



Auswertungs-Bericht
Laborvergleichsuntersuchung

DLA 04/2019

Allergene IV:

Sellerie, Senf und Sesam

in Gewürzsalz

DLA - Proficiency Tests GmbH
Kalte Weide 21
24641 Sievershütten/Germany

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

Koordinator der LVU:
Dr. Matthias Besler-Scharf

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

<i>EP-Anbieter</i> <i>PT-Provider</i>	<p>DLA - Proficiency Tests GmbH Kalte Weide 21, 24641 Sievershütten, Germany</p> <p>Geschäftsführer/CEO: Dr. Matthias Besler-Scharf Stellv. Leitung/Deputy Lead: Alexandra Scharf MSc.</p> <p>Tel. ++49-(0)4532-9183358 Mob. ++49(0)171-1954375 Fax. ++49(0)4102-9944976 eMail. proficiency-testing@dla-lvu.de</p>
<i>EP-Nummer</i> <i>PT-Number</i>	DLA 04/2019
<i>EP-Koordinator</i> <i>PT-Coordinator</i>	Dr. Matthias Besler-Scharf
<i>Status des EP-Bericht</i> <i>Status of PT-Report</i>	<p>Abschlussbericht / Final report (14. Oktober 2019)</p> <p>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.</p>
<i>EP-Bericht Freigabe</i> <i>PT-Report Authorization</i>	<p>Dr. Matthias Besler-Scharf (Technischer Leiter / Technical Manager) - <i>gezeichnet / signed M. Besler-Scharf</i> Alexandra Scharf MSc. (QM-Beauftragte / Quality Manager) - <i>gezeichnet / signed A. Scharf</i> Datum / Date: 14. Oktober 2019</p>
<i>Unteraufträge</i> <i>Subcontractors</i>	<p>Falls im Rahmen der Eignungsprüfung eine Prüfung der Gehalte, Homogenität und Stabilität von EP-Parametern durchgeführt wurde, hat DLA diese im Unterauftrag vergeben.</p> <p>In case the analysis of the content, homogeneity and stability of PT-parameters was part of the proficiency test, the determinations were subcontracted by DLA.</p>
<i>Vertraulichkeit</i> <i>Confidentiality</i>	<p>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.</p> <p>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.</p>

Inhalt

1. Einleitung.....	4
2. Durchführung.....	4
2.1 Untersuchungsmaterial.....	4
2.1.1 Homogenität.....	6
2.1.2 Stabilität.....	9
2.2 Probenversand und Informationen zur Untersuchung.....	9
2.3 Ergebnisübermittlung.....	9
3. Auswertung.....	10
3.1 Konsenswert der Teilnehmer (zugewiesener Wert).....	10
3.2 Robuste Standardabweichung.....	11
3.3 Ausschluss von Ergebnissen und Ausreißer	11
3.4 Zielstandardabweichung (für die Eignungsbeurteilung).....	12
3.4.1 Allgemeines Modell nach Horwitz.....	12
3.4.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision	12
3.4.3 Werte aus Erkenntnissen	15
3.5 z-Score.....	16
3.6 z'-Score.....	17
3.7 Quotient S^*/σ_{pt}	17
3.8 Standardunsicherheit und Rückführbarkeit.....	17
3.9 Graphische Darstellung der Bezugswerte.....	18
3.10 Wiederfindungsraten: Dotierung.....	18
4. Ergebnisse.....	19
4.1 Vergleichsuntersuchung Sellerie.....	21
4.1.1 ELISA-Ergebnisse: Sellerie (Selleriesamen).....	21
4.1.2 PCR-Ergebnisse: Sellerie (Selleriesamen).....	22
4.2 Vergleichsuntersuchung Senf.....	27
4.2.1 ELISA-Ergebnisse: Senf (<i>Sinapis alba</i>).....	27
4.2.2 PCR-Ergebnisse: Senf (<i>Sinapis alba</i>)	37
4.3 Vergleichsuntersuchung Sesam.....	42
4.3.1 ELISA-Ergebnisse: Sesam.....	42
4.3.2 PCR-Ergebnisse: Sesam.....	54
5. Dokumentation.....	59
5.1 Angaben der Teilnehmer.....	59
5.1.1 ELISA: Senf.....	59
5.1.2 ELISA: Sesam.....	61
5.1.3 PCR: Sellerie.....	63
5.1.4 PCR: Senf.....	65
5.1.5 PCR: Sesam.....	67
5.2 Homogenität.....	69
5.2.1 Mischungshomogenität vor der Abfüllung.....	69
5.3 Informationen zur Eignungsprüfung (EP).....	70
6. Verzeichnis der Teilnehmer in alphabetischer Reihenfolge.....	71
7. Verzeichnis relevanter Literatur.....	72

1. Einleitung

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

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

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

2. Durchführung

2.1 Untersuchungsmaterial

Zur Untersuchung wurden zwei verschiedene LVU-Proben mit gleicher Lebensmittelmatrix für den Nachweis und die quantitative Bestimmung der Allergene im mg/kg-Bereich und eine Dotierungsniveauprobe mit einfacher Matrix zur Verfügung gestellt. Einer der beiden LVU-Proben (dotierte Probe) sowie der Dotierungsniveauprobe wurden die betreffenden allergenen Zutaten in ähnlichem Konzentrationsbereich zugesetzt. Die Untersuchungsergebnisse der Dotierungsniveauprobe sollen im Vergleich zur dotierten LVU-Probe die Möglichkeit geben, die Nachweisbarkeit der Allergene ohne und mit Einfluss der Lebensmittelmatrix bzw. -prozessierung zu charakterisieren.

Bei dem Untersuchungsmaterial der Lebensmittelmatrixproben handelt es sich um ein handelsübliches Jodsatz mit Zusatz von handelsüblichen Gewürzen (Pfeffer, Paprika, Zwiebel). Die Grundzusammensetzung war für beide Proben A und B gleich (s. Tabelle 1). Die Zutaten der Grundmischung wurden zusammengegeben und homogenisiert.

Anschließend wurde die **dotierte Probe A** folgendermaßen hergestellt:

Die Dotierungsmaterialien, die die allergenen Zutaten Sellerie, Senf und Sesam enthalten, wurden mittels Zentrifugalmühle gesiebt (mesh 250 µm), dann zu einem Aliquot der Grundmatrix gegeben und die Mischung homogenisiert. Anschließend wurde portionsweise erneut Grundmatrix in 3 weiteren Schritten zugegeben und jeweils homogenisiert bis die Gesamtmenge erreicht war.

Die **Dotierungsniveauprobe** wurde mit den oben genannten allergenhaltigen Dotierungsmaterialien unter mehrstufiger Zugabe von Kartoffelpulver (mesh <500 µm) und Homogenisierung hergestellt.

Die Proben A und B wurden zu Portionen von ca. 25 g und die Dotierungsniveauprobe von ca. 15 g in metallisierte PET-Folienbeutel abgefüllt.

Tabelle 1: Zusammensetzung der DLA-Proben

Zutaten	Probe A	Probe B	Dotierungs- niveauprobe
Gewürzsalz Zutaten: Salz (96%), Zwiebelpulver (1,5%), Pfeffer (1,3%), Paprika (1,1%)	98,4 g/100 g	100 g/100g	-
Kartoffelpulver Zutaten: Kartoffeln, E471, E304, E223, E100	-	-	98,5 g/100 g
<i>Selleriesamen:</i> - als Sellerie* - davon 20,0% Gesamtprotein**	38,9 mg/kg 7,79 mg/kg	-	35,0 mg/kg 7,01 mg/kg
<i>Senf, gelb:</i> - als Senf* - davon 30,6% Gesamtprotein**	49,4 mg/kg 15,1 mg/kg	-	44,5 mg/kg 13,6 mg/kg
<i>Sesam, weiß:</i> - als Sesam* - davon 23,3% Gesamtprotein**	31,0 mg/kg 7,21 mg/kg	-	27,9 mg/kg 6,49 mg/kg
<i>weitere Zutaten:</i> Maltodextrin, Natriumsulfat und Siliciumdioxid	<0,02 g/100 g	-	<0,02 g/100 g

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

** Proteingehalte gemäß Laboranalyse des Rohstoffs (Gesamtstickstoff nach Kjeldahl mit F=6,25 für Sellerie-, Senf-, und Sesamprotein)

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 μm -Größe zur Probe gegeben und die Partikelzahl wird nach der Homogenisierung in entnommenen Aliquoten bestimmt. Die Bewertung der Mischungshomogenität erfolgt auf Grundlage der Poissonverteilung anhand des chi-Quadrat-Tests. Eine Wahrscheinlichkeit von $\geq 5\%$ ist gleichzusetzen mit einer guten homogenen Mischung und von $\geq 25\%$ mit einer exzellenten Mischung [14, 15]. Die Microtracer-Analyse der vorliegenden LVU-Probe A und der Dotierungsmaterialprobe hat eine Wahrscheinlichkeit von 90% bzw. 91% ergeben. Die Partikel-Ergebnisse wurden zusätzlich in Konzentrationen umgerechnet, statistisch als Normalverteilung ausgewertet und mit der Standardabweichung nach Horwitz verglichen. Für die Beurteilung sind HorRat-Werte zwischen 0,3 und 1,3 unter Wiederholbedingungen (Messungen innerhalb des Labors) zu akzeptieren [17]. Es wurden HorRat-Werte von 1,0 bzw. 0,8 erhalten. Die Ergebnisse der Microtracer-Analyse sind in der Dokumentation angegeben.

Homogenität der abgefüllten dotierten Probe A

Durchführung der Homogenitätstests

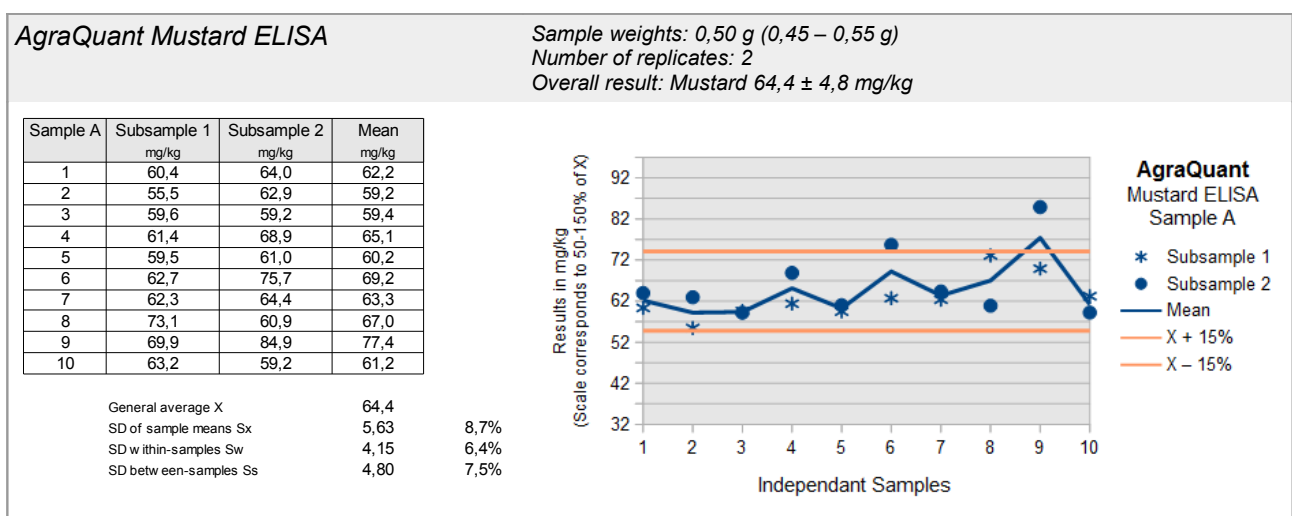
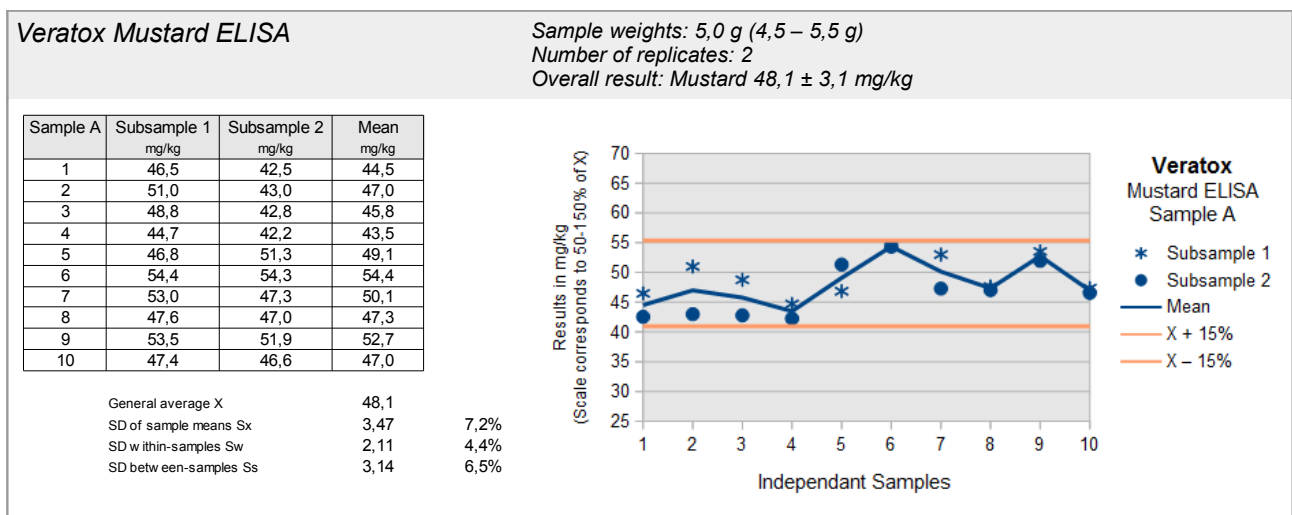
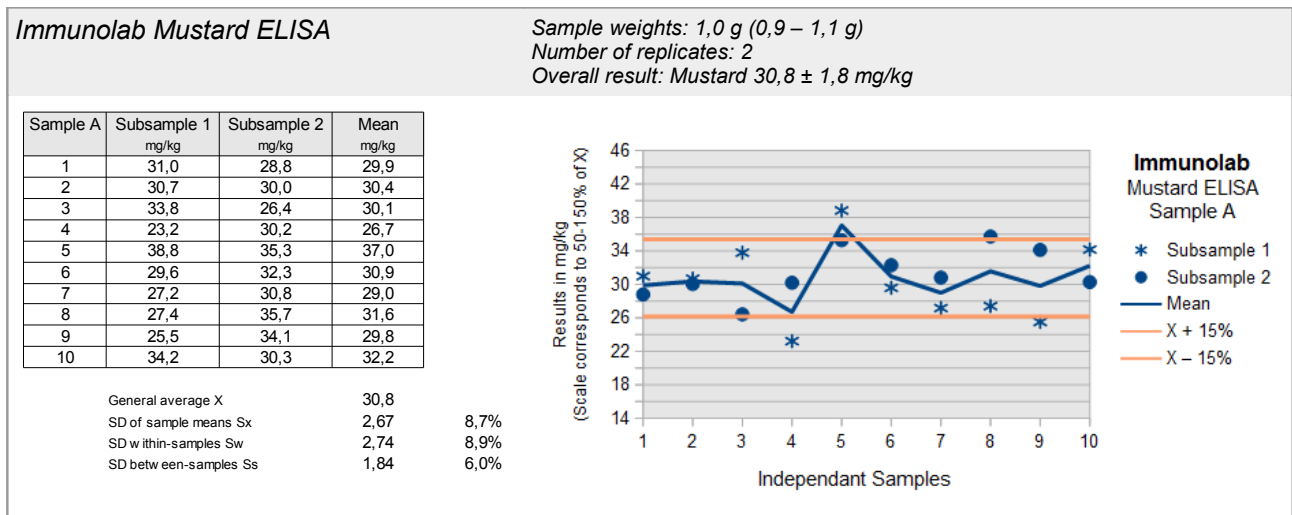
Die Homogenitätstests wurden in Kooperation mit den Labors der angegebenen Testkit-Anbieter durchgeführt. Von DLA wurden zufällig 10 Muster der abgefüllten dotierten Probe ausgewählt und davon jeweils 2 Teilproben in zuvor zufällig codierte Extraktionsbehälter eingewogen und anschließend den Labors zur Analyse zugeschickt. Die Einwaagen wurden mit einer Abweichung von $\pm 10\%$ von der Soll-einwaage der Testkit-Anleitung vorgenommen und den Labors nicht mitgeteilt. Nach Übersendung der Analysenergebnisse durch die Labors wurden die gültigen Ergebnisse anhand der exakten Einwaagen von DLA berechnet und die statistische Berechnung gemäß ISO 13528:2015 Anhang B (ggf. inkl. Anmerkungen 1 u. 2) vorgenommen.

