

Proficiency Tests

**DLA**

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

## **Auswertungs-Bericht**

Laborvergleichsuntersuchung

**DLA 14/2017**

### **Response PT Soja:**

**5 prozessierte Proben Sojamehl,  
Sojaisolat, Sojagranulat, Sojamilch  
und Tofu**

**in Kartoffelpulver-Matrix**

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 14/2017
<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 (4. September 2017)  Gültig ist die jeweils letzte Version/Korrektur des Berichts. Sie ersetzt alle vorangegangenen Versionen. Only the latest version/correction of the report is valid. It replaces all preceding versions.
<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: 4. September 2017
<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.
<i>Vertraulichkeit</i> <i>Confidentiality</i>	Die Teilnehmerergebnisse sind im EP-Bericht in anonymisierter Form mit Auswertenummern benannt. Daten einzelner Teilnehmer werden ausschließlich nach vorheriger Zustimmung des Teilnehmers an Dritte weitergegeben. Participant result are named anonymously with evaluation numbers in the PT report. Data of individual participants will be passed on to third parties only with prior consent of the participant.

## Inhalt

1. Einleitung.....	4
2. Durchführung.....	5
2.1 Untersuchungsmaterial.....	5
2.1.1 Homogenität.....	7
2.1.2 Stabilität.....	7
2.2 Probenversand und Informationen zur Untersuchung.....	8
2.3 Ergebnisübermittlung.....	8
3. Auswertung.....	9
3.1 Qualitativer Score.....	10
3.2 Wiederfindungs-Score (WFR-Score).....	10
3.2.1 Wiederfindungsraten eines Versuchs zur Präzision .....	11
3.2.2 Werte aus Erkenntnissen .....	13
4. Ergebnisse.....	14
4.1 Vergleichsuntersuchung prozessierte Sojaprodukte.....	15
4.1.1 Qualitative Scores: ELISA-Methoden.....	15
4.1.2 Qualitative Scores: PCR-Methoden.....	16
4.1.3 Qualitative Scores: LC/MS-Methoden.....	17
4.1.4 ELISA-Methoden Wiederfindungs-Scores (WFR-Scores).....	18
4.1.5 PCR-Methoden Wiederfindungs-Scores (WFR-Scores).....	19
4.1.6 LC/MS-Methoden Wiederfindungs-Scores (WFR-Scores).....	20
5. Dokumentation.....	23
5.1 Angaben der Teilnehmer.....	23
5.1.1 ELISA-Methoden.....	23
5.1.2 PCR-Methoden.....	25
5.1.4 LC/MS-Methoden.....	28
5.2 Homogenität.....	29
5.2.1 Mischungshomogenität vor der Abfüllung.....	29
5.3 Informationen zur Eignungsprüfung (EP).....	32
6. Verzeichnis der Teilnehmer in alphabetischer Reihenfolge.....	33
7. Verzeichnis relevanter Literatur.....	34

## 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].

Das vorliegende Eignungsprüfungs-Format „**Response PT - Allergene**“ bietet die Möglichkeit anhand von jeweils 5 unterschiedlich prozessierten Produkten eines Allergens in einfacher Trägermatrix sowie einer „Nullprobe“ nachzuweisen, dass mit der analytischen Bestimmungsmethode des teilnehmenden Labors die betreffenden prozessierten Allergene qualitativ erfasst werden können und quantitative Response-Faktoren für die jeweiligen prozessierten Produkte zu ermitteln.

Um eine Vergleichbarkeit der prozessierten Produkte zu gewährleisten werden die Allergen-Konzentrationen der PT-Probenreihe als Gesamtprotein-Gehalt berechnet und auf ein annähernd gleiches Niveau eingestellt. Die Auswertung der PT-Ergebnisse erfolgt qualitativ in Scores von 1-5 (Score 5 = alle Prozessierungen erfolgreich erfasst). Quantitative Ergebnisse werden unter Angabe der erzielten Wiederfindungsrate informativ mit einem Wiederfindungs-Score im Bericht angegeben.

## 2. Durchführung

### 2.1 Untersuchungsmaterial

Zur Untersuchung wurden 6 LVU-Proben für den qualitativen Nachweis und ggf. die quantitative Bestimmung von Soja (Sojaprotein) in Sojamehl, Sojaisolat, Sojagranulat (texturiertes Soja), Sojamilch und Tofu in Kartoffelpulver zur Verfügung gestellt.

Die jeweiligen Rohstoffe für die Probenreihe waren handelsübliche prozessierte Sojaprodukte. Pro PT-Probe wurden jeweils 4-6 Produkte unterschiedlicher Herkunft verarbeitet. Die Tofu- und Sojamilch-Mischungen wurden vor der weiteren Verwendung bei 60°C getrocknet.

Anschließend wurden Vormischungen mit Gehalten von ca. 8-25 % der betreffenden allergenen Zutaten hergestellt (s. Tab. 1). Hierzu wurden die Produkte ggf. vorzerkleinert, gravimetrisch mit weiteren Zutaten gemischt, mittels Zentrifugalmühle zerkleinert und gesiebt (mesh 250 µm) und homogenisiert. Die Allergen-Vormischungen wurden anschließend zur Trägermatrix Kartoffelpulver / Maltodextrin (mesh < 500 µm) gegeben und homogenisiert. Ein Aliquot der Trägermatrix wurde als „Null“-Probe abgenommen.

Die 6 PT-Proben wurden zu Portionen von ca. 20 g in metallisierte PET-Folienbeutel abgefüllt.

Die Sojaprotein-Gehalte der PT-Probenreihe lagen im Bereich von ca. 100 mg/kg (94 bis 120 mg/kg) (s. Tabelle 1).

Jeder zugewiesene Wert, hier die dotierten Allergen-Gehalte, sind mit einer Standardunsicherheit behaftet. Als Unsicherheiten wurden u.a. folgende Faktoren berücksichtigt: Proteingehalt des Dotierungsmaterials, Mischungshomogenität, Homogenität und Stabilität von Sojaprotein.

Alle Unsicherheitsbeiträge wurden in Form von Standardabweichungen ausgedrückt und als Varianzen addiert. Die Wurzel aus der Summe der Gesamtvarianzen ergibt die kombinierte Unsicherheit "Uc", die mit dem Erweiterungsfaktor k=2 multipliziert die erweiterte Unsicherheit der zugewiesenen Werte " $U(X_{pt})$ " ergibt [3, 13, 16 - 18].

Tabelle 1: Zusammensetzung der DLA-Proben

PT-Probenreihe	Probe 1	Probe 2	Probe 3	Probe 4	Probe 5	Probe 6
	Tofu	Sojamilch	Granulat	Isolat	Sojamehl	„Null“
Zutaten	g/100 g	g/100g	g/100g	g/100g	g/100g	g/100g
Kartoffelpulver Zutaten: Kartoffeln, E471, E304, E223, E100 Nährwertangaben pro 100 g: Protein 8,3 g, Kohlenhydrate 76 g, Fett 0,6 g, Salz 0,15 g	75	75	75	75	75	75
Maltodextrin	25	25	25	25	25	25
Allergen-Vormischungen Zutaten: Maltodextrin (75% - 90%), Natriumchlorid (< 5%), Siliciumdioxid (< 2,5%), prozessierte Allergenprodukte (je 8% - 25% Trockengewicht)	0,14	0,14	0,13	0,10	0,10	-
Allergen-Gehalte	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg
Sojamehl, geröstet* Protein 37,8% ** (6 Produkte aus Asien, Europa, Nordamerika)	-	-	-	-	260	-
Sojaisolat* Protein 81,8% ** (5 Produkte)	-	-	-	115	-	-
Sojagranulat* Protein 46,0% ** (6 Produkte aus Asien, Europa, Nordamerika)	-	-	261	-	-	-
Sojamilch, getrocknet* Protein 51,4% ** (6 Produkte aus Asien, Europa)	-	233	-	-	-	-
Tofu, getrocknet* Protein 49,3% ** (4 Produkte Asien, Europa)	243	-	-	-	-	-
- davon Sojaprotein	<b>120</b>	<b>120</b>	<b>120</b>	<b>94,1</b>	<b>98,4</b>	-
erweiterte kombinierte Unsicherheit (k=2) des Sojaprotein-Gehalts (= ± 12 %)	± 14,4	± 14,4	± 14,4	± 11,3	± 11,8	-

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

\*\* Proteingehalt gemäß Laboranalyse der Rohstoffmischungen (Gesamtstickstoff nach Kjeldahl mit F=5,7 für Sojaprotein)

**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 8-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-Proben 1 bis 5 hat eine Wahrscheinlichkeit von 98%, 91%, 98%, 81% 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 0,46, 0,67, 0,63, 0,86 bzw. 0,55 erhalten. Die Ergebnisse der Microtracer-Analyse sind in der Dokumentation angegeben.

