Aflatoxin B1, Gesamt-Aflatoxin und Ochratoxin A.

Für Aflatoxin B1 lagen von 10 teilnehmenden Instituten 8 (80%) im Zielbereich.

Für Gesamt-Aflatoxin lagen von 11 teilnehmenden Instituten 8 (73%) im Zielbereich.

Für Ochratoxin A lagen von 9 teilnehmenden Instituten 6 (67%) im Zielbereich.

Weitere Details sind dem Auswertebereicht zu entnehmen.

1 Teilnehmer hat seinen Sitz im europäischen Ausland (Schweiz) und ein Teilnehmer hat sein Sitz außerhalb von Europa (Süd-Afrika).