Bewertung der Homogenität

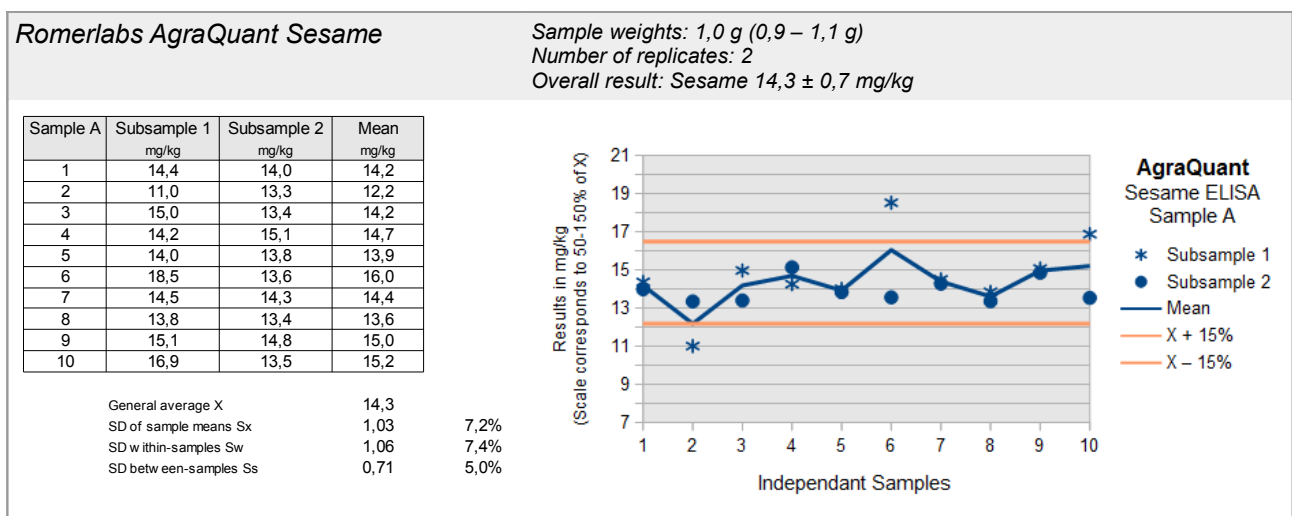
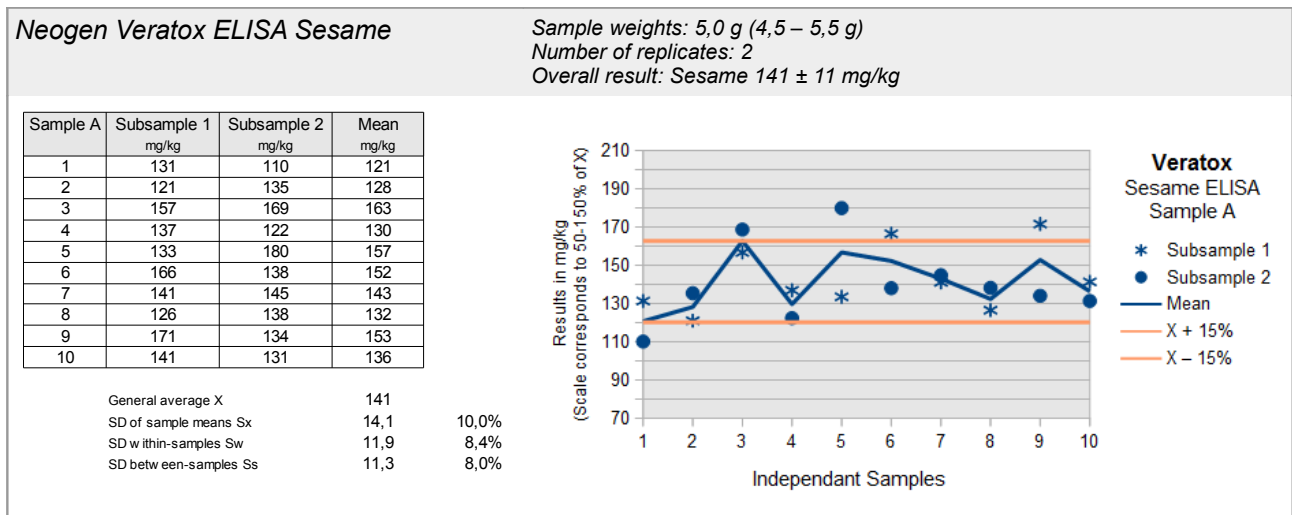
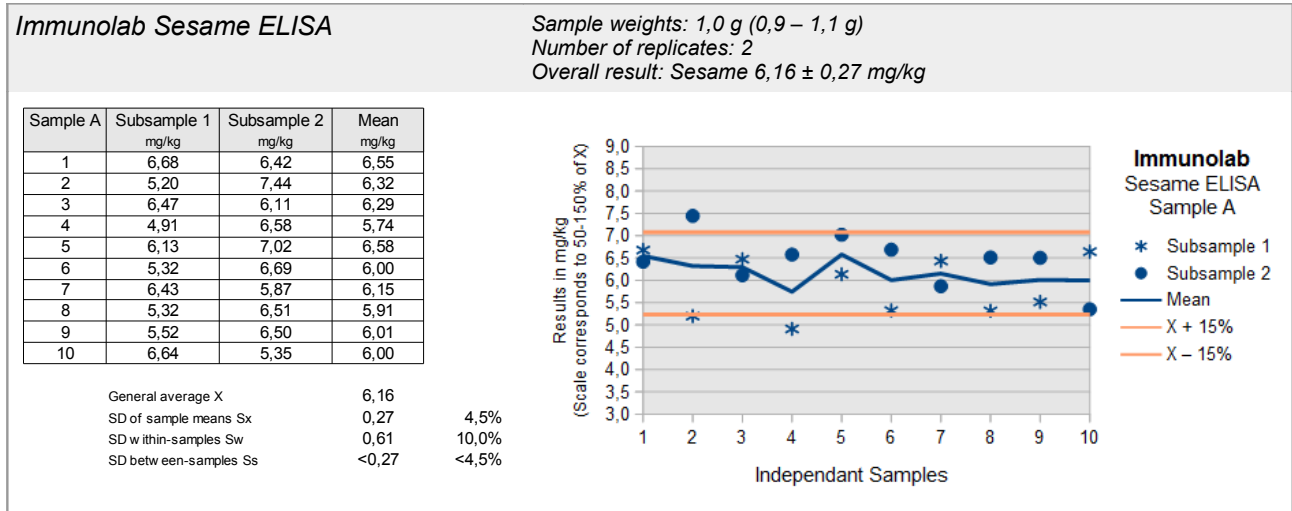
Die Homogenität wird mit einer Standardabweichung zwischen den Proben von $S_s \leq 15\%$ („Heterogenitätsstandardabweichung“) als hinreichend gesichert angesehen. Dieses Kriterium wird für die untersuchte Probe A in allen ELISA-Tests sowohl für Senf (Immunolab, Veratox und AgraQuant) als auch für Sesam (Immunolab, Veratox und AgraQuant) erfüllt (s. Seite 7). Die Anforderung an Wiederholstandardabweichungen von ELISA- und PCR-Verfahren ist üblicherweise $\leq 25\%$ [18, 19, 22, 23].

Falls die Kriterien für eine ausreichende Homogenität des Probenmaterials bezüglich eines Parameters nicht erfüllt sind, werden die Auswirkungen auf die Zielstandardabweichung geprüft. Ggf. erfolgt die Bewertung der Ergebnisse der Teilnehmer unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit des zugewiesenen Wertes anhand von z'-Scores (s. 3.6 und 3.8) [3].

ELISA-Tests: Homogenität Senf / Homogeneity Mustard



ELISA-Tests: Homogenität Sesam / Homogeneity Sesame



2.1.2 Stabilität

Eine Wasseraktivität (a_w) von $< 0,5$ ist ein wichtiger Faktor um die Stabilität von trockenen und getrockneten Produkten während der Lagerung zu gewährleisten, optimale Bedingung für die Lagerung ist der a_w -Wert-Bereich von $0,15 - 0,3$, in diesem Bereich ist die geringstmögliche Degraderationsrate zu erwarten [16].

Die Erfahrungen mit diversen DLA-Materialien zeigen bei vergleichbarer Matrix und Wasseraktivität (a_w -Wert $< 0,5$) eine gute Haltbarkeit der EP-Proben und Lagerstabilität gegenüber mikrobiellem Verderb und bezüglich des Gehalts an den EP-Parametern.

Der a_w -Wert der EP-Proben lag bei ca. $0,39$ ($21,9^\circ\text{C}$). 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 23. Kalenderwoche 2019 je eine Portion der Untersuchungsmaterialien A und B sowie eine Dotierungsmaterialprobe verschickt. Die Untersuchungsverfahren wurden freigestellt. Die Untersuchungen waren durchzuführen bis spätestens 19. Juli 2019.

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

*Es handelt sich um zwei unterschiedliche Proben A und B mit möglichen Gehalten an den allergenen Parametern **Sellerie**, **Senf** und/oder **Sesam** im mg/kg Bereich in der Matrix **Gewürzsalz**. Eine der beiden Proben sowie die "Dotierungsniveauprobe" wurden mit den allergenen Zutaten hergestellt. Die "Dotierungsniveauprobe" enthält die Allergene in einfacher Matrix mit ähnlichen Gehalten ohne weitere Prozessierung. Die Dotierungsniveauprobe soll wie eine normale Probe untersucht werden.*

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.

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.

Alle 42 Teilnehmer ihre Ergebnisse fristgerecht abgegeben.

3. Auswertung

Verschiedene ELISA-Methoden zur quantitativen Bestimmung von Allergenen in Lebensmitteln können verschiedene Antikörper-Spezifitäten aufweisen, mit unterschiedlichem Referenzmaterial kalibriert worden sein und sich unterschiedlicher Extraktionsverfahren bedienen. Die verschiedenen ELISA-Methoden können daher zu einer unterschiedlichen Bewertung des Gehalts eines Analyten führen [25, 26, 27, 28]. Aus diesem Grund werden die Ergebnisse, wenn möglich in der Auswertung verschiedenen Bezugswerten gegenübergestellt.

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

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

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

3.1 Konsenswert der Teilnehmer (zugewiesener Wert)

Für die Auswertung wurde als zugewiesener Wert (X_{pt}) der **robuste Mittelwert** der eingesandten Ergebnisse verwendet („Konsenswert der Teilnehmer“). Die Berechnung erfolgt nach Algorithmus A gemäß Anhang C der ISO 13528 [3]. Liegen < 12 quantitative Ergebnisse und eine erhöhte Differenz zwischen robustem Mittelwert und Median vor, ist ggf. der **Median** als zugewiesener Wert zu verwenden (Kriterium: $\Delta \text{Median} - \text{rob. Mittelwert} > 0,3 \sigma_{pt}$) [3].

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

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

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

- i) **Zugewiesener Wert aller Ergebnisse** - X_{ptALL}
- ii) **Zugewiesener Wert von Einzelmethoden** - $X_{ptMETHOD i}$
mit mindestens 5 quantitativen Ergebnisangaben.

Einzelergebnisse die außerhalb des angegebenen Messbereiches eines teilnehmenden Labors liegen (z.B. mit der Angabe > 25 mg/kg oder $< 2,5$ mg/kg) oder die Angabe „0“ werden für die statistische Auswertung generell nicht berücksichtigt [3].

3.2 Robuste Standardabweichung

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

Folgende robuste Standardabweichungen werden herangezogen:

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

3.3 Ausschluss von Ergebnissen und Ausreißer

Ergebnisse können vorab von der statistischen Auswertung ausgeschlossen werden, wenn offensichtliche grobe Fehler, wie z. B. falsche Einheiten, Dezimalstellen, zu geringe Anzahl signifikanter Stellen (gültige Ziffern) oder Angaben für einen falschen Prüfgegenstand vorliegen [2]. Auch wenn ein Ergebnis z.B. mit einem Faktor >10 deutlich vom Mittelwert abweicht und einen Einfluss auf die robuste Statistik hat, kann ein Ergebnis von der statistischen Auswertung ausgeschlossen werden [3].

Alle Ergebnisse sollen mit mindestens 2 signifikanten Stellen (gültige Ziffern) angegeben werden. Die Angabe von 3 Stellen 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 (Algorithmus A) geprüft: Ergebnisse, die um mehr als das Dreifache der robusten Standardabweichung vom robusten Mittelwert abweichen, können danach als Ausreißer eingestuft werden [3]. Aufgrund der Anwendung der robusten Statistik werden Ausreißer i.d.R. nicht von der Auswertung ausgeschlossen, sofern keine anderen Gründe vorliegen (s.o.) [3]. Ermittelte Ausreißer werden im Ergebnisteil nur genannt, wenn sie von der statistischen Auswertung ausgeschlossen wurden.

3.4 Zielstandardabweichung (für die Eignungsbeurteilung)

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

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

3.4.1 Allgemeines Modell nach Horwitz

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

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

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

Die Zielstandardabweichung nach Horwitz wird z.Z. in der Praxis von ELISA- und PCR-Verfahren mit Messwerten im mg/kg Bereich nur in Ausnahmefällen erreicht.

3.4.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision

Aus der Vergleichsstandardabweichung σ_R und der Wiederholstandardabweichung σ_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 σ_{pt} abgeleitet werden [3]:

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

Die in Tabelle 2a (ELISA) und Tabelle 2b (PCR) angegebenen relativen Wiederholstandardabweichungen (RSD_r) und relativen Vergleichsstandardabweichungen (RSD_R) wurden in Ringversuchen mittels der angegebenen Methoden ermittelt. Die resultierenden Zielstandardabweichungen σ_{pt} wurden für eine Anzahl von $m = 2$ Wiederholmessungen berechnet. Bei einer Anzahl von $m = 1$ ist die Vergleichsstandardabweichung σ_R gleich der Zielstandardabweichung σ_{pt} .

Tabelle 2a: ELISA-Methoden – Relative Wiederholstandardabweichungen (RSD_r) und relative Vergleichsstandardabweichungen (RSD_R) gemäß ausgewählter Auswertungen von Versuchen zur Präzision und die resultierende Zielstandardabweichung σ_{pt} [30-31]

Parameter	Matrix	Mittelwerte [mg/kg]	Wiederfindung	rob RSD_r	RSD_r	RSD_R	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%	

Aus den Präzisionsdaten der ASU §64 Methoden ergeben sich abhängig von Matrix bzw. Prozessierung und Konzentrationsbereich relative Zielstandardabweichungen im Bereich von 12 – 32% für die ELISA-Methoden und 15 – 43% für die PCR-Methoden (s. Tab. 2a und 2b).

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 [24]. 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 [24].

Das IRMM (Institute for Reference Materials and Measurements) hat in einem Ringversuch die Eignung fünf verschiedener ELISA-Test-Kits zur Bestimmung von Erdnuss getestet [27]. 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 2b: PCR-Methoden – Relative Wiederholstandardabweichungen (RSD_r) und relative Vergleichsstandardabweichungen (RSD_R) gemäß ausgewählter Auswertungen von Versuchen zur Präzision und die resultierende Zielstandardabweichung σ_{pt} [32-36]

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

3.4.3 Werte aus Erkenntnissen

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

Anforderungen an die Leistungsfähigkeit der Analysemethoden zur quantitativen Bestimmung von Allergenen in Lebensmitteln sind u.a. vom Ministry of Health and Welfare (MHLW) in Japan [22], von der Arbeitsgruppe 12 „Lebensmittelallergene“ des Technischen Komitees CEN/TC 275 [19-21], von einer internationalen "Food Allergen Working Group" unter der Leitung der AOAC Presidential Task Force on Food Allergens [23] und vom Codex Alimentarius Committee (CAC/GL 74-2010) [18] erarbeitet worden.

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

Tabelle 3: ELISA-Validierungskriterien

Literatur [18-24]	Wiederfindungsrate	Wiederholstandardabweichung	Vergleichsstandardabweichung
MHLW 2006	50 - 150%		≤ 25%
CEN 2009		≤ 20%	
AOAC 2010	50 - 150%	6,9 - 34,4% ^(a)	19,5 - 57,2% ^(a)
CAC 2010	70 - 120%	≤ 25%	≤ 35%

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

Tabelle 4: PCR-Validierungskriterien

Literatur [18]	Wiederfindungsrate	Wiederholstandardabweichung	Vergleichsstandardabweichung
CAC 2010	± 25% ^(a)	≤ 25%	≤ 35%

(a) = Trueness / Richtigkeit

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

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

3.5 z-Score

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

Die Berechnung erfolgt nach:

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

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

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

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

- i) **z-Score** - **z_{ALL}** (bezogen auf alle Ergebnisse)
- ii) **z-Score** - **z_{METHOD i}** (bezogen auf Einzelmethoden)

3.5.1 Warn- und Eingriffssignale

Gemäß der ISO 13528 für statistische Verfahren für Eignungsprüfungen wird empfohlen, dass ein Ergebnis, das einen z-Wert $> 3,0$ oder $< -3,0$ ergibt, als „Eingriffssignal“ zu werten ist [3]. Gleichmaßen 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 ≥ 10 Ergebnisse vorliegen [3].

3.6 z'-Score

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

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

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

Zu Warn- und Eingriffssignalen siehe 3.5.1.

3.7 Quotient S^*/σ_{pt}

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

3.8 Standardunsicherheit und Rückführbarkeit

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.

Die Rückführbarkeit des zugewiesenen Wertes wird anhand des Konsenswertes als robuster Mittelwert der Teilnehmerergebnisse gewährleistet.