### 2.1.2 Stabilität

Die Erfahrungen mit diversen DLA-Referenzmaterialien zeigen bei vergleichbarer Matrix und Wasseraktivität ( $a_w$ -Wert  $< 0,5$ ) eine gute Lagerstabilität bezüglich der Haltbarkeit der Proben (mikrobieller Verderb) und des Gehalts an dem EP-Parameter Soja. Die Stabilität des Probenmaterials war somit während des Untersuchungszeitraums unter den angegebenen Lagerbedingungen gewährleistet.

## 2.2 Probenversand und Informationen zur Untersuchung

An jeden Teilnehmer wurden in der 16. Kalenderwoche 2017 je eine Portion der Untersuchungsmaterialien Sample 1 bis 6 verschickt. Die Untersuchungsverfahren wurden freigestellt. Die Untersuchungen waren durchzuführen bis spätestens 2. Juni 2017.

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

*Es handelt sich um fünf unterschiedliche Proben mit ähnlichen Gehalten an dem unterschiedlich prozessierten allergenen Parameter Soja in einfacher Trägermatrix sowie eine „Null“-Probe (Trägermatrix).*

- *Die Proben 1-5 sind in zufälliger Reihenfolge nummeriert und enthalten Sojamehl, Sojaisolat, Sojagranulat, Sojamilch oder Tofu mit bekannten Gehalten an Gesamt-Sojaprotein als Grundlage für den Response-Vergleich der quantitativen Ergebnisse der Teilnehmer.*
- *Bitte geben Sie alle quantitativen Ergebnisse als Gesamt-Sojaprotein an.*
- *Mögliche Umrechnungsfaktoren auf die prozessierten Sojaprodukte werden separat in der Ergebnisabgabedatei abgefragt.*

**Bitte beachten Sie die beiliegenden Informationen zur Eignungsprüfung.**

(siehe Dokumentation unter Punkt 5.3 EP-Informationen)

## 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.

16 Teilnehmer haben fristgerecht Ergebnisse abgegeben. 1 Teilnehmer hat keine Ergebnisse eingereicht.

### 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 [26-29, 40]. Darüber hinaus können Matrix- und/oder Prozessierung die Nachweisbarkeit von Allergenen sowohl mittels ELISA- als auch mittels PCR-Verfahren stark beeinflussen.

In der vorliegenden LVU wurden von dem Allergen Soja fünf verschiedenartig prozessierte Produkte, Sojamehl (geröstet/getoastet), Sojaisolat, Sojagranulat (texturiertes Soja), Sojamilch und Tofu zur Verfügung gestellt, um die qualitative Nachweisbarkeit und die Response in der quantitativen Bestimmung der eingesetzten Methoden ermitteln zu können.

Die Teilnehmer-Ergebnisse werden *qualitativ* mit einem Score von 1-5 bewertet, der angibt wie viele prozessierte Produkte erfolgreich erfasst wurden.

Die quantitativen Teilnehmer-Ergebnisse werden mit einem Wiederfindungs-Score (*WFR-Score*) bewertet, der angibt wie viele Ergebnisse im Bereich einer Wiederfindungsrate von 50 - 150% des Dotierungs-Levels liegen.

### 3.1 Qualitativer Score

Die qualitative Bewertung der Ergebnisse jedes Teilnehmers erfolgt mit Scores von 1 - 5 anhand der Anzahl der Übereinstimmungen der Angaben „positiv“ oder „negativ“ mit den **Dotierungen der LVU-Probenreihe** (siehe Tab. 2). Ein Score von 5 bedeutet, dass alle prozessierten Produkte erfolgreich erfasst wurden.

Die Ergebnisse der Matrixprobe 6 („Null“-Probe) werden nicht bewertet, sofern das betreffende Teilnehmerergebnis in Übereinstimmung mit  $\geq 75\%$  positiver oder negativer Ergebnisse der Teilnehmer steht (Konsenswert) oder das Ergebnis unterhalb der Bestimmungsgrenze der eingesetzten Methode liegt.

Tabelle 2: Bewertung der Ergebnisse anhand von qualitativen Scores

Probe 1 Tofu	Probe 2 Sojamilch	Probe 3 Sojagranulat	Probe 4 Sojaisolat	Probe 5 Sojamehl	Probe 6 „Null“	Score qualitativ	Eignung qualitativ
pos/neg	pos/neg	pos/neg	pos/neg	pos/neg	pos/neg	Anzahl erfasster Proben 1 - 5	
negativ	negativ	negativ	negativ	negativ	negativ	0 (0%)	nicht erfolgreich
negativ	negativ	negativ	negativ	positiv	negativ	1 (20%)	1 Produktgruppe
negativ	negativ	negativ	positiv	positiv	negativ	2 (40%)	2 Produktgruppen
negativ	negativ	positiv	positiv	positiv	negativ	3 (60%)	3 Produktgruppen
negativ	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	4 (80%)	4 Produktgruppen
positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	5 (100%)	5 Produktgruppen

### 3.2 Wiederfindungs-Score (WFR-Score)

Die Bewertung der quantitativen Ergebnisse jedes Teilnehmers für die **dotierten LVU-Proben** erfolgt anhand der Anzahl von Wiederfindungsraten im Akzeptanzbereich anhand von Wiederfindungs-Scores (*WFR-Scores*). Die Angabe der WFR-Scores wird als Anzahl von Ergebnissen im Akzeptanzbereich (s.u.) pro Anzahl quantitativ bestimmter Proben vorgenommen. Dahinter wird in Klammern der entsprechende Prozentsatz angegeben.

Die Wiederfindungsraten werden in Bezug auf das jeweilige zugesetzte prozessierte Allergen (Zusatzniveau) berechnet. Die Bezugswerte ergeben sich aus den unter 2.1 Untersuchungsmaterial in Tabelle 1 angegebenen Gehalten der Proben 1 bis 5. 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 sowie LC/MS wird ebenfalls dieser Akzeptanzbereich herangezogen.

Es werden nur exakte quantitative Angaben berücksichtigt. Einzelergebnisse die außerhalb des angegebenen Messbereiches liegen (z.B. mit der Angabe  $> 25$  mg/kg oder  $< 2,5$  mg/kg) oder die Angabe „0“ werden nicht berücksichtigt.

Die angegebenen Wiederfindungsraten dienen u.a. einer Einschätzung von Prozessierungseinflüssen.

### 3.2.1 Wiederfindungsraten eines Versuchs zur Präzision

In Ringversuchen der ASU §64 Methoden wurden abhängig von Matrix bzw. Prozessierung und Konzentrationsbereich Wiederfindungsraten im Bereich von 57 - 119% für die ELISA-Methoden und 11 - 145% für die PCR-Methoden erhalten (s. Tab. 4a und 4b). Die angegebenen Zielstandardabweichungen  $\sigma_{pt}$  wurden für eine Anzahl von  $m = 2$  Wiederholmessungen berechnet.

**Tabelle 3a:** ELISA-Methoden - Wiederfindungsraten und Präzisionsdaten ausgewählter Auswertungen von Versuchen zur Präzision [31-32]

Parameter	Matrix	Mittelwerte [mg/kg]	Wiederfindung	rob RSD <sub>r</sub>	RSD <sub>r</sub>	RSD <sub>R</sub>	opt	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%	

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 [25]. 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 [25].