3.9 Graphische Darstellung der Bezugswerte

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

3.10 Wiederfindungsraten: Dotierung

Für die Ergebnisse von Dotierungsniveauprobe und dotierter Probe werden Wiederfindungsraten in Bezug auf die zugesetzten Allergene (Zusatzniveau) berechnet. Die Bezugswerte ergeben sich aus den unter 2.1 Untersuchungsmaterial in Tabelle 1 angegebenen Gehalten. Als Akzeptanzbereich AB für die Bewertung der Teilnehmerergebnisse wird der von der AOAC vorgeschlagene Bereich von 50 - 150% für die Wiederfindungsraten von Allergen-ELISAs herangezogen [23]. Für quantitative PCR- oder LC/MS-Bestimmungen wird ebenfalls dieser Akzeptanzbereich herangezogen.

4. Ergebnisse

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

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

Die folgenden Ergebnisseiten sind für die allergenen Bestandteile jeweils gleich aufgebaut. Es werden zunächst die Ergebnisse aller ELISA- bzw. PCR-Methoden zu einem Parameter für die Proben A und B (qualitativ und ggf. quantitativ) und danach für die Dotierungsniveauprobe (nur quantitativ) angegeben. Die Wiederfindungsraten der Ergebnisse für die Dotierungsniveauprobe und die dotierte Probe A oder B werden anschließend behandelt.

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 unterschiedlichen Angaben (z.B. als Protein oder allergenes Lebensmittel) soweit möglich von DLA harmonisiert.

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

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

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

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

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

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

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

^o Zielbereich berechnet mit z-Score oder z'-Score

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

4.1 Vergleichsuntersuchung Sellerie

4.1.1 ELISA-Ergebnisse: Sellerie (Selleriesamen)

Anmerkung:

Es wurden keine ELISA-Bestimmungen von den Teilnehmern durchgeführt.

4.1.2 PCR-Ergebnisse: Sellerie (Selleriesamen)

Qualitative Auswertung der Ergebnisse: Proben A und B

Auswertenummer	Probe A	Probe A	Probe B	Probe B	Qualitative Bewertung	Methode	Hinweis
	pos/neg	[mg/kg]	pos/neg	[mg/kg]	Übereinstimmungen mit Konsenswerten		
4	positiv		negativ		2/2 (100%)	ASU	Probe A: Spuren nahe LOD
13	positiv		negativ		2/2 (100%)	ASU	
26	positiv		negativ		2/2 (100%)	ASU	
35	positiv		negativ		2/2 (100%)	ASU	
23a	positiv	0,860	negativ		2/2 (100%)	FP	Angegeben als Sellerie-DNA
23b	positiv		negativ		2/2 (100%)	GI	
33	positiv		negativ		2/2 (100%)	IM	
11	positiv		negativ		2/2 (100%)	MS	
36	positiv	70,0	negativ		2/2 (100%)	MS	
10	positiv	7,61	positiv	1	1/2 (50%)	SFA	
12	positiv	28,7	negativ	<1	2/2 (100%)	SFA	
17	positiv		negativ		2/2 (100%)	SFA	
18	positiv		positiv		1/2 (50%)	SFA	
22	positiv		negativ		2/2 (100%)	SFA	
29	positiv		negativ		2/2 (100%)	SFA	
34	positiv		positiv		1/2 (50%)	SFA	
27	positiv		negativ		2/2 (100%)	SFA-4p	
1	positiv		negativ		2/2 (100%)	div	
3	positiv		negativ	8	2/2 (100%)	div	
8	negativ		negativ		1/2 (50%)	div	keine Positivprobe detektiert
14	positiv		negativ		2/2 (100%)	div	
20	positiv		negativ		2/2 (100%)	div	
28	positiv		negativ		2/2 (100%)	div	
38	positiv		negativ		2/2 (100%)	div	
41	positiv		negativ		2/2 (100%)	div	

	Probe A	Probe B
Anzahl positiv	24	3
Anzahl negativ	1	22
Prozent positiv	96	12
Prozent negativ	4	88
Konsenswert	positiv	negativ

Methoden:

ASU = ASU §64 Methode/method
 FP = foodproof Detection Kit, BIOTECON Diagnostics
 GI = GEN-IAL First Allergen
 IM = Imegen Celery ID kit
 MS = Microsynth
 SFA = Sure Food ALLERGEN, R-Biopharm / Congen
 SFA-4p = Sure Food Allergen 4plex, R-Biopharm / Congen
 div = keine genaue Angabe / andere Methode
 div = not indicated / other method

Anmerkung:

Die Konsenswerte stehen in qualitativer Übereinstimmung mit der Dotierung von Probe A. Drei positive Ergebnisse für Probe B wurden mit der Methode SFA (SureFood Allergen) erhalten.

Quantitative Auswertung PCR: Probe A

Eine Auswertung der quantitativen Ergebnisse erfolgte nicht, weil zu wenige Einzelergebnisse vorlagen.

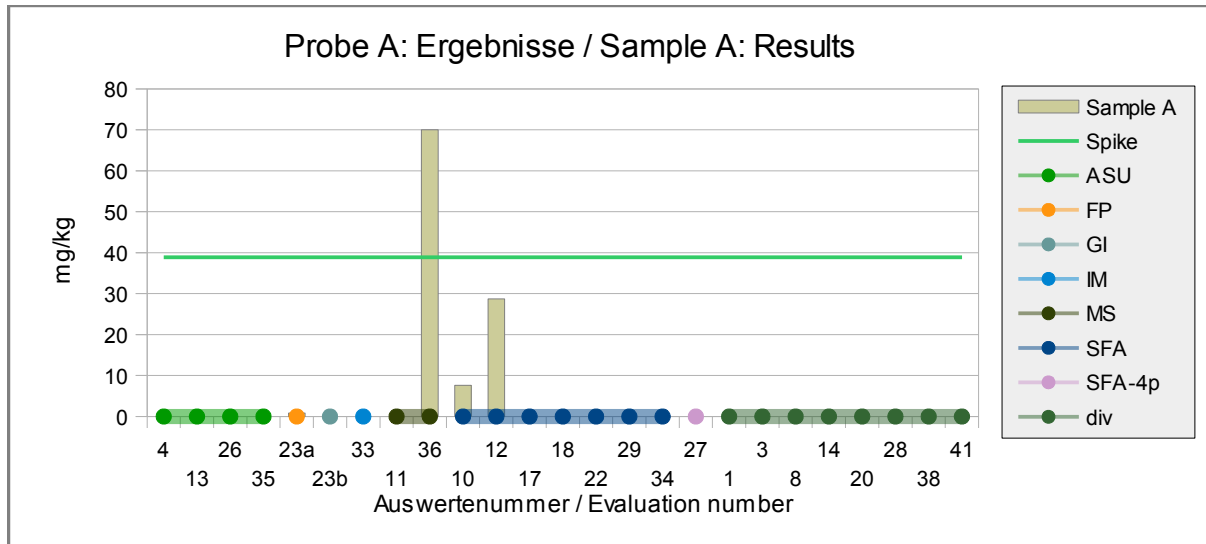


Abb./Fig. 1: PCR-Ergebnisse Sellerie
 grüne Linie = Zusatzniveau (Spike)
 runde Symbole = Zuordnung der Methoden (s. Legende)

Quantitative Auswertung PCR: Dotierungsniveauprobe

Eine Auswertung der quantitativen Ergebnisse erfolgte nicht, weil zu wenige Einzelergebnisse vorlagen.

Auswertenummer	Sellerie pos/neg	Sellerie [mg/kg]	z-Score Xpt _{ALL}	Methode	Hinweis
4	positiv			ASU	
13	positiv			ASU	
26	positiv			ASU	
35	positiv			ASU	
23a	positiv	0,420		FP	Angegeben als Sellerie-DNA
23b	positiv			GI	
33	positiv			IM	
11	positiv			MS	
36	positiv	100		MS	
10	positiv	3,08		SFA	
12	positiv	35,2		SFA	
17	positiv			SFA	
18	positiv			SFA	
22	positiv			SFA	
29	positiv			SFA	
34	positiv			SFA	
27	positiv			SFA-4p	
1	positiv			div	
3	-			div	
8	positiv			div	
14	negativ			div	
20	positiv			div	
28	positiv			div	
38	positiv			div	
41	positiv			div	

Anzahl positiv	23
Anzahl negativ	1
Prozent positiv	96
Prozent negativ	4
Konsenswert	positiv

Methoden:

ASU = ASU §64 Methode/method

FP = foodproof Detection Kit, BIOTECON Diagnostics

IM = Imegen Celery ID kit

MS = Microsynth

SFA = Sure Food ALLERGEN, R-Biopharm / Congen

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

div = keine genaue Angabe / andere Methode

div = not indicated / other method

Anmerkung:

Für die Dotierungsniveauprobe wurde ein negatives Ergebnis erhalten.

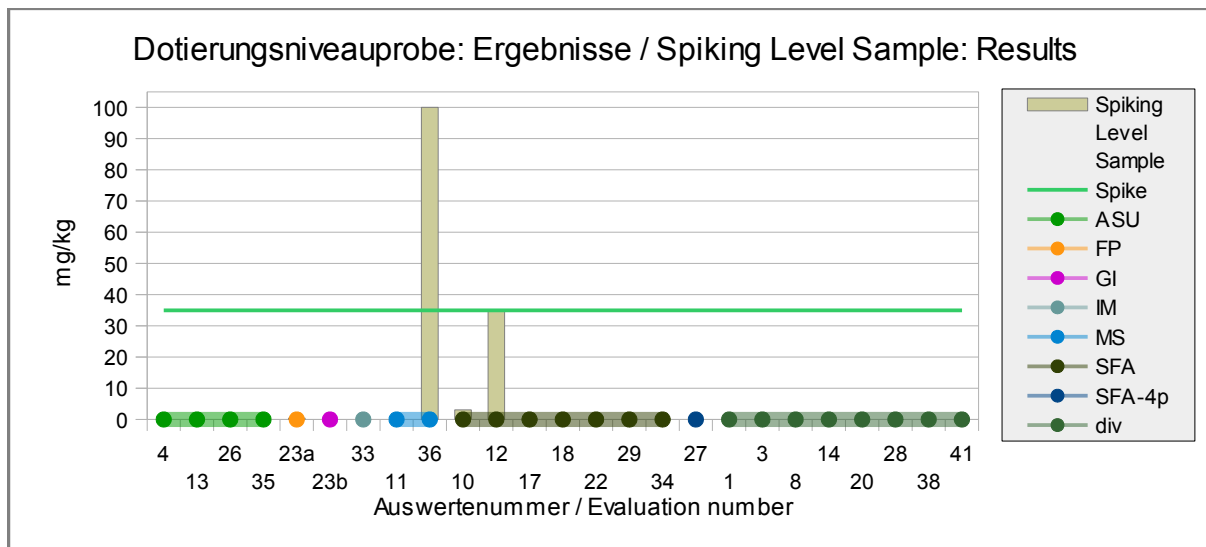


Abb./Fig. 2: PCR-Ergebnisse Sellerie
 grüne Linie = Zusatzniveau (Spike)
 runde Symbole = Zuordnung der Methoden (s. Legende)

**Wiederfindungsraten PCR für Sellerie:
Dotierungsniveauprobe und Probe A**

Auswertenummer	Dotierungsniveauprobe	Wiederfindungsrate*	Probe A	Wiederfindungsrate*	Methode	Hinweis
	[mg/kg]	[%]	[mg/kg]	[%]		
4					ASU	
13					ASU	
26					ASU	
35					ASU	
23a	0,420	(1,2)	0,860	(2,2)	FP	Angegeben als Sellerie-DNA (daher berechnete WF fraglich)
23b					GI	
33					IM	
11					MS	
36	100	286	70,0	180	MS	
10	3,08	8,8	7,61	20	SFA	
12	35,2	100	28,7	74	SFA	
17					SFA	
18					SFA	
22					SFA	
29					SFA	
34					SFA	
27					SFA-4p	
1					div	
3					div	
8					div	
14					div	
20					div	
28					div	
38					div	
41					div	

AB**	50-150 %	AB**	50-150 %
Anzahl im AB	1	Anzahl im AB	1
Prozent im AB	33	Prozent im AB	33

* Wiederfindungsrate 100% Bezugsgröße: Selleriesamen, s. Seite 5

** Akzeptanzbereich der AOAC für Allergen-ELISAs

Methoden:

ASU = ASU §64 Methode/method

FP = foodproof Detection Kit, BIOTECON Diagnostics

IM = Imegen Celery ID kit

MS = Microsynth

SFA = Sure Food ALLERGEN, R-Biopharm / Congen

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

div = keine genaue Angabe / andere Methode

div = not indicated / other method

Anmerkung:

Einer von 4 Teilnehmern hat sowohl mit der Dotierungsniveauprobe als auch mit der dotierten Lebensmittelmatrix-Probe A mittels PCR eine Wiederfindungsrate im Bereich der AOAC-Anforderung von 50-150% erhalten.

4.2 Vergleichsuntersuchung Senf

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

Qualitative Auswertung der Ergebnisse: Proben A und B

Auswertenummer	Probe A	Probe A	Probe B	Probe B	Qualitative Bewertung	Methode	Hinweis
	pos/neg	[mg/kg]	pos/neg	[mg/kg]	Übereinstimmungen mit Konsenswerten		
14	positiv	29,0	negativ	<2	2/2 (100%)	AQ	
21	positiv	33,8	negativ	<2,0	2/2 (100%)	AQ	
23	positiv	114	negativ	<3,3	2/2 (100%)	AQ	Ergebnis umgerechnet °
9	positiv	25,4	negativ	<2	2/2 (100%)	BC	
40	positiv	37,0	negativ	0	2/2 (100%)	BF	
10a	positiv	62,9	negativ	< 2,0	2/2 (100%)	EF	
22	positiv	63,4	negativ	<2	2/2 (100%)	IL	
32	positiv	33,6	negativ	<0,04	2/2 (100%)	IL	
10b	positiv	47,8	negativ	< 0,5	2/2 (100%)	RS-F	
12	positiv	83,1	negativ	<0,5	2/2 (100%)	RS-F	
13	positiv	64,2	negativ		2/2 (100%)	RS-F	
17	positiv	116	negativ	<1,6	2/2 (100%)	RS-F	Ergebnis umgerechnet °
18	positiv	69,0	negativ	<0,5	2/2 (100%)	RS-F	
19	positiv	15,8	negativ	0	2/2 (100%)	RS-F	
27	positiv		negativ		2/2 (100%)	RS-F	
28	positiv	69,4	negativ	<0,5	2/2 (100%)	RS-F	
31	positiv	>13,5	negativ	<0,5	2/2 (100%)	RS-F	
2	positiv	64,5	negativ		2/2 (100%)	VT	
4	positiv	56,0	negativ	<2,5	2/2 (100%)	VT	
7	positiv	64,1	negativ	<1,0	2/2 (100%)	VT	
15	positiv	42,1	negativ		2/2 (100%)	VT	
16	positiv	56,2	negativ	<2,5	2/2 (100%)	VT	
30	positiv	52,0	negativ	<2,5	2/2 (100%)	VT	
39	positiv	50,5	negativ	<2,5	2/2 (100%)	VT	
42	positiv	23,5	negativ		2/2 (100%)	VT	

° Umrechnung S. 19

	Probe A	Probe B
Anzahl positiv	25	0
Anzahl negativ	0	25
Prozent positiv	100	0
Prozent negativ	0	100
Konsenswert	positiv	negativ

Methoden:

AQ = AgraQuant, RomerLabs
 BC = BioCheck ELISA
 BF = MonoTrace ELISA, BioFront Technologies
 EF = SensiSpec ELISA Kit, Eurofins
 IL = Immunolab
 RS-F= Ridascreen® Fast, R-Biopharm
 VT = Veratox, Neogen

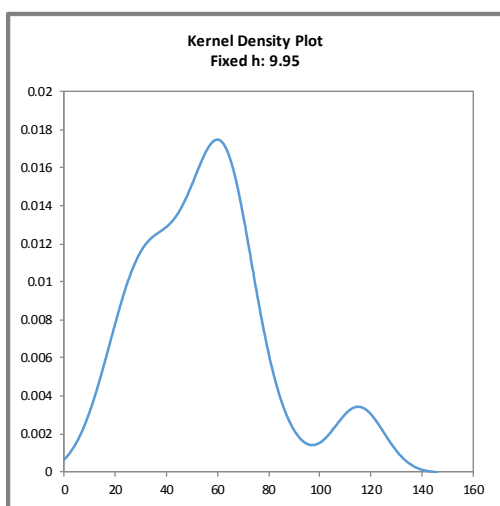
Anmerkung:

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

Quantitative Auswertung ELISA: Probe A

Auswertenummer	Senf [mg/kg]	z-Score Xpt _{ALL}	z-Score Xpt _{RS-F}	z-Score Xpt _{VT}	Methode	Hinweis
14	29,0	-1,8			AQ	
21	33,8	-1,5			AQ	
23	114	4,6			AQ	Ergebnis umgerechnet °
9	25,4	-2,1			BC	
40	37,0	-1,2			BF	
10a	62,9	0,74			EF	
22	63,4	0,78			IL	
32	33,6	-1,5			IL	
10b	47,8	-0,40	-1,1		RS-F	
12	83,1	2,3	1,0		RS-F	
13	64,2	0,84	-0,14		RS-F	
17	116	4,8	3,0		RS-F	Ergebnis umgerechnet °
18	69,0	1,2	0,15		RS-F	
19	15,8	-2,8	-3,0		RS-F	
27					RS-F	
28	69,4	1,2	0,17		RS-F	
31	>13,5				RS-F	
2	64,5	0,86		0,90	VT	
4	56,0	0,22		0,26	VT	
7	64,1	0,83		0,87	VT	
15	42,1	-0,83		-0,80	VT	
16	56,2	0,23		0,27	VT	
30	52,0	-0,08		-0,05	VT	
39	50,5	-0,20		-0,16	VT	
42	23,5	-2,2		-2,2	VT	

° Umrechnung S. 19



Methoden:

- AQ = AgraQuant, RomerLabs
- BC = BioCheck ELISA
- BF = MonoTrace ELISA, BioFront Technologies
- EF = SensiSpec ELISA Kit, Eurofins
- IL = Immunolab
- RS-F= Ridascreen® Fast, R-Biopharm
- VT = Veratox, Neogen

Abb. / Fig. 3:

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

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

Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt annähernd eine symmetrische Verteilung der Ergebnisse mit einer Schulter bei ca. 40 mg/kg und einem Nebenpeak bei 116 mg/kg, der auf erhöhte Einzelwerte zurückgeht (Methode RS-F und AQ).