Das IRMM (Institute for Reference Materials and Measurements) hat in einem Ringversuch die Eignung fünf verschiedener ELISA-Test-Kits zur Bestimmung von Erdnuss getestet [28]. 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  $\sigma_{pt}$  [33-38]

Parameter	Matrix	Mittelwerte [mg/kg]	Wiederfindung	rob $RSD_r$	$RSD_r$	$RSD_R$	$\sigma_{pt}$	Methode / Literatur
Mandel	Reiskekse	105,2	105 %	-	19,3%	27,5%	23,9%	rt-PCR ASU 18.00-20
		18,0	90 %		44,0%	49,1%	38,0%	
		10,5	105 %		32,0%	38,8%	31,5%	
Mandel	Weizenkekse Soßenpulver	114,3	94,6 %	-	22,1%	41,8%	38,8%	rt-PCR ASU 18.00-20
		88,1	88,1 %		43,9%	43,1%	- %	
Mandel	Reiskekse	109	109 %	-	17,6%	32,8%	30,3%	rt-PCR ASU 18.00-22
		21,3	107 %		35,8%	45,0%	37,2%	
		12,3	121 %		32,0%	47,8%	42,1%	
Mandel	Weizenkekse Soßenpulver	120,7	98,2 %	-	15,7%	32,5%	30,5%	rt-PCR ASU 18.00-22
		112	94,1 %		36,2%	42,8%	34,3%	
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%	
Soja	Weizenmehl Maismehl	107	107 %	63 %	-	31 %	-	rt-PCR ASU 16.01-9
		145	145 %	34 %	-	24 %	-	

### 3.2.2 Werte aus Erkenntnissen

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 [23], von der Arbeitsgruppe 12 „Lebensmittelallergene“ des Technischen Komitees CEN/TC 275 [20-22], von einer internationalen "Food Allergen Working Group" unter der Leitung der AOAC Presidential Task Force on Food Allergens [24] und vom Codex Alimentarius Committee (CAC/GL 74-2010) [19] erarbeitet worden.

Die hier relevanten ELISA- bzw. PCR-Validierungskriterien der Gremien sind in den Tabellen 4 und 5 angegeben.

Tabelle 4: ELISA-Validierungskriterien

Literatur [19-25]	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 5: PCR-Validierungskriterien

Literatur [19]	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 i.d.R. eine relative Zielstandardabweichung  $\sigma_{pt}$  Wert von 25% und für die Wiederfindungsrate entsprechend 50-150% fest.

### 4. Ergebnisse

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

Es erfolgte eine getrennte Auswertung von ELISA-, PCR- und LC/MS-Methoden.

Im Ergebnisteil werden alle quantitativen Teilnehmerergebnisse auf 3 signifikante Stellen (gültige Ziffern) formatiert dargestellt. Im Dokumentationsteil sind die Ergebnisse so angegeben wie sie von den Teilnehmern übermittelt wurden.

Um die **Vergleichbarkeit von quantitativen Ergebnissen** zu gewährleisten, wurden Teilnehmerergebnisse mit abweichenden Angaben (z.B. als allergenes Lebensmittel) soweit möglich von DLA harmonisiert und in Gesamt-Sojaprotein umgerechnet.

In der vorliegenden LVU wurden die ELISA- und LC/MS-Ergebnisse als Sojaprotein abgegeben, sodass keine Umrechnungen erforderlich waren. Die PCR-Ergebnisse waren als Soja/Sojamehl angegeben und wurden anhand des Proteingehalts von Sojamehl umgerechnet in Sojaprotein (Probe 5, 37,8%, s. Tab. 1).

Die qualitativen Ergebnisse und deren Bewertung werden in tabellarischer Form folgendermaßen aufgeführt:

Auswertenummer	Probe 1	Probe 2	Probe 3	Probe 4	Probe 5	Probe 6 „Null“	Score qualitativ	Methode	Hinweis
	pos/neg	pos/neg	pos/neg	pos/neg	pos/neg	pos/neg	Anzahl erfasster Proben 1 - 5		

Die quantitativen Ergebnisse und deren Bewertung werden in tabellarischer Form folgendermaßen aufgeführt:

Auswertenummer	Probe 1		Probe 2		Probe 3		Probe 4		Probe 5		WFR-Score	Methode	Hinweis
	Ergebnis	WFR*											
	[mg/kg]	[%]	Anzahl im AB**										

\* Wiederfindungsrate

## 4.1 Vergleichsuntersuchung prozessierte Sojaprodukte

### 4.1.1 Qualitative Scores: ELISA-Methoden

Auswertenummer	Probe 1 Tofu	Probe 2 Sojamilch	Probe 3 Sojagranulat	Probe 4 Sojaisolat	Probe 5 Sojamehl	Probe 6 „Null“	Score qualitativ	Methode	Hinweis
	pos/neg	pos/neg	pos/neg	pos/neg	pos/neg	pos/neg	Anzahl erfasster Proben 1-5		
3	negativ	positiv <sup>o</sup>	positiv <sup>o</sup>	positiv	positiv	negativ	4 (80%)	ES	° Ergebnisse < BG
14	negativ	positiv <sup>o</sup>	positiv <sup>o</sup>	positiv	positiv	negativ	4 (80%)	ES	° Ergebnisse < BG
4a	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	5 (100%)	IL	
16	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	5 (100%)	IL	
13	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	5 (100%)	MI	
1	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	5 (100%)	RS-F	
4b	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	5 (100%)	RS-F	
5	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	5 (100%)	RS-F	
8	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	5 (100%)	RS-F	
10	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	5 (100%)	RS-F	
11	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	5 (100%)	RS-F	
12	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	5 (100%)	RS-F	
15	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	5 (100%)	RS-F	

	Probe 1	Probe 2	Probe 3	Probe 4	Probe 5	Probe 6
Anzahl positiv	11	13	13	13	13	0
Anzahl negativ	2	0	0	0	0	13
Prozent positiv	85	100	100	100	100	0
Prozent negativ	15	0	0	0	0	100
Konsenswert	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ
Dotierung	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ

**Methoden:**

ES = ELISA-Systems

IL = Immunolab

MI = Morinaga Institute ELISA

RS-F= Ridascreen® Fast, R-Biopharm

Anmerkung:

Für die prozessierten Produkte der Proben 2 bis 5 wurden Konsenswerte von 100% positiven Ergebnissen erhalten. Für Probe 1 (Tofu) wurden 2 negative Ergebnisse mit der Methode ES erhalten, der Konsenswert lag entsprechend bei 85% positiven Ergebnissen.

4.1.2 Qualitative Scores: PCR-Methoden

Auswertenummer	Probe 1	Probe 2	Probe 3	Probe 4	Probe 5	Probe 6	Score qualitativ	Methode	Hinweis
	Tofu	Sojamilch	Sojagranulat	Sojaisolat	Sojamehl	„Null“			
	pos/neg	pos/neg	pos/neg	pos/neg	pos/neg	pos/neg	Anzahl erfasster Proben 1-5		
5	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	5 (100%)	ASU	
9	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	5 (100%)	ASU	
11	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	5 (100%)	ASU	
12	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	5 (100%)	ASU	
6a	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	5 (100%)	CEN	
7a	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	5 (100%)	SFA-4p	
4	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	5 (100%)	SFA-ID	
6b	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	5 (100%)	SFA-ID	
2	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	5 (100%)	SFA-Q	
7b	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	5 (100%)	SFA-Q	
10	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	5 (100%)	SFA-Q	

	Probe 1	Probe 2	Probe 3	Probe 4	Probe 5	Probe 6
Anzahl positiv	11	11	11	11	11	0
Anzahl negativ	0	0	0	0	0	11
Prozent positiv	100	100	100	100	100	0
Prozent negativ	0	0	0	0	0	100
Konsenswert	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ
Dotierung	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ

Methoden:

ASU = ASU §64 Methode/method  
 CEN = CEN / Technical Specifications  
 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

Anmerkung:

Für alle prozessierten Produkte (Proben 1 bis 5) wurden mittels PCR-Methoden Konsenswerte von 100% positiven Ergebnissen erhalten.

### 4.1.3 Qualitative Scores: LC/MS-Methoden

Auswertenummer	Probe 1 Tofu	Probe 2 Sojamilch	Probe 3 Sojagranulat	Probe 4 Sojaisolat	Probe 5 Sojamehl	Probe 6 „Null“	Score qualitativ	Methode	Hinweis
	pos/neg	pos/neg	pos/neg	pos/neg	pos/neg	pos/neg	Anzahl erfasster Proben 1-5		
2	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	5 (100%)	LC/MS	

	Probe 1	Probe 2	Probe 3	Probe 4	Probe 5	Probe 6	Methoden:
Dotierung	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	LC/MS = Flüssigchromatographie / Massenspektrometrie

#### Anmerkung:

Für alle prozessierten Produkte (Proben 1 bis 5) hat ein Teilnehmer mittels LC/MS/MS-Methode positive Ergebnisse erhalten.

#### 4.1.4 Quantitativ: ELISA-Methoden Wiederfindungs-Scores (WFR-Scores)

Auswertenummer	Probe 1 Tofu		Probe 2 Sojamilch		Probe 3 Sojagranulat		Probe 4 Sojaisolat		Probe 5 Sojamehl		WFR-Score	Methode	Hinweis
	Ergebnis	WFR *	Ergebnis	WFR *	Ergebnis	WFR *	Ergebnis	WFR *	Ergebnis	WFR *	WFR *		
	[mg/kg]	[%]	[mg/kg]	[%]	[mg/kg]	[%]	[mg/kg]	[%]	[mg/kg]	[%]	Anzahl im AB**		
3	<2.5		< 5		< 5		31	33	120	<b>122</b>	1/2 (50%)	ES	nur Proben 4 + 5 berücksichtigt
14	<1.25		>1.25 <2.5		>1.25 <2.5		26,7	28	126	<b>128</b>	1/2 (50%)	ES	nur Proben 4 + 5 berücksichtigt
13	67,0	<b>56</b>	30,0	25	91	<b>76</b>	120	<b>128</b>	78	<b>79</b>	4/5 (80%)	MI	
1	> 20.0		10,7	8,9	>20.0		>20.0		>20.0		0/1 (0%)	RS-F	nur Probe 2 berücksichtigt
4b	69,1	<b>58</b>	10,9	9,1	102	<b>85</b>	128	<b>136</b>	82,8	<b>84</b>	4/5 (80%)	RS-F	
5	75,9	<b>63</b>	11,3	9,4	110	<b>92</b>	123	<b>130</b>	92,2	<b>94</b>	4/5 (80%)	RS-F	
8	68,5	<b>57</b>	9,75	8,1	84,7	<b>71</b>	113	<b>120</b>	88,2	<b>90</b>	4/5 (80%)	RS-F	
10	73,0	<b>61</b>	11,7	10	110	<b>92</b>	116	<b>123</b>	83,9	<b>85</b>	4/5 (80%)	RS-F	
11	52,9	44	8,91	7,4	73,0	<b>61</b>	105	<b>111</b>	78,4	<b>80</b>	4/5 (80%)	RS-F	
12	61,8	<b>52</b>	10,0	8,4	74,2	<b>62</b>	91,4	<b>97,1</b>	79,1	<b>80</b>	4/5 (80%)	RS-F	
15	87,9	<b>73</b>	12,8	11	109	<b>91</b>	172	183	107	<b>109</b>	3/5 (60%)	RS-F	
	<b>AB**</b>	<b>50-150 %</b>	<b>AB**</b>	<b>50-150 %</b>	<b>AB**</b>	<b>50-150 %</b>	<b>AB**</b>	<b>50-150 %</b>	<b>AB**</b>	<b>50-150 %</b>			
	Anzahl im AB	<b>7</b>	Anzahl im AB	<b>0</b>	Anzahl im AB	<b>8</b>	Anzahl im AB	<b>7</b>	Anzahl im AB	<b>10</b>			
	Prozent im AB	<b>88</b>	Prozent im AB	<b>0</b>	Prozent im AB	<b>100</b>	Prozent im AB	<b>70</b>	Prozent im AB	<b>100</b>			

#### Methoden:

ES = ELISA-Systeme  
MI = Morinaga Institute ELISA  
RS-F= Ridascreen® Fast, R-Biopharm

\* Wiederfindungsrate 100% Bezugsgröße: Sojaprotein, s. Seite 6

\*\* Akzeptanzbereich der AOAC für Allergen-ELISAs

#### Anmerkung:

Für die Proben 1 (Tofu), 3 (Sojagranulat), 4 (Sojaisolat) und 5 (Sojamehl, geröstet) lagen 70% bis 100% der Wiederfindungsraten der Teilnehmerergebnisse im Akzeptanzbereich von 50-150%, mit Methode ES nur die Ergebnisse für Probe 5.

Für Probe 2 (Sojamilch) lagen die Wiederfindungsraten im Bereich von 7,4 bis 11% (Methode RS-F) und für ein Ergebnis der Methode MI bei 25%.

#### 4.1.5 Quantitativ: PCR-Methoden Wiederfindungs-Scores (WFR-Scores)

Auswertenummer	Probe 1 Tofu		Probe 2 Sojamilch		Probe 3 Sojagranulat		Probe 4 Sojaisolat		Probe 5 Sojamehl		WFR-Score	Methode	Hinweis	
	Ergebnis	WFR *	Ergebnis	WFR *	Ergebnis	WFR *	Ergebnis	WFR *	Ergebnis	WFR *	WFR *			
	[mg/kg]	[%]	[mg/kg]	[%]	[mg/kg]	[%]	[mg/kg]	[%]	[mg/kg]	[%]	Anzahl im AB**			
9	7,2	6,0	6,0	5,0	74,0	62	63,0	67	145	147	3/5 (60%)	ASU	Ergebnisse umgerechnet °	
6a	1,6	1,3	1,7	1,4	71,8	60	52,9	56	60,5	61	3/5 (60%)	CEN	Ergebnisse umgerechnet °	
6b	19	16	18,1	15	71,8	60	60,5	64	37,8	38	2/5 (40%)	SFA-ID	Ergebnisse umgerechnet °	
2	21,4	18	13,2	11	74,5	62	69,2	74	57,1	58	3/5 (60%)	SFA-Q	Ergebnisse umgerechnet °	
7b	15,6	13	27,1	23	87,3	73	36,0	38	36,7	37	1/5 (20%)	SFA-Q	Ergebnisse umgerechnet °	
10	42,2	35	22,6	19	98,7	82	50,5	54	34,1	35	2/5 (40%)	SFA-Q	Ergebnisse umgerechnet °	
											° Umrechnung S. 14			
<b>AB**</b>		<b>50-150 %</b>	<b>AB**</b>		<b>50-150 %</b>	<b>AB**</b>		<b>50-150 %</b>	<b>AB**</b>		<b>50-150 %</b>	<b>Methoden:</b>		
Anzahl im AB		<b>0</b>	Anzahl im AB		<b>0</b>	Anzahl im AB		<b>6</b>	Anzahl im AB		<b>5</b>	Anzahl im AB		<b>3</b>
Prozent im AB		<b>0</b>	Prozent im AB		<b>0</b>	Prozent im AB		<b>100</b>	Prozent im AB		<b>83</b>	Prozent im AB		<b>50</b>
												ASU = ASU §64 Methode/method		
												CEN = CEN / Technical Specifications		
												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		

\* Wiederfindungsrate 100% Bezugsgröße: Sojaprotein, s. Seite 6

\*\* Akzeptanzbereich der AOAC für Allergen-ELISAs

#### Anmerkung:

Für die Proben 3 (Sojagranulat), 4 (Sojaisolat) und 5 (Sojamehl, geröstet) lagen 83% bis 100% der Wiederfindungsraten der Teilnehmerergebnisse im Akzeptanzbereich von 50-150%.

Für die Proben 1 (Tofu) und 2 (Sojamilch) lagen die Wiederfindungsraten im Bereich von 1,3 bis 35% bzw. 1,4 bis 23%.

#### 4.1.6 Quantitativ: LC/MS-Methoden Wiederfindungs-Scores (WFR-Scores)

Auswertenummer	Probe 1 Tofu		Probe 2 Sojamilch		Probe 3 Sojagranulat		Probe 4 Sojaisolat		Probe 5 Sojamehl		WFR-Score	Methode	Hinweis
	Ergebnis	WFR *	Ergebnis	WFR *	Ergebnis	WFR *	Ergebnis	WFR *	Ergebnis	WFR *	WFR *		
	[mg/kg]	[%]	[mg/kg]	[%]	[mg/kg]	[%]	[mg/kg]	[%]	[mg/kg]	[%]	Anzahl im AB**		
2	55,6	46	65,3	<b>54</b>	75,5	<b>63</b>	143,9	153	118,7	<b>121</b>	3/5 (60%)	LC/MS	