Kenndaten: Quantitative Auswertung ELISA Senf**Probe A**

Kenndaten	Alle Ergebnisse [mg/kg]	Methode RS-F [mg/kg]	Methode VT [mg/kg]
Zugewiesener Wert (X_{pt})	$X_{pt_{ALL}}$	$X_{pt_{METHOD\ RS-F}}$	$X_{pt_{METHOD\ VT}}$
Anzahl der Messergebnisse	23	7	8
Anzahl der Ausreißer	0	0	0
Mittelwert	55,4	66,5	51,1
Median	56,0	69,0	54,0
Robuster Mittelwert (X_{pt})	53,1	66,5	52,6
Robuste Standardabweichung (S^*)	22,8	35,0	11,36
<i>Zielkenndaten:</i>			
Zielstandardabweichung σ_{pt}	13,3	16,6	13,2
Untere Grenze des Zielbereichs	26,5	33,3	26,3
Obere Grenze des Zielbereichs	79,6	100	78,9
Quotient S^*/σ_{pt}	1,7	2,1	0,86
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	5,96	16,5	5,02
Ergebnisse im Zielbereich	17	5	7
Prozent im Zielbereich	74	71	88

Methoden:

RS-F = R-Biopharm, Ridascreen® Fast

VT = Veratox, Neogen

Anmerkungen zu den Kenndaten und Vergleich der Bezugswerte:

Die Kerndichte-Schätzung zeigte annähernd eine symmetrische Verteilung (zwei hohe Einzelwerte).

Die Auswertungen der Ergebnisse aller Methoden und von Methode VT zeigten eine normale bis geringe Variabilität der Ergebnisse. Der Quotient S^*/σ_{pt} lag jeweils unter 2,0. Für Methode RS-F lag der Quotient minimal erhöht bei 2,1.

Die robusten Standardabweichungen liegen im teils höheren Bereich im Vergleich zu etablierten Werten für die Wiederhol- und Vergleichsstandardabweichung der eingesetzten Bestimmungsmethoden (vgl. 3.4.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision und 3.4.3 Werte aus Erkenntnissen). Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben. Diese Aussage ist für die methodenübergreifende Auswertung nur eingeschränkt gültig, da für einige Methoden nur wenige Ergebnisse vorlagen.

Die robusten Mittelwerte der Auswertungen lagen mit 107%, 135% bzw. 107% vom Zusatzniveau von Senf zu Probe A, innerhalb der relevanten Anforderungen für die eingesetzten Methoden (s. 3.4.3 und "Wiederfindungsraten ELISA für Senf" S.36).

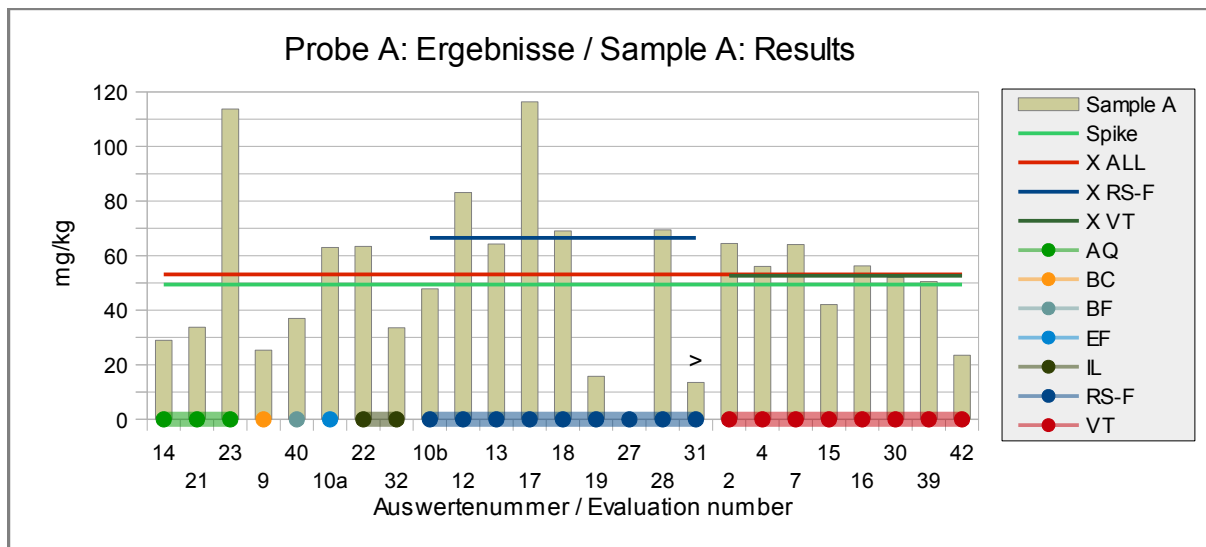


Abb./Fig. 4: ELISA-Ergebnisse Senf
 grüne Linie = Zusatzniveau (Spike)
 rote Linie = robuster Mittelwert aller Ergebnisse
 blaue Linie = robuster Mittelwert Ergebnisse Methode RS-F
 dunkelgrüne Linie = robuster Mittelwert Ergebnisse Methode VT
 runde Symbole = Zuordnung der Methoden (s. Legende)

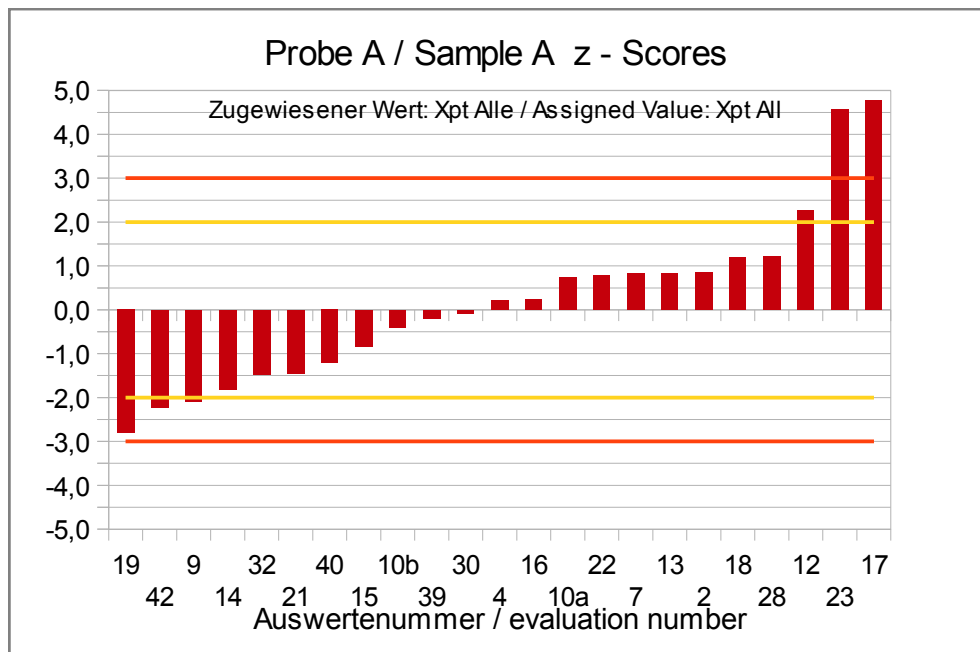


Abb./Fig. 5: z-Scores (ELISA-Ergebnisse als Senf) Zugewiesener Wert: robuster Mittelwert aller Ergebnisse

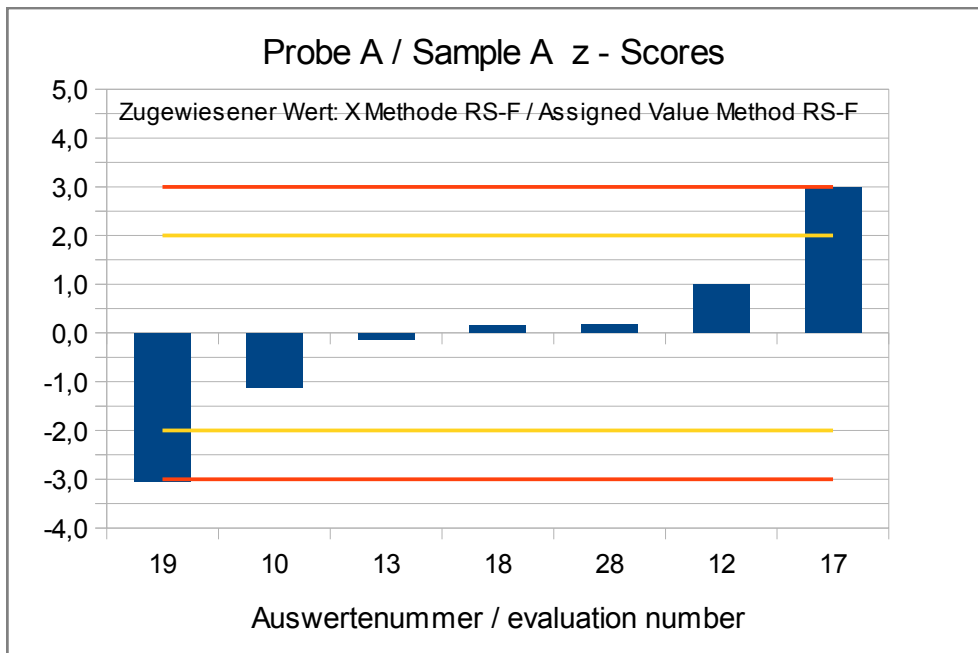


Abb./Fig. 6:

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

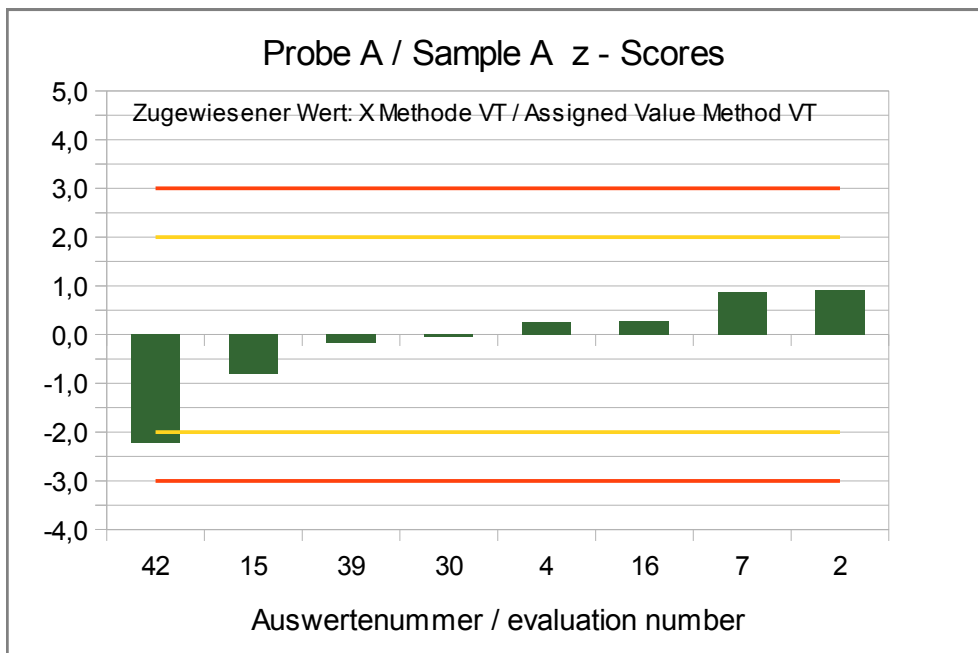


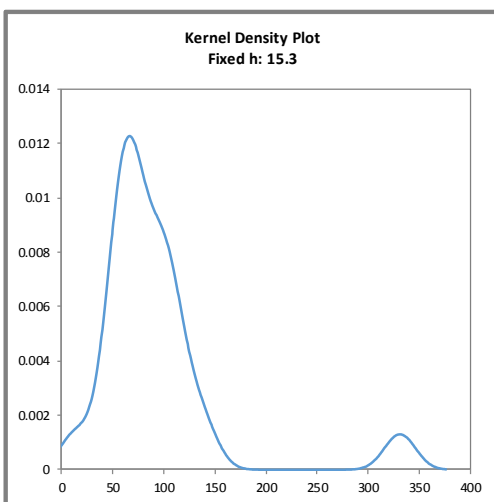
Abb./Fig. 7:

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

Quantitative Auswertung ELISA: Dotierungsniveauprobe

Auswertenummer	Senf [mg/kg]	z-Score X _{ptALL}	z-Score X _{ptRS-F}	z-Score X _{ptVT}	Methode	Hinweis
14	123	2,0			AQ	
21	139	2,8			AQ	
23	331	12			AQ	Ergebnis umgerechnet °
9	96,5	0,72			BC	
40	49,0	-1,6			BF	
10a	> 60				EF	
22	99,2	0,85			IL	
32	106	1,2			IL	
10b	>13,5				RS-F	
12	82,3	0,02	1,0		RS-F	
13	72,1	-0,47	0,41		RS-F	
17	64,4	-0,85	-0,06		RS-F	Ergebnis umgerechnet °
18	65,0	-0,82	-0,02		RS-F	
19	13,2	-3,4	-3,2		RS-F	
27					RS-F	
28	64,4	-0,85	-0,06		RS-F	
31	>13,5				RS-F	
2	102	0,99		1,5	VT	
4	105	1,1		1,6	VT	
7					VT	
15	79,7	-0,10		0,28	VT	
16	52,9	-1,4		-1,2	VT	
30	63,0	-0,9		-0,61	VT	
39	66,0	-0,77		-0,45	VT	
42	52,3	-1,44		-1,19	VT	

° Umrechnung S. 19



Methoden:

- AQ = AgraQuant, RomerLabs
- BC = BioCheck ELISA
- BF = MonoTrace ELISA, BioFront Technologies
- EF = SensiSpec ELISA Kit, Eurofins
- IL = Immunolab
- RS-F= Ridascreeen® Fast, R-Biopharm
- VT = Veratox, Neogen

Abb. / Fig. 8:

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

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

Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt annähernd eine symmetrische Verteilung mit einer Schulter bei ca. 100 mg/kg und einem Nebenpeak bei 330 mg/kg, der auf einen Einzelwert außerhalb des Zielbereiches zurückgeht (Methode AQ).

Kenndaten: Quantitative Auswertung ELISA Senf**Dotierungsniveauprobe**

Kenndaten	Alle Ergebnisse [mg/kg]	Methode RS-F [mg/kg]	Methode VT [mg/kg]
Zugewiesener Wert (X_{pt})	$X_{pt_{ALL}}$	$X_{pt_{METHOD RS-F}}$	$X_{pt_{METHOD VT}}$
Anzahl der Messergebnisse	20	6	7
Anzahl der Ausreißer	-	-	0
Mittelwert	91,3	60,2	74,4
Median	75,9	64,7	66,0
Robuster Mittelwert (X_{pt})	81,8	65,3	74,4
Robuste Standardabweichung (S^*)	31,8	14,3	24,8
<i>Zielkenndaten:</i>			
Zielstandardabweichung σ_{pt}	20,4	16,3	18,6
Untere Grenze des Zielbereichs	40,9	32,7	37,2
Obere Grenze des Zielbereichs	123	98,0	112
Quotient S^*/σ_{pt}	1,6	0,87	1,3
Standardunsicherheit $U_{(X_{pt})}$	8,88	7,28	11,7
Ergebnisse im Zielbereich	17	5	7
Prozent im Zielbereich	85	83	100

Methoden:

RS-F = R-Biopharm, Ridascreen® Fast

VT = Veratox, Neogen

Anmerkungen zu den Kenndaten und Vergleich der Bezugswerte:

Die Kerndichte-Schätzung zeigte annähernd eine symmetrische Verteilung (ein hoher Einzelwert).