\* Wiederfindungsrate 100% Bezugsgröße: Sojaprotein, s. Seite 6

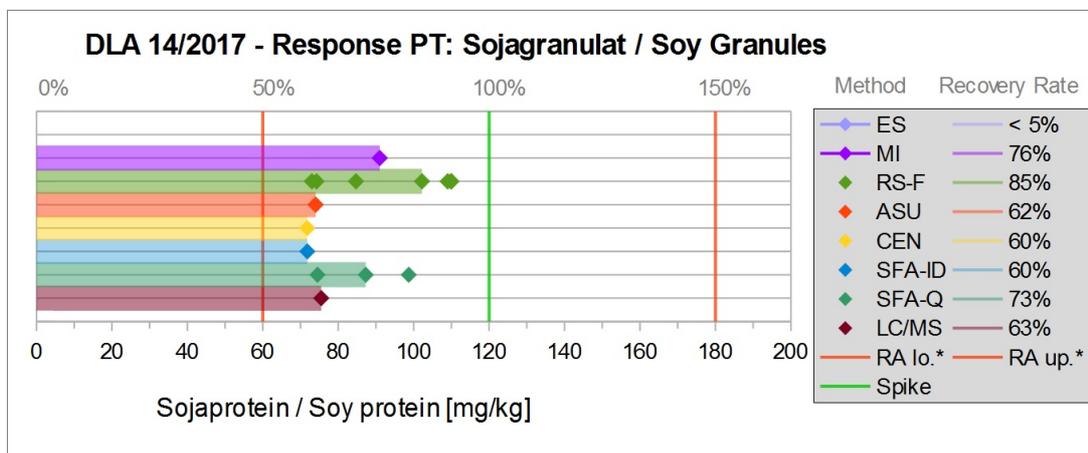
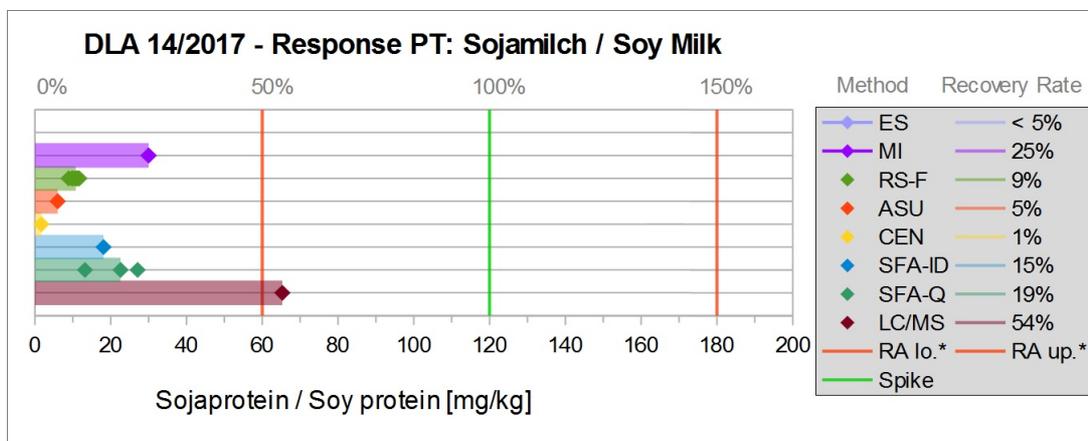
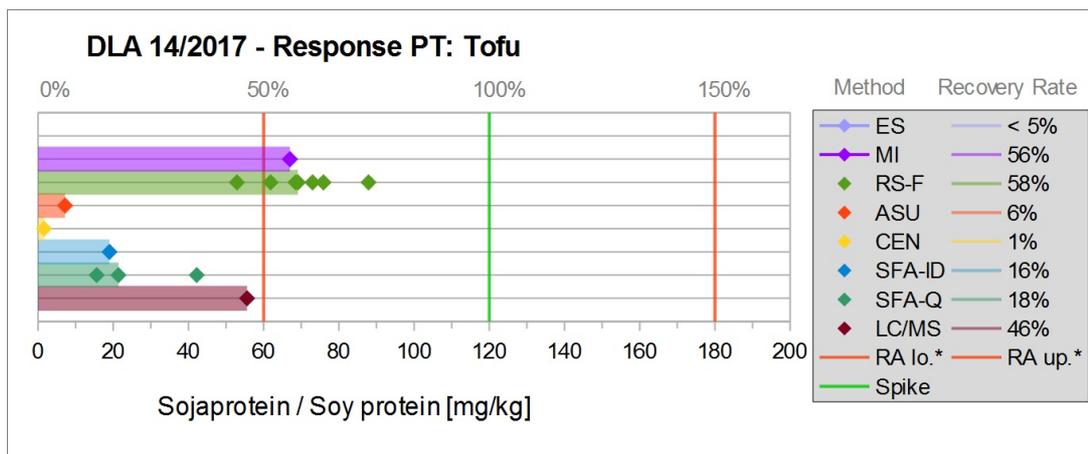
\*\* Akzeptanzbereich der AOAC für Allergen-ELISAs

#### Methoden:

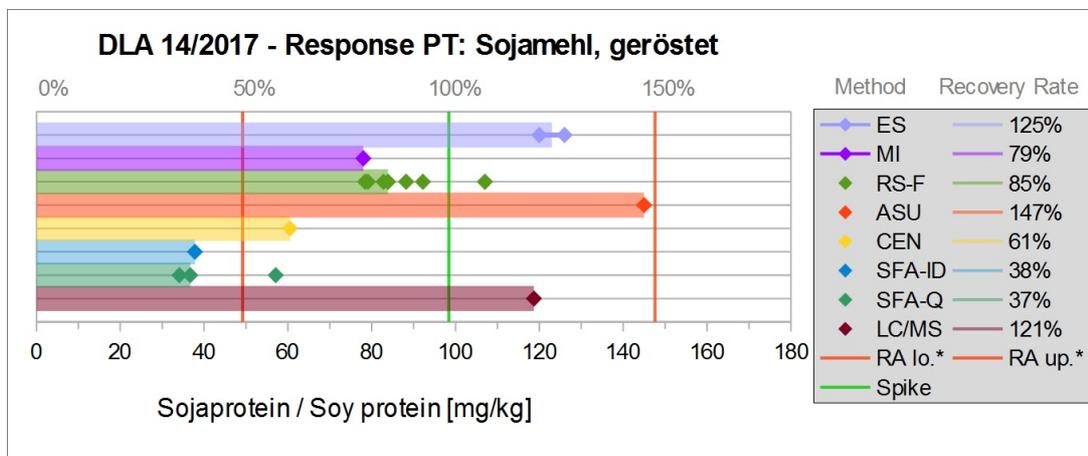
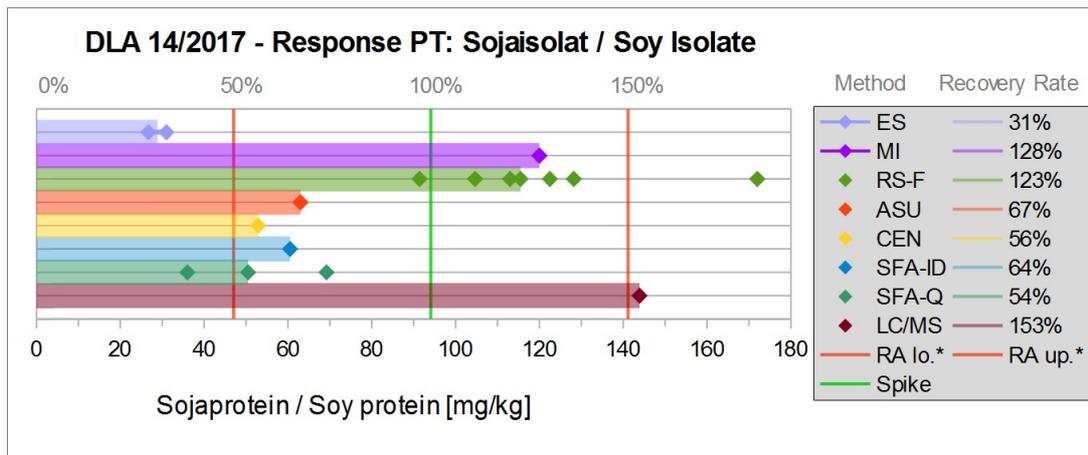
LC/MS = Flüssigchromatographie / Massenspektrometrie

#### Anmerkung:

Für die Proben 2 (Sojamilch), 3 (Sojagranulat) und 5 (Sojamehl, geröstet) lagen die Wiederfindungsraten der Ergebnisse des Teilnehmers im Akzeptanzbereich von 50-150%, für die Probe 1 (Tofu) etwas unterhalb und die Probe 4 (Sojaisolat) etwas oberhalb dieses Bereichs.



**Abb./Fig. 1:** Darstellung der Einzelergebnisse (Proben 1-3) getrennt nach Methoden mit Angabe der durchschnittlichen Wiederfindungsrate (Recovery Rate), untere Skala Sojaprotein in mg/kg, obere Skala % Wiederfindungsrate in % mit \* Akzeptanzbereich von 50% - 150% (\* range of acceptance: RA lower limit bis RA upper limit)



**Abb./Fig. 2:** Darstellung der Einzelergebnisse (Proben 4 und 5) getrennt nach Methoden mit Angabe der durchschnittlichen Wiederfindungsrate (Recovery Rate), untere Skala Sojaprotein in mg/kg, obere Skala % Wiederfindungsrate in % mit \* Akzeptanzbereich von 50% - 150% (\* range of acceptance: RA lower limit bis RA upper limit)

## 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-Methoden

Meth. Abk.	Auswertenummer	Datum der Analyse	Ergebnis Probe 1 Tofu		Ergebnis Probe 2 Sojamilch		Ergebnis Probe 3 Sojagranulat		Ergebnis Probe 4 Sojaisolat		Ergebnis Probe 5 Sojamehl		Ergebnis Probe 6 „Null“-Probe		NWG / LOD *	BG / LOQ *	Angabe als
			qualitativ	mg/kg	qualitativ	mg/kg	qualitativ	mg/kg	qualitativ	mg/kg	qualitativ	mg/kg	qualitativ	mg/kg	mg/kg	mg/kg	
		Tag/Monat															bevorzugt als Sojaprotein
ES	3	29.05.17	negativ	<2.5	positiv	<5	positiv	<5	positiv	31	positiv	120	negativ	<2.5			Bitte auswählen!
ES	14	10.05.17		<1.25	-	>1.25 <2.5	-	>1.25 <2.5	-	26,7	-	126	-	<1.25	1,25	2,5	Quantitative Ergebnisse als Sojamehlprotein
IL	4a	27.04.17	positiv		positiv		positiv		positiv		positiv		negativ		16 ppb		Bitte auswählen!
IL	16	25.04.17	positiv		positiv		positiv		positiv		positiv		negativ		16 ppb	40 ppb	Trypsininhibitor
Mi	13	26.04.	positiv	67	positiv	30	positiv	91	positiv	120	positiv	78	negativ	<0,31	0,31	0,31	Sojaprotein
RS-F	1	24.05.17	positiv	>20.00	positiv	10,65	positiv	>20.00	positiv	>20.00	positiv	>20.00	negativ	<2.50	0,24	2,5	Soy Protein
RS-F	4b	02.05.17	positiv	69,1	positiv	10,9	positiv	102,2	positiv	128,2	positiv	82,8	negativ		2,5	2,5	Sojaprotein
RS-F	5	04.05.17	positiv	75,9	positiv	11,3	positiv	109,9	positiv	122,5	positiv	92,2	negativ			2,5	Sojaprotein
RS-F	8	23.05.17	positiv	68,5	positiv	9,75	positiv	84,7	positiv	113	positiv	88,2	negativ		2,5	2,5	Sojaprotein
RS-F	10	24.05.17	positiv	73	positiv	11,7	positiv	110	positiv	115,5	positiv	83,9	negativ		0,24	2,5	Sojaprotein
RS-F	11	11.05.17	-	52,88	-	8,91	-	73,01	-	104,64	-	78,41	-	< BG		2,5 mg/kg	Sojaprotein
RS-F	12	11.05.17	positiv	61,84	positiv	10,03	positiv	74,24	positiv	91,4	positiv	79,1	negativ	<2,5	0,24	2,5	Sojaprotein
RS-F	15		positiv	87,9	positiv	12,8	positiv	109	positiv	172	positiv	107	negativ	< 2,5	0,24	2,5	Sojaprotein

Fortsetzung Angaben der Teilnehmer: ELISA-Methoden

Meth. Abk.	Auswertenummer	Methode	Spezifität	Umrechnungsfaktoren für prozessiertes Sojaprotein	Hinweise zur Methode (Extraktion und Bestimmung)	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise
		Test-Kit + Anbieter	Antikörper	Umrechnung von X in Y Faktor =	z.B. Extraktionslösung / Zeit / Temperatur	ja/nein	
ES	3	ELISA Systems Soy ESSOYPRD-48					
ES	14	ELISA SYSTEMS SOYPRD-48	Soja-Trypsininhibitor und andere Sojaproteine	nicht anwendbar	ELISA Systems Extraktionslösung, 15 min., 60°C	nein	Ergebnisse als zweifach Analyse von zweifacher Extraktion
IL	4a	Immunolab Soy ELISA		NWG bezieht sich auf Soja-Trypsin-Inhibitor			
IL	16	Immunolab Soy ELISA	polyklonal	Siehe Tabelle unten			
Mi	13	Morinaga Soya ELISA Kit II	Sojaprotein Beta-Conglycinin		lt. Herstellerangaben	ja	
RS-F	1	Ridascreen® FAST Soya R7102, R-Biopharm			Followed r-biopharm method R7102 without any modifications	nein	
RS-F	4b	Ridascreen® FAST Soya R7102, R-Biopharm					
RS-F	5	Ridascreen® FAST Soya R7102, R-Biopharm			gemäß Handbuch	ja	
RS-F	8	Ridascreen® FAST Soya R7102, R-Biopharm			nach Testanleitung		
RS-F	10	Ridascreen® FAST Soya R7102, R-Biopharm				nein	
RS-F	11	Ridascreen® FAST Soya R7102, R-Biopharm	Antikörper erkennen spezifisch erhitzte Sojaproteine	Umrechnung von Sojaprotein in Sojamehl: Faktor = 2,56	nach Anleitung	ja	
RS-F	12	Ridascreen® FAST Soya R7102, R-Biopharm	Sojaprotein			ja	
RS-F	15	Ridascreen® FAST Soya R7102, R-Biopharm			nach Herstelleranleitung	ja	

### 5.1.2 PCR-Methoden

Meth. Abk.	Auswertenummer	Datum der Analyse	Ergebnis Probe 1 Tofu		Ergebnis Probe 2 Sojamilch		Ergebnis Probe 3 Sojagranulat		Ergebnis Probe 4 Sojaisolat		Ergebnis Probe 5 Sojamehl		Ergebnis Probe 6 „Null“-Probe		NWG / LOD *	BG / LOQ *	Angabe als bevorzugt als Sojaprotein
			qualitativ	mg/kg	qualitativ	mg/kg	qualitativ	mg/kg	qualitativ	mg/kg	qualitativ	mg/kg	qualitativ	mg/kg	mg/kg	mg/kg	
ASU	5	29.05.17	positiv		positiv		positiv		positiv		positiv		negativ				Soja-DNA
ASU	9		positiv	19	positiv	16	positiv	196	positiv	164	positiv	384	negativ		5	10	Soja
ASU	11	26.04.17	positiv		positiv		positiv		positiv		positiv		negativ				
ASU	12	25.04.17	positiv		positiv		positiv		positiv		positiv		negativ				Soja-DNA
CEN	6a		positiv	4,3	positiv	4,6	positiv	190	positiv	140	positiv	160	negativ				Soja
SFA-4p	7a	02.05.17	positiv	-	positiv	-	positiv	-	positiv	-	positiv	-	negativ	-	0,4	-	Soja
SFA-ID	4	04.05.17	positiv		positiv		positiv		positiv		positiv		negativ		<= 0,4		Bitte auswählen!
SFA-ID	6b		positiv	51	positiv	48	positiv	190	positiv	160	positiv	100	negativ				Soja
SFA-Q	2	11.05.17	positiv	56,5	positiv	34,8	positiv	197	positiv	183	positiv	151	negativ	< 1	0,4	1	Soja
SFA-Q	7b	02.05.17	positiv	41,3	positiv	71,8	positiv	231	positiv	95,2	positiv	97,2	negativ	-	0,4	1	Soja
SFA-Q	10	24.05.17	positiv	111,6	positiv	59,7	positiv	261,2	positiv	133,5	positiv	90,3	negativ		0,4	1	Soja-DNA