Die Verteilung der Ergebnisse aller Methoden sowie für die Methoden RS-F und VT zeigte jeweils eine normale bis geringe Variabilität. Die Quotienten S^*/σ_{pt} lagen unter 2,0. Die robusten Standardabweichungen liegen im Bereich von etablierten Werten für die Wiederhol- und Vergleichsstandardabweichung der eingesetzten Bestimmungsmethoden (vgl. 3.4.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision und 3.4.3 Werte aus Erkenntnissen). Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben. Diese Aussage ist für die methodenübergreifende Auswertung nur eingeschränkt gültig, da für einige Methoden nur wenige Ergebnisse vorlagen.

Die robusten Mittelwerte der Auswertungen lagen mit 184%, 147% bzw. 167% vom Zusatzniveau von Senf zur Dotierungsniveauprobe oberhalb bzw. im oberen Bereich der relevanten Anforderungen für die eingesetzten Methoden (s. 3.4.3 und "Wiederfindungsraten ELISA für Senf", s. S.36).

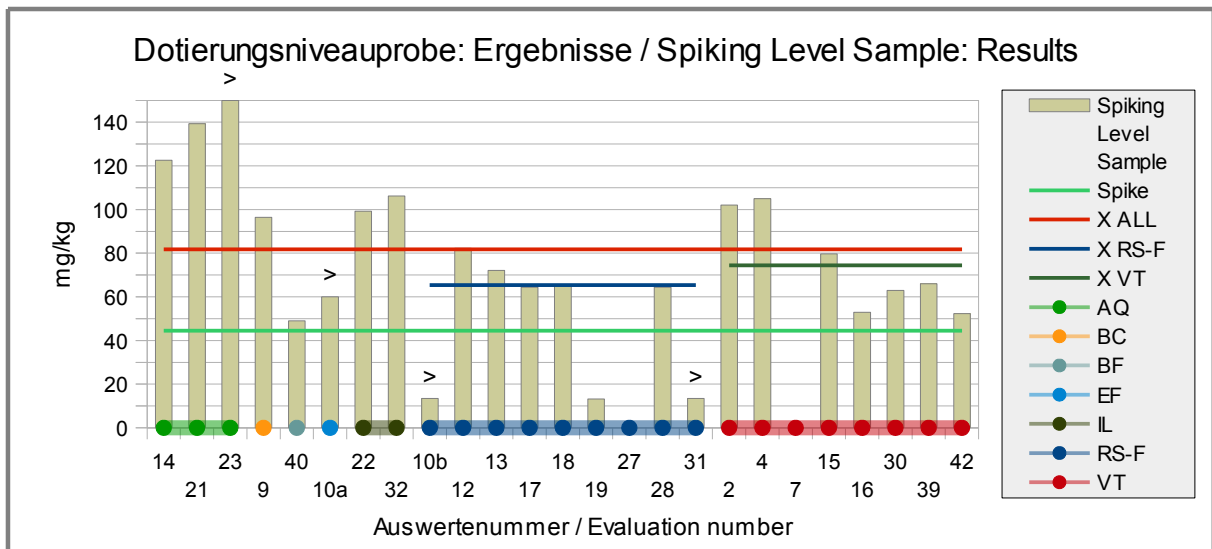


Abb./Fig. 9: ELISA-Ergebnisse Senf
 grüne Linie = Zusatzniveau (Spike)
 rote Linie = robuster Mittelwert aller Ergebnisse
 blaue Linie = robuster Mittelwert Ergebnisse Methode RS-F
 dunkelgrüne Linie = robuster Mittelwert Ergebnisse Methode VT
 runde Symbole = Zuordnung der Methoden (s. Legende)

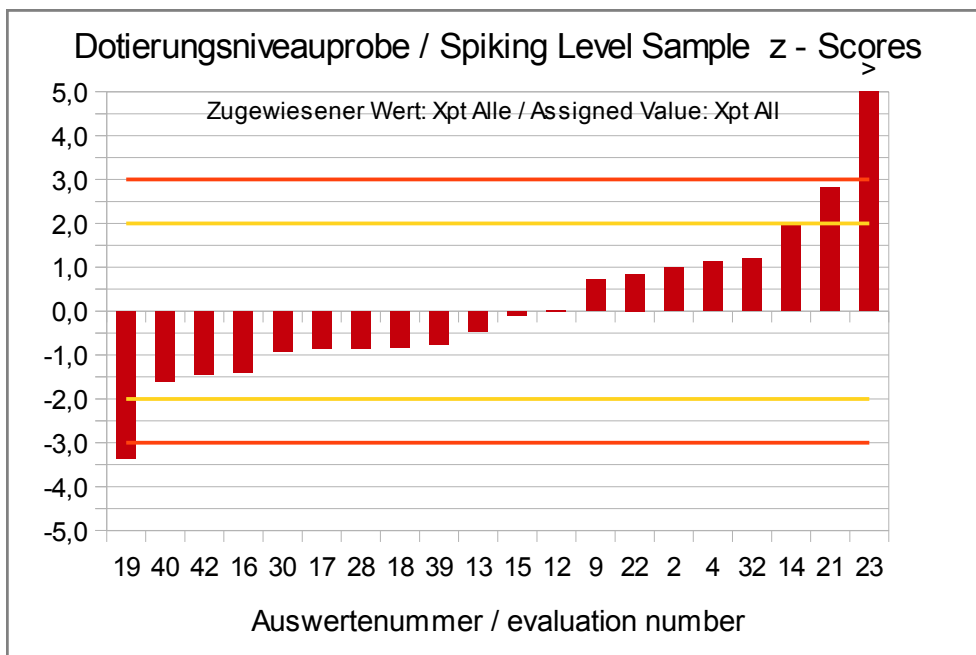


Abb./Fig. 10: z-Scores (ELISA-Ergebnisse als Senf) Zugewiesener Wert: robuster Mittelwert aller Ergebnisse

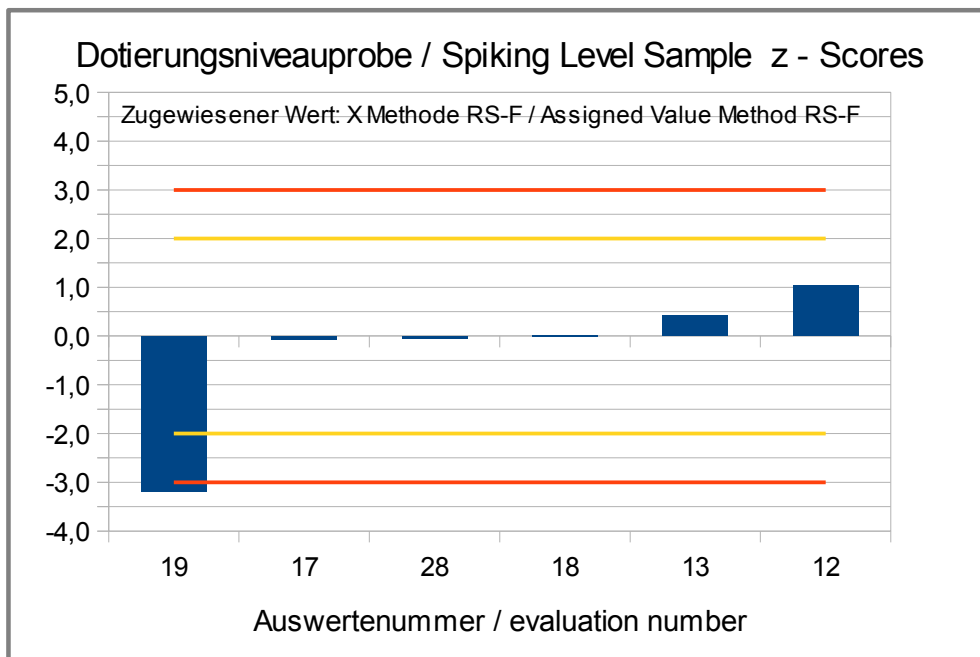


Abb./Fig. 11:

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

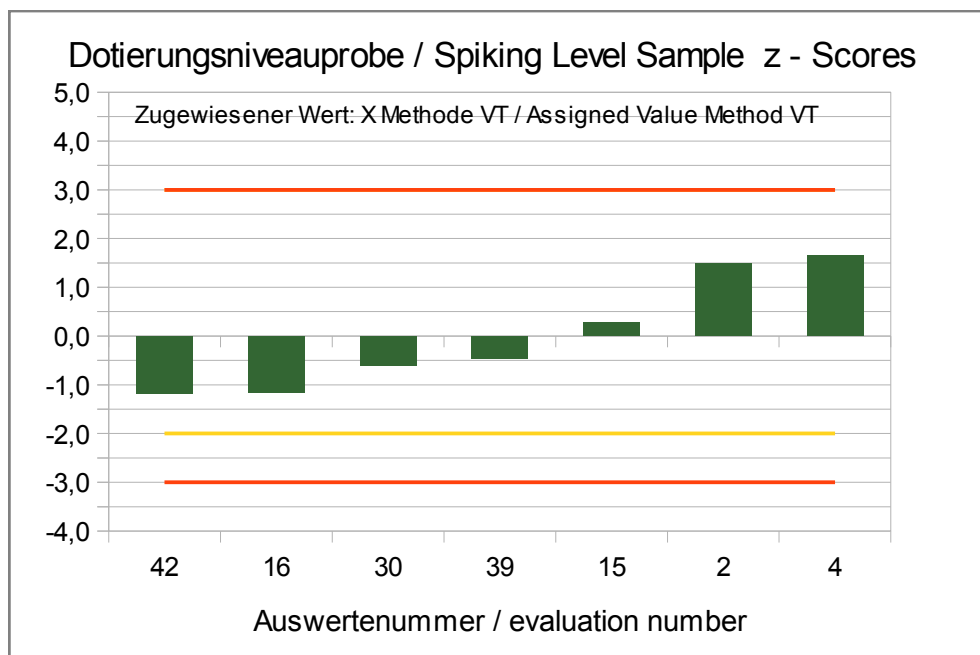


Abb./Fig. 12:

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

**Wiederfindungsraten ELISA für Senf:
Dotierungsniveauprobe und Probe A**

Auswertenummer	Dotierungsniveauprobe	Wiederfindungsrate*	Probe A	Wiederfindungsrate*	Methode	Hinweis
	[mg/kg]	[%]	[mg/kg]	[%]		
14	123	276	29,0	59	AQ	
21	139	313	33,8	68	AQ	
23	331	745	114	230	AQ	Ergebnis umgerechnet °
9	96,5	217	25,4	51	BC	
40	49,0	110	37,0	75	BF	
10a	>60		62,9	127	EF	
22	99,2	223	63,4	128	IL	
32	106	239	33,6	68	IL	
10b	>13,5		47,8	97	RS-F	
12	82,3	185	83,1	168	RS-F	
13	72,1	162	64,2	130	RS-F	
17	64,4	145	116	236	RS-F	Ergebnis umgerechnet °
18	65,0	146	69,0	140	RS-F	
19	13,2	30	15,8	32	RS-F	
27					RS-F	
28	64,4	145	69,4	140	RS-F	
31	>13,5		>13,5		RS-F	
2	102	229	64,5	131	VT	
4	105	236	56,0	113	VT	
7			64,1		VT	
15	79,7	179	42,1	85	VT	
16	52,9	119	56,2	114	VT	
30	63,0	142	52,0	105	VT	
39	66,0	148	50,5	102	VT	
42	52,3	118	23,5	48	VT	

° Umrechnung S. 19

AB**	50-150 %	AB**	50-150 %
Anzahl im AB	8	Anzahl im AB	17
Prozent im AB	40	Prozent im AB	77

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

** Akzeptanzbereich der AOAC für Allergen-ELISAs

Methoden:

- AQ = AgraQuant, RomerLabs
- BC = BioCheck ELISA
- BF = MonoTrace ELISA, BioFront Technologies
- EF = SensiSpec ELISA Kit, Eurofins
- IL = Immunolab
- RS-F= Ridascreen® Fast, R-Biopharm
- VT = Veratox, Neogen

Anmerkung:

40% (8) der Teilnehmer haben mit der Dotierungsniveauprobe mittels ELISA eine Wiederfindungsrate im Bereich der AOAC-Anforderung von 50-150% erhalten. Für die dotierte Lebensmittelmatrix-Probe A lagen 77% (17) der Wiederfindungsraten in diesem Akzeptanzbereich.

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

Qualitative Auswertung der Ergebnisse: Proben A und B

Auswertenummer	Probe A	Probe A	Probe B	Probe B	Qualitative Bewertung	Methode	Hinweis
	pos/neg	[mg/kg]	pos/neg	[mg/kg]	Übereinstimmungen mit Konsenswerten		
4	positiv		negativ		2/2 (100%)	ASU	
23	positiv		negativ		2/2 (100%)	GI	
36	positiv	20,0	negativ		2/2 (100%)	MS	
12	positiv	54,7	negativ	<1	2/2 (100%)	SFA	
17	positiv		negativ		2/2 (100%)	SFA	
29	positiv		negativ		2/2 (100%)	SFA	
33	positiv		negativ		2/2 (100%)	SFA	
34	positiv		negativ		2/2 (100%)	SFA	
27	positiv		negativ		2/2 (100%)	SFA-4p	
26	positiv		negativ		2/2 (100%)	SFA-ID	
1a	positiv		negativ		2/2 (100%)	div	
1b	negativ		negativ		1/2 (50%)	div	Detektion nur von braunem und schwarzem Senf
3	positiv		negativ	8	2/2 (100%)	div	
8	positiv		negativ		2/2 (100%)	div	
11	positiv		negativ		2/2 (100%)	div	
20	positiv		negativ		2/2 (100%)	div	
35	positiv		negativ		2/2 (100%)	div	
38	positiv		negativ		2/2 (100%)	div	
41	positiv		negativ		2/2 (100%)	div	

	Probe A	Probe B
Anzahl positiv	18	0
Anzahl negativ	1	19
Prozent positiv	95	0
Prozent negativ	5	100
Konsenswert	positiv	negativ

Methoden:

- ASU = ASU §64 Methode/method
- GI = GEN-IAL First Allergen
- MS = Microsynth
- SFA = Sure Food ALLERGEN, R-Biopharm / Congen
- SFA-4p = Sure Food Allergen 4plex, R-Biopharm / Congen
- SFA-ID = Sure Food Allergen ID, R-Biopharm / Congen
- div = keine genaue Angabe / andere Methode
- div = not indicated / other method

Anmerkung:

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

Ein negatives Ergebnis für Probe A wurde mit einer für braunen und schwarzen Senf spezifischen Methode erhalten. Die Probe enthielt jedoch weißen/gelben Senf.

Quantitative Auswertung PCR: Probe A

Eine Auswertung der quantitativen Ergebnisse erfolgte nicht, weil zu wenige Einzelergebnisse vorlagen.

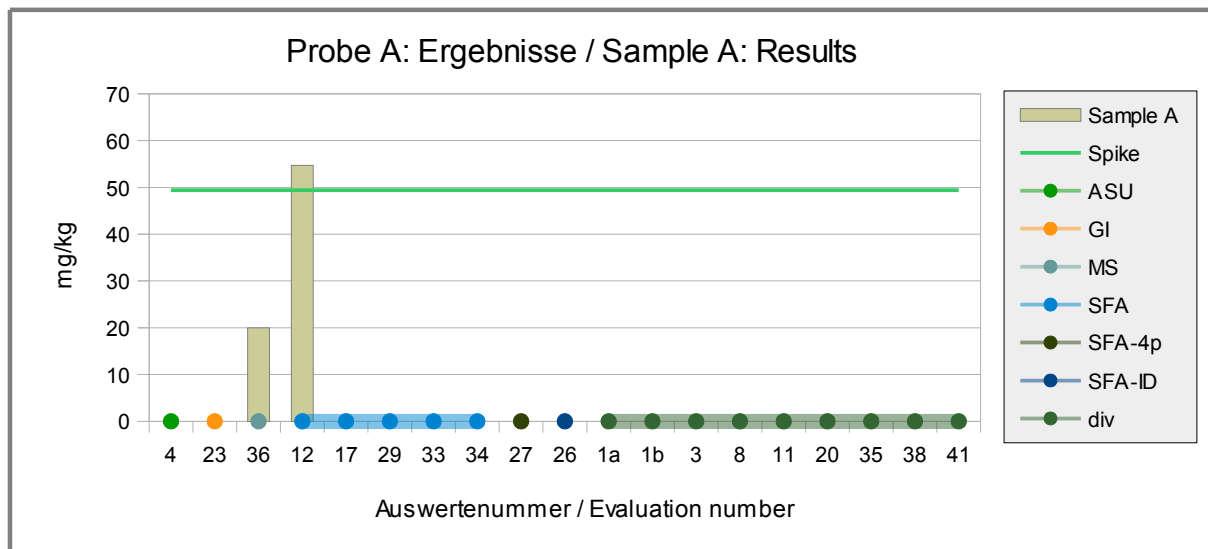


Abb./Fig. 13: PCR-Ergebnisse Senf (Probe A)
 grüne Linie = Zusatzniveau (Spike)
 runde Symbole = Zuordnung der Methoden (s. Legende)

Quantitative Auswertung PCR: Dotierungsniveauprobe

Eine Auswertung der quantitativen Ergebnisse erfolgte nicht, weil zu wenige Einzelergebnisse vorlagen.