Fortsetzung Angaben der Teilnehmer: PCR-Methoden

Meth. Abk.	Auswertenummer	Methode	Spezifität	Umrechnungsfaktoren für prozessiertes Sojaprotein	Hinweise zur Methode (Extraktion und Bestimmung)	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise
		Test-Kit + Anbieter	Antikörper	Umrechnung von X in Y Faktor =	z.B. Extraktionslösung / Zeit / Temperatur	ja/nein	
ASU	5	ASU §64 Methode/method	Lektin		Machery 6 Nagel NucleoSpin Food	ja	Probe 1 und 2 nur schwach positiv
ASU	9	ASU §64 Methode L 08.00-59	Lectin-Gen, 81 bp		Extraktion: CTAB-Präzipitationsmethode (s. ASU)	ja	Kalibrierung/Quantifizierung mittels Matrix-Standards, dotiertes Material: Sojamehl
ASU	11	ASU §64 Methode/method	Soja-Lectin-Gen 81bp		Dneasy®Mericon Food Kit/ Proteinase K Real Time PCR/ 45 Zyklen	ja	
ASU	12	ASU § 64 LFGB L 00.00-105, Anhang C.2 (modifiziert)	Lektin Gen le1 (74 bp)		Extraktion nach ASU § 64 LFGB L 15.05-1 (SDS/Guanidiniumchlorid-Puffer mit Proteinase K, Aufreinigung mittels Wizard-Kit der Fa. Promega); Real-time PCR mit 45 Zyklen	ja	NWG: 20 haploide Genomkopien
CEN	6a	DIN CEN/TS 15634-5:2016-11; DIN SPEC 10701-4:2016-11; Nachweis einer spezifischen Soja (Glycine max) DNA-Sequenz in Brühwürsten mittels Real-time PCR	Lectin-Gen			nein	Quantifizierung durch Standardaddition nach Eugster (sehr schwache Signale bei Probe 6)
SFA-4p	7a	Sure Food Allergen 4plex, R-Biopharm / Congen		nur qualitativ	S3401 SureFood®ALLERGEN 4plex Soya/Celery/Mustard+IAC Extraktion mit S1053 SureFood®PREP AdvancedS3401 SureFood®ALLERGEN 4plex Soya/Celery/Mustard+IAC Extraktion mit S1053 SureFood®PREP Advanced	ja	-
SFA-ID	4	Sure Food Allergen ID, R-Biopharm / Congen		NWG bezieht sich auf Soja als allergenen Bestandteil			
SFA-ID	6b	Sure Food Allergen ID, R-Biopharm / Congen	Soja			nein	Quantifizierung durch Standardaddition nach Eugster (sehr schwache Signale bei Probe 6)

Fortsetzung Angaben der Teilnehmer: PCR-Methoden

Meth. Abk.	Auswertenummer	Methode	Spezifität	Umrechnungsfaktoren für prozessiertes Sojaprotein	Hinweise zur Methode (Extraktion und Bestimmung)	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise
		Test-Kit + Anbieter	Antikörper	Umrechnung von X in Y Faktor =	z.B. Extraktionslösung / Zeit / Temperatur	ja/nein	
SFA-Q	2	Sure Food Allergen Quant, R-Biopharm / Congen			qPCR, 35 zyklen qualitativ, 45 Zyklen quantitativ	ja	
SFA-Q	7b	Sure Food Allergen Quant, R-Biopharm / Congen		keine Umrechnung	S3201 SureFood®ALLERGEN QUANT Soya Extraktion mit S1053 SureFood® PREP Advanced S3201 SureFood®ALLERGEN QUANT Soya Extraktion mit S1053 SureFood® PREP Advanced	nein	-
SFA-Q	10	Sure Food Allergen Quant, R-Biopharm / Congen				nein	

#### 5.1.4 LC/MS-Methoden

Meth. Abk.	Auswertenummer	Datum der Analyse	Ergebnis Probe 1 Tofu		Ergebnis Probe 2 Sojamilch		Ergebnis Probe 3 Sojagranulat		Ergebnis Probe 4 Sojaisolat		Ergebnis Probe 5 Sojamehl		Ergebnis Probe 6 „Null“-Probe		NWG / LOD *	BG / LOQ *	Angabe als
			qualitativ	mg/kg	qualitativ	mg/kg	qualitativ	mg/kg	qualitativ	mg/kg	qualitativ	mg/kg	qualitativ	mg/kg	mg/kg	mg/kg	
LC/MS	2	17.05.17	positiv	55,6	positiv	65,3	positiv	75,5	positiv	143,9	positiv	118,7	negativ	< 4	2	4	bevorzugt als Sojaprotein

Meth. Abk.	Auswertenummer	Methode	Spezifität	Umrechnungsfaktoren für prozessiertes Sojaprotein	Hinweise zur Methode (Extraktion und Bestimmung)	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise
		Test-Kit + Anbieter	Antikörper	Umrechnung von X in Y Faktor =	z.B. Extraktionslösung / Zeit / Temperatur	ja/nein	
LC/MS	2	UHPLC-MS/MS	sojapezifische Peptidsequenzen		wässrige Proteinextraktion mit anschließendem tryptischen Verdau, Aufreinigung des Peptidextraktes, Nachweis sojaspezifischer Peptidsequenzen mittels UHPLC-MS/MS, Quantifizierung mittels isotope markierter Peptidstandards und Lösungsmittelkalibrierung	ja	

## 5.2 Homogenität

### 5.2.1 Mischungshomogenität vor der Abfüllung

#### Microtracer Homogenitätstest

##### DLA 14-2017 Probe 1

Gewicht Gesamtprobe	1,00	kg
Microtracer	FSS-rot lake	
Teilchengröße	75 – 300	µm
Gewicht pro Partikel	2,0	µg
Tracerzugabe	40,7	mg/kg

#### Analysenergebnisse:

Probe	Einwaage [g]	Partikel Anzahl	Partikel [mg/kg]
1	5,00	124	49,6
2	5,10	135	52,9
3	5,07	133	52,5
4	5,09	138	54,2
5	5,10	130	51,0
6	5,03	126	50,1
7	5,12	132	51,6
8	4,87	136	55,9

#### Poisson-Verteilung

Probenanzahl	8	
Freiheitsgrad	7	
Mittelwert	131,8	Partikel
Standardabweichung	5,32	Partikel
$\chi^2$ (CHI-Quadrat)	1,50	
<b>Wahrscheinlichkeit</b>	<b>98</b>	%
Wiederfindungsrate	128	%

#### Normalverteilung

Probenanzahl	8	
Mittelwert	52,2	mg/kg
Standardabweichung	2,11	mg/kg
rel. Standardabweichung	4,04	%
Horwitz Standardabweichung	8,82	%
<b>HorRat-Wert</b>	<b>0,46</b>	
Wiederfindungsrate	128	%

#### Microtracer Homogenitätstest

##### DLA 14-2017 Probe 2

Gewicht Gesamtprobe	1,00	kg
Microtracer	FSS-rot lake	
Teilchengröße	75 – 300	µm
Gewicht pro Partikel	2,0	µg
Tracerzugabe	28,9	mg/kg

#### Analysenergebnisse:

Probe	Einwaage [g]	Partikel Anzahl	Partikel [mg/kg]
1	5,00	92	36,8
2	4,99	104	41,7
3	5,13	113	44,1
4	5,03	111	44,1
5	5,09	101	39,7
6	5,10	112	43,9
7	5,02	106	42,2
8	5,03	103	41,0

#### Poisson-Verteilung

Probenanzahl	8	
Freiheitsgrad	7	
Mittelwert	105,2	Partikel
Standardabweichung	6,42	Partikel
$\chi^2$ (CHI-Quadrat)	2,74	
<b>Wahrscheinlichkeit</b>	<b>91</b>	%
Wiederfindungsrate	144	%

#### Normalverteilung

Probenanzahl	8	
Mittelwert	41,7	mg/kg
Standardabweichung	2,54	mg/kg
rel. Standardabweichung	6,10	%
Horwitz Standardabweichung	9,13	%
<b>HorRat-Wert</b>	<b>0,67</b>	
Wiederfindungsrate	144	%

**Microtracer Homogenitätstest****DLA 14-2017 Probe 3**

Gewicht Gesamtprobe	1,00	kg
Microtracer	FSS-rot lake	
Teilchengröße	75 – 300	µm
Gewicht pro Partikel	2,0	µg
Tracerzugabe	25,4	mg/kg

**Analysenergebnisse:**

Probe	Einwaage [g]	Partikel Anzahl	Partikel [mg/kg]
1	5,03	64	25,4
2	5,06	57	22,5
3	5,16	64	24,8
4	5,12	56	21,9
5	5,03	66	26,2
6	5,02	63	25,1
7	5,06	61	24,1
8	5,13	65	25,3

**Poisson-Verteilung**

Probenanzahl	8	
Freiheitsgrad	7	
Mittelwert	62,0	Partikel
Standardabweichung	3,84	Partikel
$\chi^2$ (CHI-Quadrat)	1,66	
<b>Wahrscheinlichkeit</b>	<b>98</b>	%
Wiederfindungsrate	96	%

**Normalverteilung**

Probenanzahl	8	
Mittelwert	24,4	mg/kg
Standardabweichung	1,51	mg/kg
rel. Standardabweichung	6,18	%
Horwitz Standardabweichung	9,89	%
<b>HorRat-Wert</b>	<b>0,63</b>	
Wiederfindungsrate	96	%

**Microtracer Homogenitätstest****DLA 14-2017 Probe 4**

Gewicht Gesamtprobe	1,01	kg
Microtracer	FSS-rot lake	
Teilchengröße	75 – 300	µm
Gewicht pro Partikel	2,0	µg
Tracerzugabe	29,3	mg/kg

**Analysenergebnisse:**

Probe	Einwaage [g]	Partikel Anzahl	Partikel [mg/kg]
1	5,11	77	30,1
2	5,14	79	30,7
3	5,01	73	29,1
4	5,13	91	35,5
5	5,00	82	32,8
6	5,03	71	28,2
7	5,02	87	34,7
8	5,05	78	30,9

**Poisson-Verteilung**

Probenanzahl	8	
Freiheitsgrad	7	
Mittelwert	79,7	Partikel
Standardabweichung	6,53	Partikel
$\chi^2$ (CHI-Quadrat)	3,74	
<b>Wahrscheinlichkeit</b>	<b>81</b>	%
Wiederfindungsrate	108	%

**Normalverteilung**

Probenanzahl	8	
Mittelwert	31,5	mg/kg
Standardabweichung	2,58	mg/kg
rel. Standardabweichung	8,19	%
Horwitz Standardabweichung	9,52	%
<b>HorRat-Wert</b>	<b>0,86</b>	
Wiederfindungsrate	108	%

**Microtracer Homogenitätstest****DLA 14-2017 Probe 5**

Gewicht Gesamtprobe	1,01	kg
Microtracer	FSS-rot lake	
Teilchengröße	75 – 300	µm
Gewicht pro Partikel	2,0	µg
Tracerzugabe	22,9	mg/kg

**Analysenergebnisse:**

Probe	Einwaage [g]	Partikel Anzahl	Partikel [mg/kg]
1	5,12	88	34,4
2	5,09	85	33,4
3	5,00	74	29,6
4	5,01	81	32,3
5	5,03	80	31,8
6	5,00	84	33,6
7	5,01	79	31,5
8	4,99	75	30,1

**Poisson-Verteilung**

Probenanzahl	8	
Freiheitsgrad	7	
Mittelwert	80,7	Partikel
Standardabweichung	4,25	Partikel
$\chi^2$ (CHI-Quadrat)	1,57	
<b>Wahrscheinlichkeit</b>	<b>98</b>	%
Wiederfindungsrate	140	%

**Normalverteilung**

Probenanzahl	8	
Mittelwert	32,1	mg/kg
Standardabweichung	1,69	mg/kg
rel. Standardabweichung	5,26	%
Horwitz Standardabweichung	9,49	%
<b>HorRat-Wert</b>	<b>0,55</b>	
Wiederfindungsrate	140	%

**5.3 Informationen zur Eignungsprüfung (EP)**

Vor der LVU wurden den Teilnehmern im Proben-Anschreiben folgende Informationen mitgeteilt:

EP-Nummer	<b>DLA 14-2017</b>
EP-Name	<b>Response PT Soja: Prozessierte Proben Sojamehl, Sojaisolat, Sojagranulat, Sojamilch und Tofu in Kartoffelpulver-Matrix (Gehalte: 50 - 150 mg/kg)</b>
Probenmatrix	<b>Proben 1-6:</b> Trägermatrix / Zutaten: Kartoffelpulver (ca. 75%), Maltodextrin (ca. 25%) sowie weitere Zusatzstoffe und Allergene Lebensmittel (nur in Proben 1-5)
Probenzahl und Probenmenge	5 unterschiedliche Proben je 20 g + 1 „Null-Probe“ 20 g
Lagerungsinformation	Proben 1-6: Raumtemperatur (Langzeit gekühlt 2 - 10 °C)
Verwendungszweck	Ausschließlich für Laboruntersuchungen (Qualitätskontrollproben)
Parameter	qualitativ + quantitativ: Soja / Sojaprotein aus Sojamehl, Sojaisolat, Sojagranulat, Sojamilch oder Tofu Proben 1-5: ca. 50 - 150 mg/kg (als Gesamt-Sojaprotein)
Untersuchungsmethoden	Methode ist freigestellt
Hinweis zur Analyse	Die Untersuchung der Eignungsprüfung soll entsprechend einer laborüblichen Routineanalyse vorgenommen werden. Generell empfehlen wir vor der Analyse, insbesondere bei kleinen Analyseneinwaagen, eine repräsentative Probenmenge entsprechend guter Laborpraxis zu homogenisieren. Vorzugsweise ist die Gesamtmenge zu homogenisieren.
Ergebnisangabe	Es werden für jede Probe 1 - 6 je ein Ergebnis ermittelt. Die Einzelergebnisse sind in die Ergebnisabgabe-Datei einzutragen, bei Mehrfachbestimmungen der Mittelwert.
Einheiten	mg/kg
Anzahl von Stellen	mindestens 2 signifikante Stellen
Ergebnisabgabe	Die Ergebnisabgabe-Datei wird per eMail übermittelt an: <b>pt@dla-lvu.de</b>
Abgabetermin	<b>spätestens 02. Juni 2017</b>
Auswertebericht	Der Auswertebericht wird voraussichtlich 6 Wochen nach Abgabetermin der Ergebnisse fertiggestellt und per eMail als PDF-Datei zugesandt.
Koordinator und Ansprechpartner der EP	Dr. Matthias Besler

\* Die Kontrolle der Mischungshomogenität wird von DLA durchgeführt. Die Prüfung der Gehalte, Homogenität und Stabilität von EP-Parametern wird von DLA im Unterauftrag vergeben.

## 6. Verzeichnis der Teilnehmer in alphabetischer Reihenfolge

Teilnehmer / Participant	Ort / Town	Land / Country
		Deutschland
		AUSTRALIEN
		Deutschland
		ITALIEN
		USA
		Deutschland
		Deutschland
		BELGIEN
		Deutschland
		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. EN ISO/IEC 17034:2016; Konformitätsbewertung - Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Referenzmaterialherstellern / General requirements for the competence of reference material producers
17. ISO Guide 34:2000; General requirements for the competence of reference material producers
18. DAkkS 71 SD 1/4 016; Ermittlung und Angabe der Messunsicherheit nach Forderungen der DIN EN ISO/IEC 17025 (2011) [Estimation and indication of the measurement uncertainty]
19. 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
20. 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
21. 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
  22. 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
  23. Ministry of Health and Welfare, JSM, Japan 2006
  24. 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)
  25. 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)
  26. 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)
  27. 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
  28. 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
  29. 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
  30. ASU §64 LFGB L 06.00-56 Bestimmung von Sojaprotein in Fleisch und Fleischerzeugnissen Enzymimmunologisches Verfahren (2007)
  31. ASU §64 LFGB L 00.00-69 Bestimmung von Erdnuss-Kontaminationen in Lebensmitteln mittels ELISA im Mikrotiterplattensystem (2003)
  32. ASU §64 LFGB L 44.00-7 Bestimmung von Haselnuss-Kontaminationen in Schokolade und Schokoladenwaren mittels ELISA im Mikrotiterplattensystem (2006)
  33. ASU §64 LFGB L 16.01-9 Untersuchung von Lebensmitteln - Bestimmung von Soja (Glycine max) in Getreidemehl mittels real-time PCR (2016)
  34. 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)
  35. ASU §64 LFGB L 18.00-20 Untersuchung von Lebensmitteln - Nachweis und Bestimmung von Mandel (Prunus dulcis) in Reis- und Weizenkeksen sowie in Soßenpulver mittels real-time PCR (2014)
  36. 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)
  37. 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)

**DLA 14/2017 - Response PT: Soja**

16 Teilnehmer haben Ergebnisse eingereicht. Es wurden 6 LVU-Proben für den qualitativen Nachweis und die quantitative Bestimmung von Soja (Sojaprotein) in Sojamehl, Sojaisolat, Sojagranulat (texturiertes Soja), Sojamilch und Tofu in einer Trägermatrix sowie eine „Null“-Probe zur Verfügung gestellt. Die Teilnehmer-Ergebnisse wurden *qualitativ* mit einem Score von 1-5 bewertet, der angibt wie viele prozessierte Produkte erfolgreich erfasst wurden. Die quantitativen Ergebnisse wurden mit einem Wiederfindungs-Score (*WFR-Score*) bewertet, der angibt wie viele Ergebnisse im Bereich einer Wiederfindungsrate von 50 - 150% des Dotierungs-Levels liegen. Die Auswertung erfolgte getrennt nach ELISA-, PCR- und LC/MS-Methoden. Details sind dem Auswertebereicht zu entnehmen. 2 Teilnehmer hatten ihren Sitz im Europäischen Ausland (Belgien, Italien) und 2 Teilnehmer außerhalb Europas (Australien, USA).