Auswertenummer	Senf	Senf	z-Score X _{pt} ^{ALL}	Methode	Hinweis
	pos/neg	[mg/kg]			
4	positiv			ASU	
23	positiv			GI	
36	positiv	30,0		MS	
12	positiv	110		SFA	
17	positiv			SFA	
29	positiv			SFA	
33	positiv			SFA	
34	positiv			SFA	
27	positiv			SFA-4p	
26	positiv			SFA-ID	
1a	positiv			div	
1b	positiv (Spuren)			div	Detektion nur von braunem und schw arzem Senf
3				div	
8	positiv			div	
11	positiv			div	
20	positiv			div	
35	positiv			div	
38	positiv			div	
41	positiv			div	

Anzahl positiv	17
Anzahl negativ	0
Prozent positiv	100
Prozent negativ	0
Konsenswert	positiv

Methoden:

ASU = ASU §64 Methode/method
 GI = GEN-IAL First Allergen
 MS = Microsynth
 SFA = Sure Food ALLERGEN, R-Biopharm / Congen
 SFA-4p = Sure Food Allergen 4plex, R-Biopharm / Congen
 SFA-ID = Sure Food Allergen ID, R-Biopharm / Congen
 div = keine genaue Angabe / andere Methode
 div = not indicated / other method

Anmerkung:

Für die Dotierungsniveauprobe wurden 100% positive Ergebnisse erhalten.

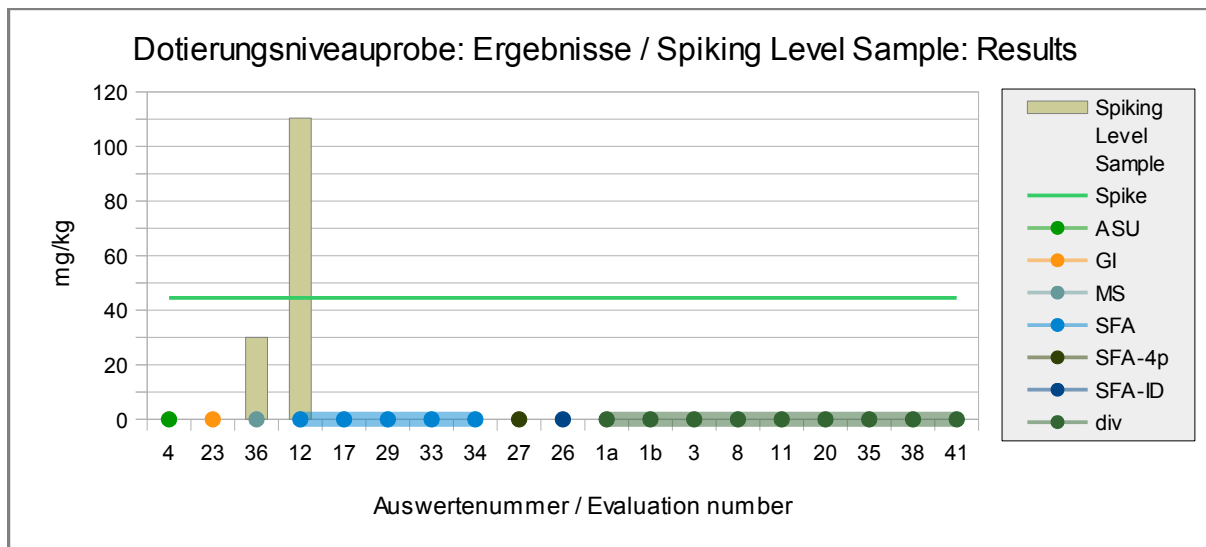


Abb./Fig. 14: PCR-Ergebnisse Senf (Dotierungsniveauprobe)
 grüne Linie = Zusatzniveau (Spike)
 runde Symbole = Zuordnung der Methoden (s. Legende)

**Wiederfindungsraten PCR für Senf:
Dotierungsniveauprobe und Probe A**

Auswertenummer	Dotierungsniveauprobe	Wiederfindungsrate*	Probe A	Wiederfindungsrate*	Methode	Hinweis
	[mg/kg]	[%]	[mg/kg]	[%]		
4					ASU	
23					GI	
36	30,0	67	20,0	40	MS	
12	110	248	54,7	111	SFA	
17					SFA	
29					SFA	
33					SFA	
34					SFA	
27					SFA-4p	
26					SFA-ID	
1a					div	
1b					div	
3					div	
8					div	
11					div	
20					div	
35					div	
38					div	
41					div	

AB**	50-150 %	AB**	50-150 %
Anzahl im AB	1	Anzahl im AB	1
Prozent im AB	50	Prozent im AB	50

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

** Akzeptanzbereich der AOAC für Allergen-ELISAs

Methoden:

ASU = ASU §64 Methode/method

GI = GEN-IAL First Allergen

MS = Microsynth

SFA = Sure Food ALLERGEN, R-Biopharm / Congen

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

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

div = keine genaue Angabe / andere Methode

div = not indicated / other method

Anmerkung:

Je einer der Teilnehmer hat mit der Dotierungsniveauprobe bzw. mit der dotierten Lebensmittelmatrix-Probe A mittels PCR eine Wiederfindungsrate im Bereich der AOAC-Anforderung von 50-150% erhalten.

4.3 Vergleichsuntersuchung Sesam

4.3.1 ELISA-Ergebnisse: Sesam

Qualitative Auswertung der Ergebnisse: Proben A und B

Auswertenummer	Probe A	Probe A	Probe B	Probe B	Qualitative Bewertung	Methode	Hinweis
	pos/neg	[mg/kg]	pos/neg	[mg/kg]	Übereinstimmungen mit Konsenswerten		
14	positiv	7,80	negativ	<2	2/2 (100%)	AQ	
23	positiv	19,3	negativ	<0,86	2/2 (100%)	AQ	Ergebnis umgerechnet °
9	positiv	4,40	negativ	<2	2/2 (100%)	BC	
12	positiv	2,77	negativ	<2	2/2 (100%)	BC	
40	positiv	8,90	negativ	0	2/2 (100%)	BF	
4	positiv	5,40	negativ	<2,0	2/2 (100%)	EF	
10a	positiv	19,7	negativ	< 2,0	2/2 (100%)	EF	
21	positiv	12,0	negativ	<2,0	2/2 (100%)	EF	
39	positiv	4,30	negativ	<2,0	2/2 (100%)	EF	
7	positiv	2,88	negativ	<0,54	2/2 (100%)	ES	Ergebnis umgerechnet °
30	positiv	27,5	negativ	<1,1	2/2 (100%)	ES	Ergebnis umgerechnet °
22	positiv	15,3	negativ	<2	2/2 (100%)	IL	
24	positiv	36,6	negativ	<8,6	2/2 (100%)	IL	Ergebnis umgerechnet °
32	positiv	8,60	negativ	0	2/2 (100%)	IL	
2	positiv	78,3	negativ		2/2 (100%)	RS-F	
5	positiv	35,0	negativ	<2,5	2/2 (100%)	RS-F	
6	positiv	77,0	negativ	<2,5	2/2 (100%)	RS-F	
10b	positiv	>20	negativ	< 2,5	2/2 (100%)	RS-F	
13	positiv	58,5	negativ		2/2 (100%)	RS-F	
15	positiv	78,8	negativ		2/2 (100%)	RS-F	
18	positiv	84,0	negativ	<2,5	2/2 (100%)	RS-F	
19	positiv	29,6	negativ	0	2/2 (100%)	RS-F	
25	positiv	140	negativ	<2,5	2/2 (100%)	RS-F	
27	positiv		negativ		2/2 (100%)	RS-F	
28	positiv	125	negativ	<2,5	2/2 (100%)	RS-F	
31	positiv	>20	negativ	<2,5	2/2 (100%)	RS-F	
34	positiv	>20	negativ	< 2,5	2/2 (100%)	RS-F	
37	positiv	18,3	negativ	<2,5	2/2 (100%)	RS-F	
42	positiv	343	negativ		2/2 (100%)	RS-F	Ergebnis umgerechnet °
16	positiv	130	positiv	9,6	1/2 (50%)	VT	

° Umrechnung S. 19

	Probe A	Probe B
Anzahl positiv	30	1
Anzahl negativ	0	29
Prozent positiv	100	3
Prozent negativ	0	97
Konsenswert	positiv	negativ

Methoden:

AQ = AgraQuant, RomerLabs
 BC = BioCheck ELISA
 BF = MonoTrace ELISA, BioFront Technologies
 EF = SensiSpec ELISA Kit, Eurofins
 ES = ELISA-Systems
 IL = Immunolab
 RS-F= Ridascreen® Fast, R-Biopharm
 VT = Veratox, Neogen

Anmerkung:

Die Konsenswerte stehen in qualitativer Übereinstimmung mit der Dotie-

rung von Probe A. Ein positives Ergebnis für Probe B wurde mit der Methode VT (Veratox) erhalten.

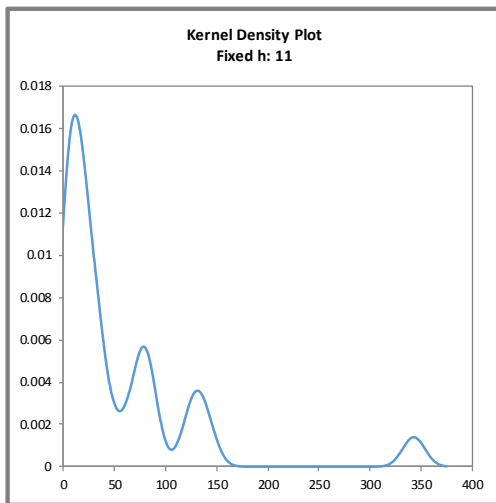
Quantitative Auswertung ELISA: Probe A

Auswertenummer	Sesam [mg/kg]	z'-Score X _{pt12}	z'-Score X _{pt50}	z'-Score X _{ptRS-F}	Methode	Hinweis
14	7,80	-0,90			AQ	
23	19,3	1,8			AQ	Ergebnis umgerechnet °
9	4,40	-1,7			BC	
12	2,77	-2,1			BC	
40	8,90	-0,63			BF	
4	5,40	-1,5			EF	
10a	19,7	1,9			EF	
21	12,0	0,10			EF	
39	4,30	-1,7			EF	
7	2,88	-2,1			ES	Ergebnis umgerechnet °
30	27,5	3,8			ES	Ergebnis umgerechnet °
22	15,3	0,89			IL	
24	36,6	6,0			IL	Ergebnis umgerechnet °
32	8,60	-0,71			IL	
2	78,3		-0,23	-0,07	RS-F	
5	35,0		-1,8	-1,6	RS-F	
6	77,0		-0,28	-0,11	RS-F	
10b	> 20				RS-F	
13	58,5		-0,93	-0,78	RS-F	
15	78,8		-0,21	-0,05	RS-F	
18	84,0		-0,03	0,14	RS-F	
19	29,6		-1,9	-1,8	RS-F	
25	140		1,9	2,2	RS-F	
27					RS-F	
28	125		1,4	1,6	RS-F	
31	>20				RS-F	
34	>20				RS-F	
37	18,3		-2,3	-2,2	RS-F	
42	343		9,1	9,5	RS-F	Ergebnis umgerechnet °
16	130		1,6		VT	

° Umrechnung S. 19

Methoden:

- AQ = AgraQuant, RomerLabs
- BC = BioCheck ELISA
- BF = MonoTrace ELISA, BioFront Technologies
- EF = SensiSpec ELISA Kit, Eurofins
- ES = ELISA-Systems
- IL = Immunolab
- RS-F= Ridascreen® Fast, R-Biopharm
- VT = Veratox, Neogen

**Abb. / Fig. 15:**

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

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

Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt ein Hauptmaximum bei ca. 12 mg/kg mit einer annähernd symmetrischen Verteilung der Ergebnisse. Alle Werte oberhalb von 50 mg/kg gehen auf die Ergebnisse der Methoden RS-F und VT zurück und wurden deshalb separat ausgewertet. Hier treten ein Peak bei ca. 80 mg/kg, ein kleinerer Peak bei ca. 130 mg/kg auf und ein kleiner Peak bei 343 mg/kg, der auf einen Einzelwert zurückgeht.

Kenndaten: Quantitative Auswertung ELISA Sesam**Probe A**

Kenndaten	Methoden Peak 12 [mg/kg]	Methoden >50 [mg/kg]	Methode RS-F [mg/kg]
Zugewiesener Wert (X_{pt})	$X_{pt_{12}}$	$X_{pt_{>50}}$	$X_{pt_{METHOD\ RS-F}}$
Anzahl der Messergebnisse	14	12	11
Anzahl der Ausreißer	0	1	1
Mittelwert	12,5	99,8	97,1
Median	8,75	78,6	78,3
Robuster Mittelwert (X_{pt})	11,6	84,9	80,1
Robuste Standardabweichung (S^*)	9,11	52,7	51,2
<i>Zielkenndaten:</i>			
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	4,20	28,5	27,8
Untere Grenze des Zielbereichs	3,17	27,9	24,5
Obere Grenze des Zielbereichs	20,0	142	136
<i>Quotient S^*/σ_{pt}'</i>	<i>2,2</i>	<i>1,8</i>	<i>1,8</i>
<i>Standardunsicherheit $U_{(X_{pt})}$</i>	<i>3,04</i>	<i>19,0</i>	<i>19,3</i>
<i>Ergebnisse im Zielbereich</i>	<i>10</i>	<i>10</i>	<i>8</i>
<i>Prozent im Zielbereich</i>	<i>71</i>	<i>83</i>	<i>73</i>

Methoden:

Peak 12 = AgraQuant, BioCheck, BioFront Technologies, Eurofins Technologies,
ELISA Systems, Immunolab
>50 = Ridascreen® Fast, Veratox
RS-F = R-Biopharm, Ridascreen® Fast

Anmerkungen zu den Kenndaten und Vergleich der Bezugswerte:

Die Kerndichte-Schätzung zeigte eine Verteilung der Ergebnisse mit einem Haupt- und drei Nebenpeaks. Daher wurde keine gemeinsame Auswertung aller Methoden vorgenommen, sondern eine Auswertung der Methoden, die dem Hauptpeak ("Peak 12") zuzuordnen sind, und eine Auswertung der Methoden, die die Ergebnisse >50 mg/kg ergeben haben ("Methoden >50") (Zuordnung siehe oben unter der Tabelle).

Die Verteilungen der Ergebnisse von Peak 12, der Methoden >50 sowie Methode RS-F wiesen eine erhöhte Variabilität mit Quotienten S^*/σ_{pt}' von >2,0 auf. Daher wurde unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit mittels z'-Score ausgewertet. Die Quotienten S^*/σ_{pt}' lagen dann bei 1,8 - 2,2.

Die robusten Standardabweichungen waren erhöht im Vergleich zu etablierten Werten für die Wiederhol- und Vergleichsstandardabweichung der eingesetzten Bestimmungsmethoden (vgl. 3.4.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision und 3.4.3 Werte aus Erkenntnissen). Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist für die methodenübergreifenden Auswertungen nur eingeschränkt gültig.

Die robusten Mittelwerte der Auswertungen lagen mit 37%, 274% bzw. 259%

vom Zusatzniveau von Sesam zu Probe A, außerhalb der relevanten Anforderungen für die eingesetzten Methoden (s. 3.4.3 und "Wiederfindungsraten ELISA für Sesam" S.53).

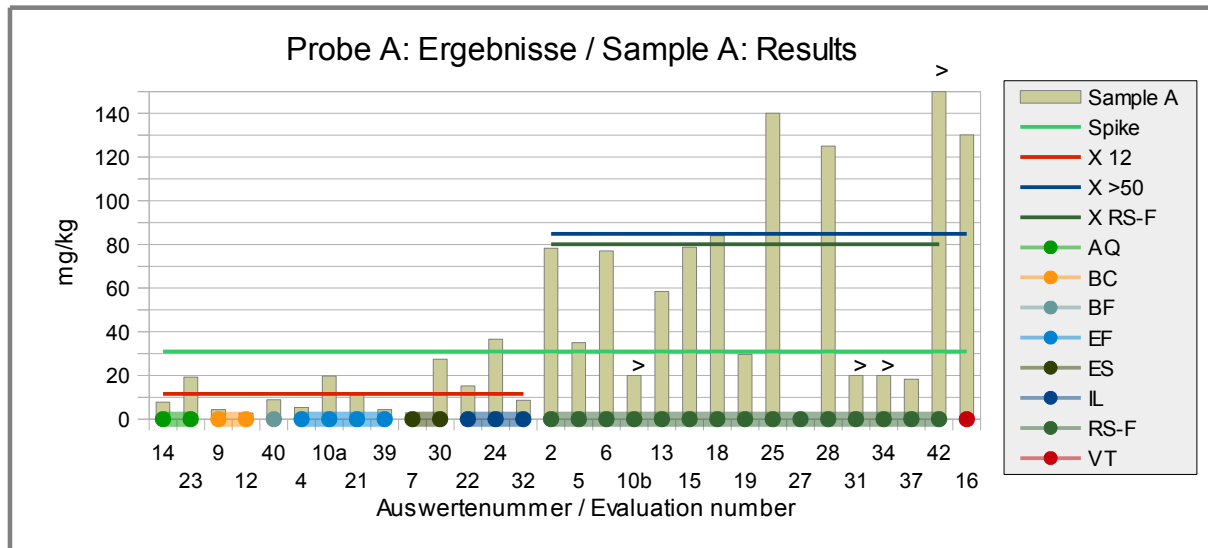


Abb./Fig. 16: ELISA-Ergebnisse Sesam
 grüne Linie = Zusatzniveau (Spike)
 rote Linie = robuster Mittelwert aller Ergebnisse von „Peak 12“
 blaue Linie = robuster Mittelwert aller Ergebnisse von „Methoden >50“
 dunkelgrüne Linie = robuster Mittelwert Ergebnisse Methode RS-F
 runde Symbole = Zuordnung der Methoden (s. Legende)

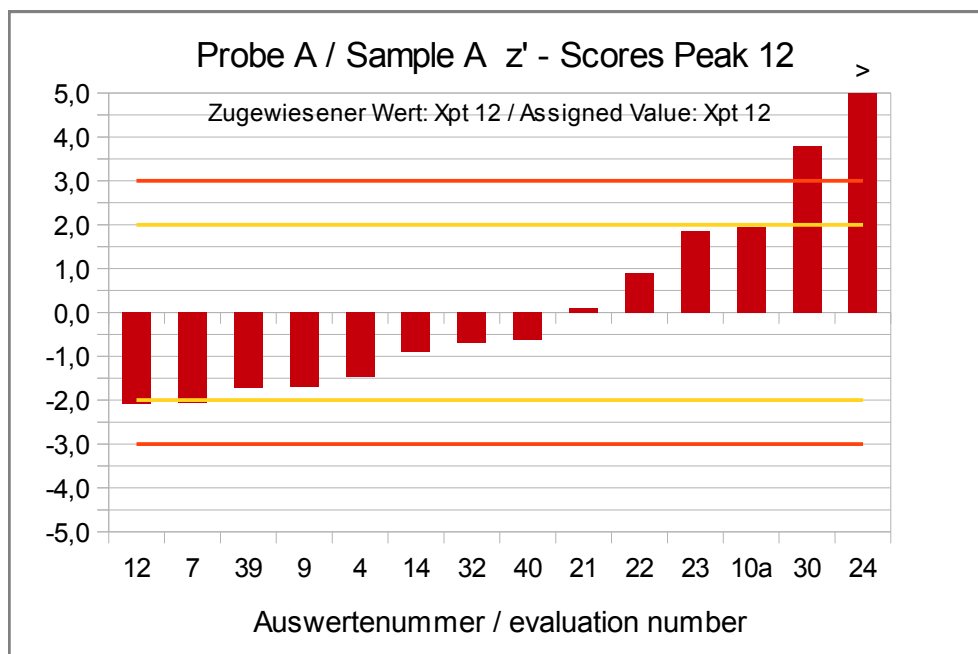


Abb./Fig. 17: z'-Scores (ELISA-Ergebnisse als Sesam) Zugewiesener Wert: robuster Mittelwert aller Ergebnisse aller Methoden von Peak 12

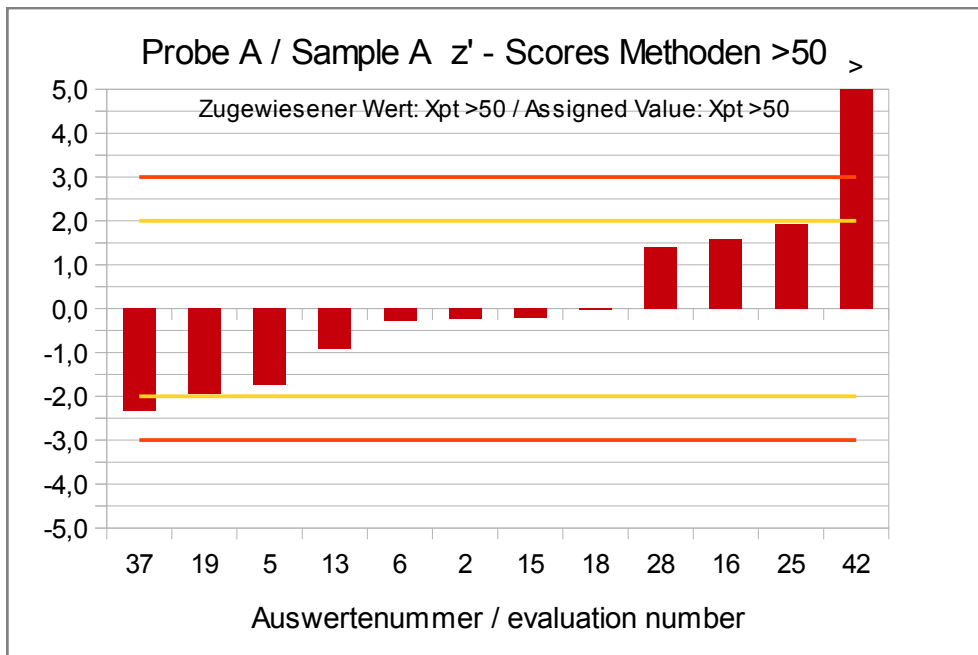


Abb./Fig. 18:

z'-Scores (ELISA-Ergebnisse als Sesam) Zugewiesener Wert: robuster Mittelwert aller Ergebnisse aller Methoden von Methoden >50

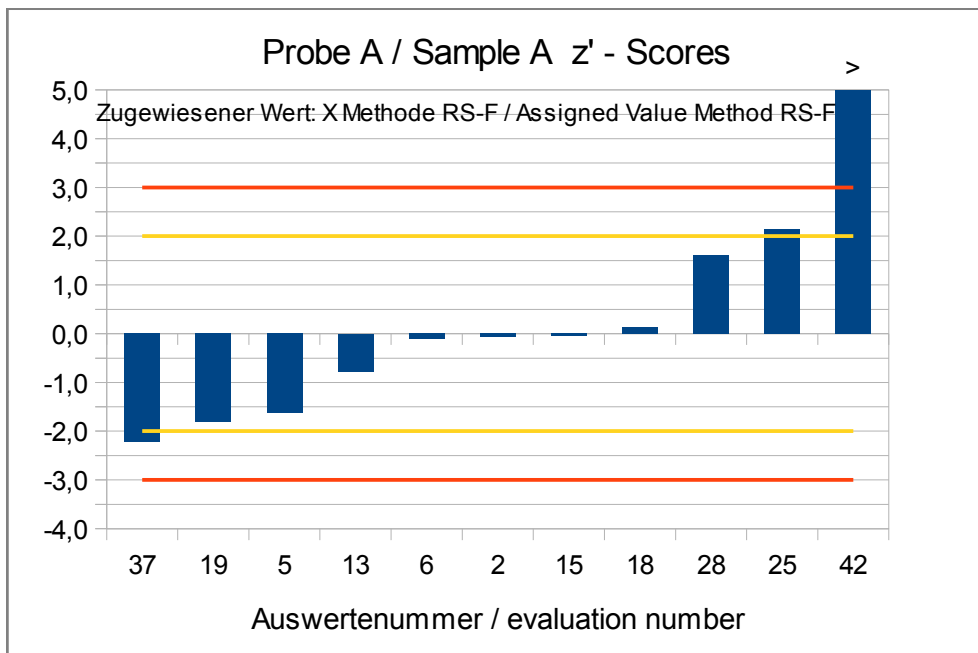


Abb./Fig. 19:

z'-Scores (ELISA-Ergebnisse als Sesam) Bezugswert robuster Mittelwert Ergebnisse Methode RS-F (R-Biopharm, Ridascreen Fast)

Quantitative Auswertung ELISA: Dotierungsniveauprobe

Auswertenummer	Sesam	z'-Score Xpt ₂₃	z'-Score Xpt ₈₅	z'-Score Xpt _{RS-F}	Methode	Hinweis
	[mg/kg]					
14	16,9	-1,2			AQ	
23	104	8,8			AQ	Ergebnis umgerechnet °
9	14,1	-1,5			BC	
12	17,1	-1,2			BC	
40	41,2	1,6			BF	
4	16,0	-1,3			EF	
10a	22,0	-0,60			EF	
21	20,5	-0,78			EF	
39	15,0	-1,4			EF	
7					ES	Ergebnis umgerechnet °
30	42,1	1,7			ES	Ergebnis umgerechnet °
22	27,0	-0,03			IL	
24	86,4	6,8			IL	Ergebnis umgerechnet °
32	21,0	-0,72			IL	
2	85,4		-0,11	0,19	RS-F	
5	80,0		-0,31	-0,08	RS-F	
6	72,0		-0,62	-0,47	RS-F	
10b	> 20,0				RS-F	
13	58,8		-1,1	-1,1	RS-F	
15	65,1		-0,88	-0,81	RS-F	
18	110		0,82	1,4	RS-F	
19	28,3		-2,3	-2,6	RS-F	
25	92,0		0,14	0,51	RS-F	
27					RS-F	
28	104		0,58	1,1	RS-F	
31	>20				RS-F	
34	>20				RS-F	
37	67,7		-0,78	-0,68	RS-F	
42	374		11	14	RS-F	Ergebnis umgerechnet °
16	222		5,1		VT	

° Umrechnung S. 19

Methoden:

- AQ = AgraQuant, RomerLabs
- BC = BioCheck ELISA
- BF = MonoTrace ELISA, BioFront Technologies
- EF = SensiSpec ELISA Kit, Eurofins
- ES = ELISA-Systems
- IL = Immunolab
- RS-F= Ridascreen® Fast, R-Biopharm
- VT = Veratox, Neogen

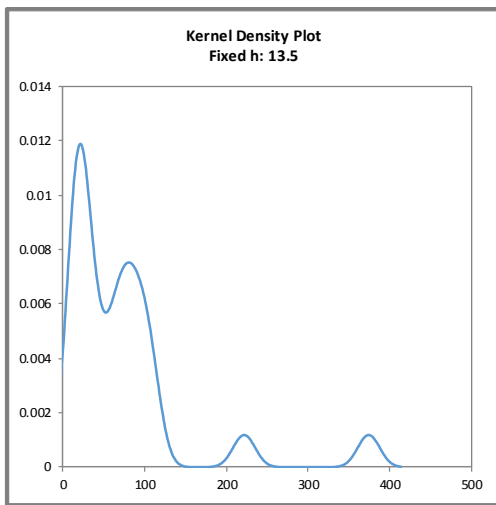


Abb. / Fig. 20:

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

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

Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt ein Hauptmaximum bei ca. 23 mg/kg mit einer annähernd symmetrischen Verteilung der Ergebnisse. Des Weiteren treten ein zweiter hoher Peak bei ca. 85 mg/kg und zwei kleinere Nebenpeaks bei ca. 222 mg/kg und 374 mg/kg auf, die auf Einzelwerte zurück zu führen sind. Die höheren Werte gehen mit zwei Ausnahmen auf die Ergebnisse der Methoden RS-F und VT zurück und wurden deshalb separat ausgewertet.

Kenndaten: Quantitative Auswertung ELISA Sesam**Dotierungsniveauprobe**

Kenndaten	Methoden Peak 23 [mg/kg]	Methoden Peak 85 [mg/kg]	Methode RS-F [mg/kg]
Zugewiesener Wert (X_{pt})	$X_{pt_{23}}$	$X_{pt_{85}}$	$X_{pt_{METHOD\ RS-F}}$
Anzahl der Messergebnisse	13	12	11
Anzahl der Ausreißer	–	–	–
Mittelwert	34,1	113	103
Median	21,0	82,7	80,0
Robuster Mittelwert (X_{pt})	27,3	88,3	81,6
Robuste Standardabweichung (S^*)	15,7	40,0	27,6
<i>Zielkenndaten:</i>			
Zielstandardabweichung σ_{pt}' bzw. σ_{pt}	8,72	26,4	20,4
Untere Grenze des Zielbereichs	9,83	35,5	40,8
Obere Grenze des Zielbereichs	44,7	141	122
<i>Quotient S^*/σ_{pt}' bzw. S^*/σ_{pt}</i>	<i>1,8</i>	<i>1,5</i>	<i>1,4</i>
<i>Standardunsicherheit $U(X_{pt})$</i>	<i>5,43</i>	<i>14,4</i>	<i>10,4</i>
<i>Ergebnisse im Zielbereich</i>	<i>11</i>	<i>9</i>	<i>9</i>
<i>Prozent im Zielbereich</i>	<i>85</i>	<i>75</i>	<i>82</i>

Methoden:

Peak 23 = AgraQuant, BioCheck, BioFront Technologies, Eurofins Technologies, ELISA Systems, Immunolab
Peak 85 = Ridascreen® Fast, Veratox
RS-F = R-Biopharm, Ridascreen® Fast

Anmerkungen zu den Kenndaten und Vergleich der Bezugswerte:

Die Kerndichte-Schätzung zeigte eine Verteilung mit einem Haupt- und einem Nebenpeak der Ergebnisse (sowie zwei weiteren Nebenpeaks von Einzelwerten). Daher wurde keine gemeinsame Auswertung aller Methoden vorgenommen, sondern zwei Auswertungen getrennt nach Methoden, die dem Hauptpeak (Peak 23, mit 2 höheren Ergebnissen) und dem Nebenpeak (Peak 85) zugeordnet wurden (Zuordnung siehe oben unter der Tabelle).

Die Verteilungen der Ergebnisse von Peak 23 und von Peak 85 wiesen jeweils eine erhöhte Variabilität mit Quotienten S^*/σ_{pt} von größer 2,0 auf. Daher wurde unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit mittels z'-Score ausgewertet. Die Quotienten S^*/σ_{pt} lagen dann unter 2,0. Die Auswertung der Ergebnisse der Methode RS-F zeigte eine normale Variabilität. Der Quotient S^*/σ_{pt} lag bei 1,4.

Die robusten Standardabweichungen für Peak 23 und 85 sind erhöht während die robuste Standardabweichung der Methode RS-F im Bereich von etablierten Werten für die Wiederhol- und Vergleichsstandardabweichung der eingesetzten Bestimmungsmethoden liegt (vgl. 3.4.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision und 3.4.3 Werte aus Erkenntnissen). Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist für die methodenübergreifende Auswertung nur eingeschränkt gültig.

Die robusten Mittelwerte der Auswertungen lagen mit 98%, 316% bzw. 293% vom Zusatzniveau von Sesam zur Dotierungsniveauprobe innerhalb bzw. weit

oberhalb der relevanten Anforderungen für die eingesetzten Methoden (s. 3.4.3 und "Wiederfindungsraten ELISA für Sesam", s. S.53).

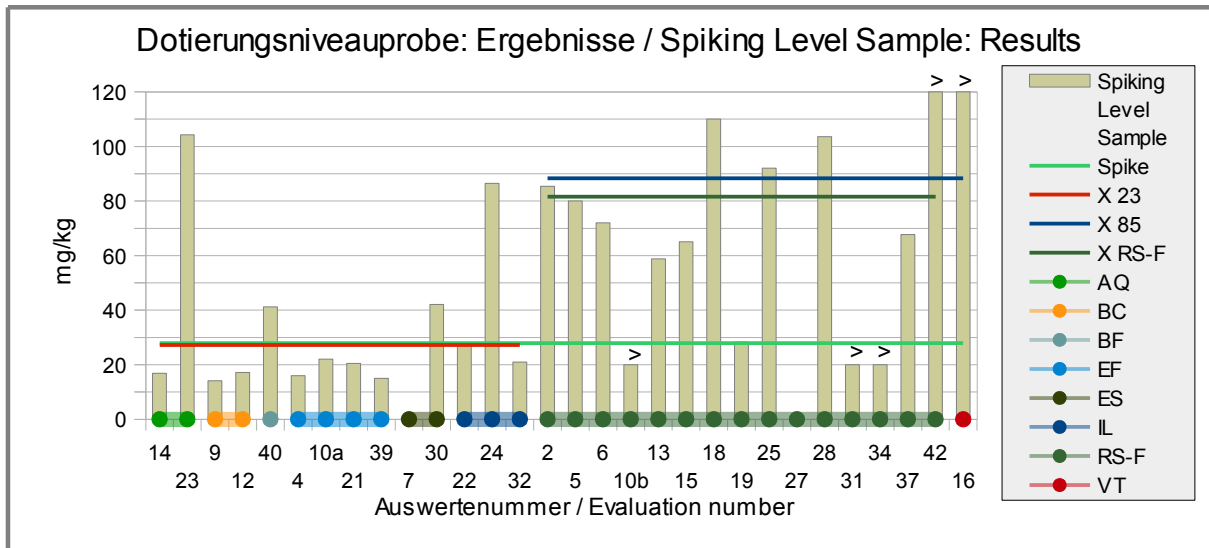


Abb./Fig. 21: ELISA-Ergebnisse Sesam
 grüne Linie = Zusatzniveau (Spike)
 rote Linie = robuster Mittelwert aller Ergebnisse von „Peak 23“
 blaue Linie = robuster Mittelwert aller Ergebnisse von „Peak 85“
 dunkelgrüne Linie = robuster Mittelwert Ergebnisse Methode RS-F
 runde Symbole = Zuordnung der Methoden (s. Legende)

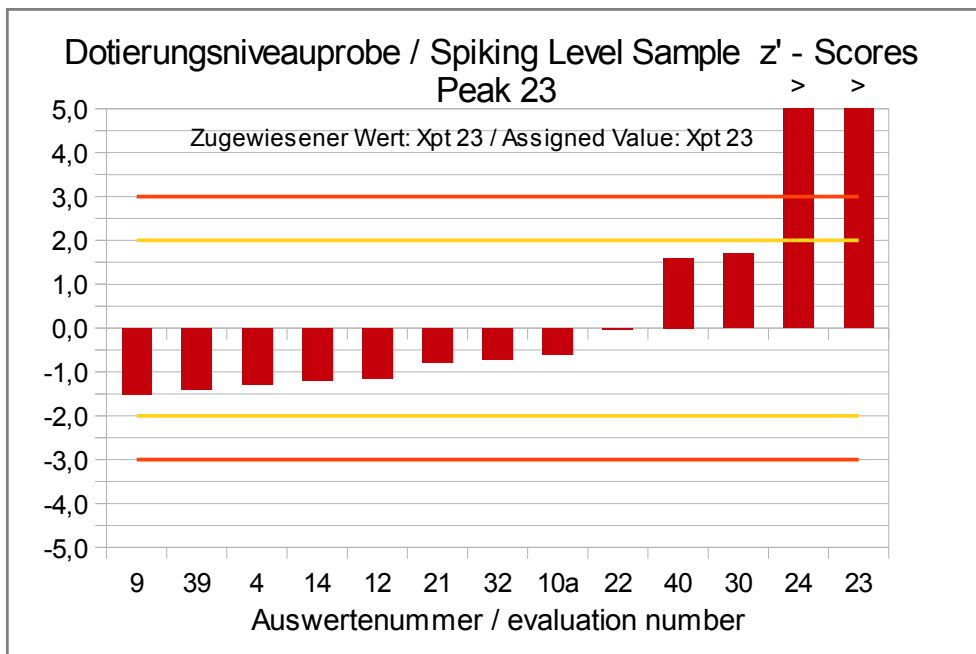


Abb./Fig. 22: z'-Scores (ELISA-Ergebnisse als Sesam) Zugewiesener Wert: robuster Mittelwert der Ergebnisse aller Methoden von Peak 23

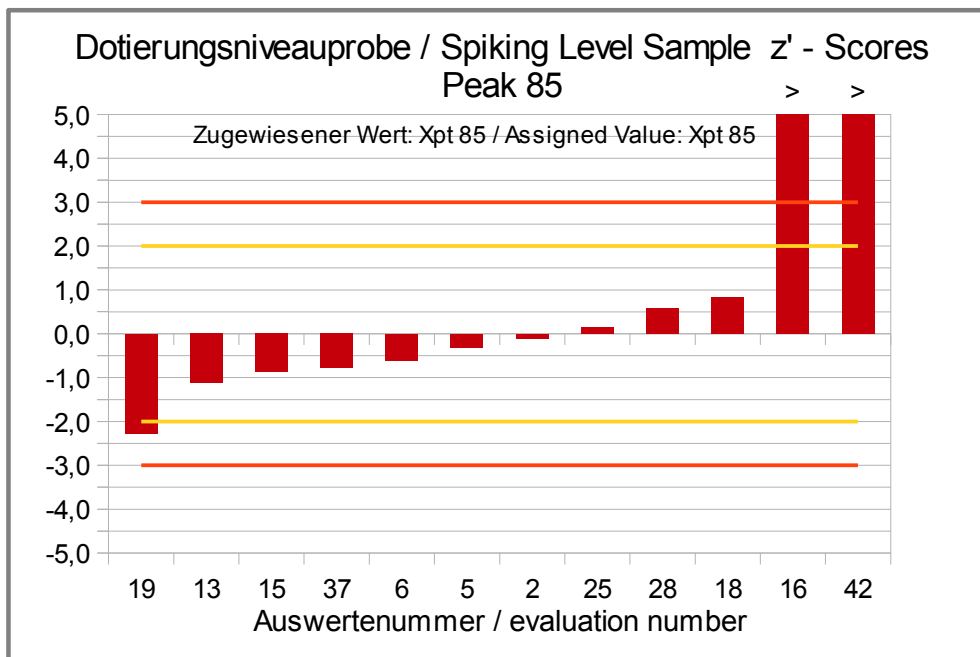


Abb./Fig. 23:

z'-Scores (ELISA-Ergebnisse als Sesam) Zugewiesener Wert: robuster Mittelwert der Ergebnisse aller Methoden von Peak 85

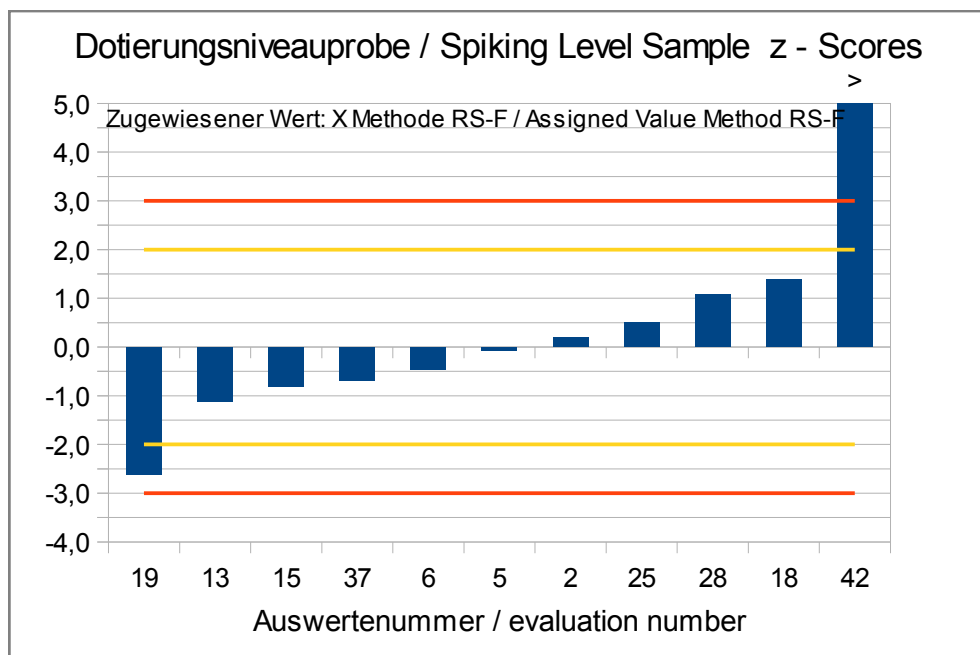


Abb./Fig. 24:

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

**Wiederfindungsraten ELISA für Sesam:
Dotierungsniveauprobe und Probe A**

Auswertenummer	Dotierungsniveauprobe	Wiederfindungsrate*	Probe A	Wiederfindungsrate*	Methode	Hinweis
	[mg/kg]	[%]	[mg/kg]	[%]		
14	16,9	61	7,80	25	AQ	
23	104	374	19,3	62	AQ	Ergebnis umgerechnet °
9	14,1	51	4,40	14	BC	
12	17,1	61	2,77	8,9	BC	
40	41,2	148	8,90	29	BF	
4	16,0	57	5,40	17	EF	
10a	22,0	79	19,7	64	EF	
21	20,5	73	12,0	39	EF	
39	15,0	54	4,30	14	EF	
7			2,88	9,3	ES	Ergebnis umgerechnet °
30	42,1	151	27,5	89	ES	Ergebnis umgerechnet °
22	27,0	97	15,3	49	IL	
24	86,4	310	36,6	118	IL	Ergebnis umgerechnet °
32	21,0	75	8,60	28	IL	
2	85,4	306	78,3	253	RS-F	
5	80,0	287	35,0	113	RS-F	
6	72,0	258	77,0	248	RS-F	
10b	> 20		> 20		RS-F	
13	58,8	211	58,5	189	RS-F	
15	65,1	233	78,8	254	RS-F	
18	110	394	84,0	271	RS-F	
19	28,3	101	29,6	95	RS-F	
25	92,0	330	140	452	RS-F	
27					RS-F	
28	104	371	125	403	RS-F	
31	> 20		>20		RS-F	
34	> 20		>20		RS-F	
37	67,7	243	18,3	59	RS-F	
42	374	1340	343	1108	RS-F	Ergebnis umgerechnet °
16	222	794	130	420	VT	

° Umrechnung S. 19

AB**	50-150 %	AB**	50-150 %
Anzahl im AB	11	Anzahl im AB	7
Prozent im AB	44	Prozent im AB	27

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

** Akzeptanzbereich der AOAC für Allergen-ELISAs

Methoden:

- AQ = AgraQuant, RomerLabs
- BC = BioCheck ELISA
- BF = MonoTrace ELISA, BioFront Technologies
- EF = SensiSpec ELISA Kit, Eurofins
- ES = ELISA-Systeme
- IL = Immunolab
- RS-F = RidascreeN® Fast, R-Biopharm
- VT = Veratox, Neogen

Anmerkung:

44% (11) der Teilnehmer haben mit der Dotierungsniveauprobe mittels ELISA eine Wiederfindungsrate im Bereich der AOAC-Anforderung von 50-150% erhalten. Für die dotierte Lebensmittelmatrix-Probe A lagen 27% (7) der Wiederfindungsraten in diesem Akzeptanzbereich.

4.3.2 PCR-Ergebnisse: Sesam

Qualitative Auswertung der Ergebnisse: Proben A und B

Auswertenummer	Probe A	Probe A	Probe B	Probe B	Qualitative Bewertung	Methode	Hinweis
	pos/neg	[mg/kg]	pos/neg	[mg/kg]	Übereinstimmungen mit Konsenswerten		
4	positiv		negativ		2/2 (100%)	ASU	
13	positiv		negativ		2/2 (100%)	ASU	
23	positiv		negativ		2/2 (100%)	GI	
11	positiv		negativ		2/2 (100%)	MS	
36	positiv	20,0	negativ		2/2 (100%)	MS	
12	positiv	2,85	negativ	<1	2/2 (100%)	SFA	
17	positiv		negativ		2/2 (100%)	SFA	
34	positiv		negativ		2/2 (100%)	SFA	
35	positiv		negativ		2/2 (100%)	SFA-ID	
1	positiv		negativ		2/2 (100%)	div	
3	positiv		negativ	8	2/2 (100%)	div	
8	positiv		negativ		2/2 (100%)	div	
20	positiv		negativ		2/2 (100%)	div	
29	positiv		negativ		2/2 (100%)	div	
41	positiv		negativ		2/2 (100%)	div	

	Probe A	Probe B
Anzahl positiv	15	0
Anzahl negativ	0	15
Prozent positiv	100	0
Prozent negativ	0	100
Konsenswert	positiv	negativ

Methoden:

ASU = ASU §64 Methode/method

GI = GEN-IAL First Allergen

MS = Microsynth

SFA = Sure Food ALLERGEN, R-Biopharm / Congen

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

div = keine genaue Angabe / andere Methode

div = not indicated / other method

Anmerkung:

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

Quantitative Auswertung PCR: Probe A

Eine Auswertung der quantitativen Ergebnisse erfolgte nicht, weil zu wenige Einzelergebnisse vorlagen.

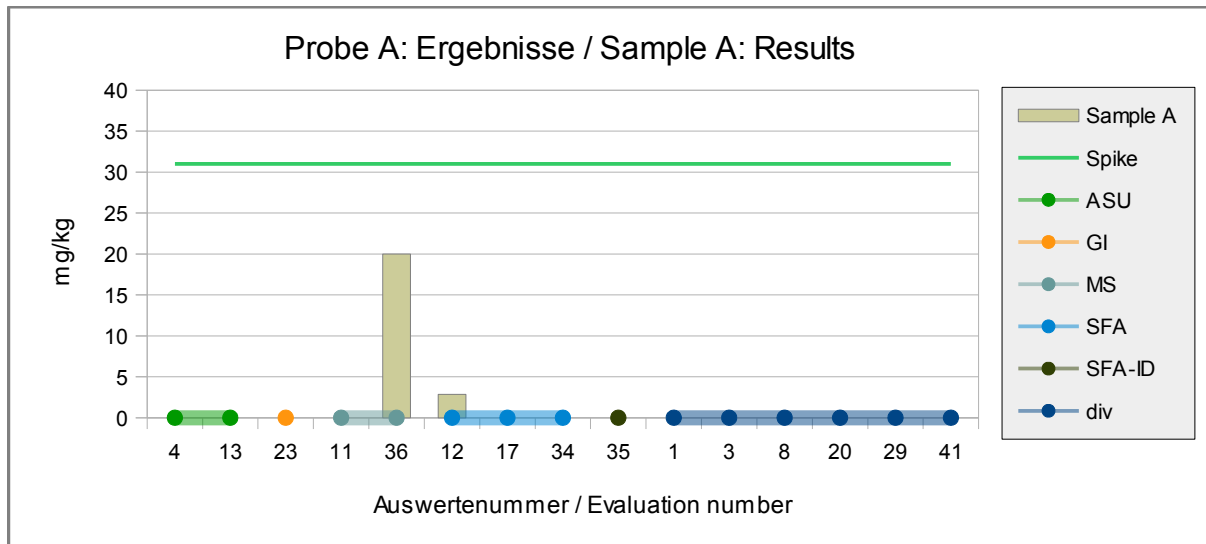


Abb./Fig. 25: PCR-Ergebnisse Sesam
 grüne Linie = Zusatzniveau (Spike)
 runde Symbole = Zuordnung der Methoden (s. Legende)

Quantitative Auswertung PCR: Dotierungsniveauprobe

Eine Auswertung der quantitativen Ergebnisse erfolgte nicht, weil zu wenige Einzelergebnisse vorlagen.

Auswertenummer	Sesam pos/neg	Sesam [mg/kg]	z-Score Xpt _{ALL}	Methode	Hinweis
4	positiv			ASU	
13	positiv			ASU	
23	positiv			GI	
11	positiv			MS	
36	positiv	60,0		MS	
12	positiv	6,49		SFA	
17	positiv			SFA	
34	positiv			SFA	
35	positiv			SFA-ID	
1	positiv			div	
3				div	
8	positiv			div	
20	positiv			div	
29	positiv			div	
41	positiv			div	

Anzahl positiv	14	
Anzahl negativ	0	
Prozent positiv	100	
Prozent negativ	0	
Konsenswert	positiv	

Methoden:

ASU = ASU §64 Methode/method
 GI = GEN-IAL First Allergen
 MS = Microsynth
 SFA = Sure Food ALLERGEN, R-Biopharm / Congen
 SFA-ID = Sure Food Allergen ID, R-Biopharm / Congen
 div = keine genaue Angabe / andere Methode
 div = not indicated / other method

Anmerkung:

Für die Dotierungsniveauprobe wurden 100% positive Ergebnisse erhalten.

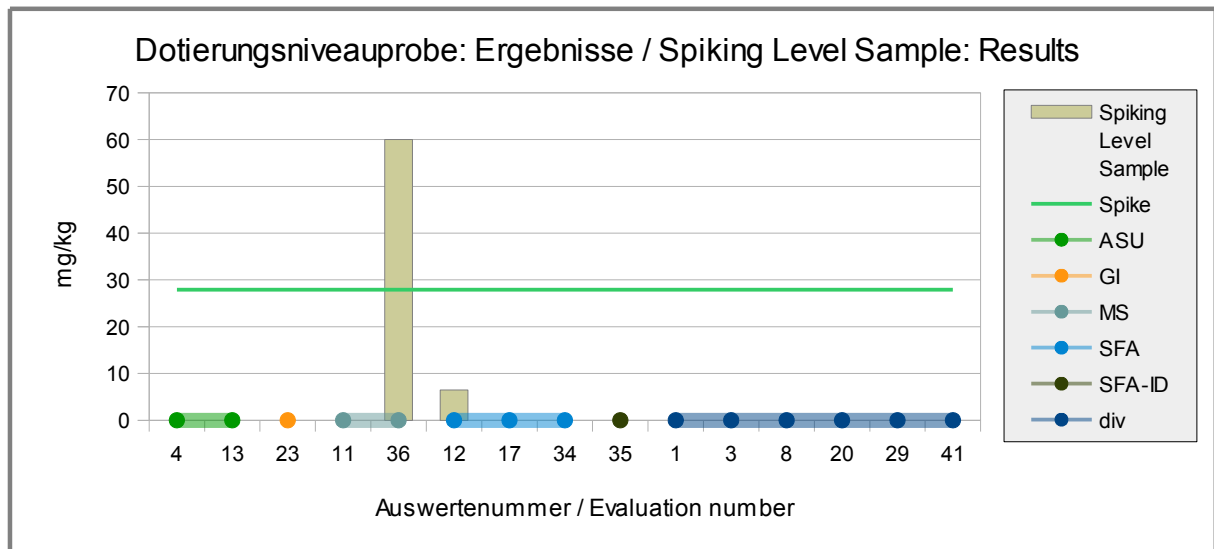


Abb./Fig. 26: PCR-Ergebnisse Sesam
 grüne Linie = Zusatzniveau (Spike)
 runde Symbole = Zuordnung der Methoden (s. Legende)

**Wiederfindungsraten PCR für Sesam:
Dotierungsniveauprobe und Probe A**

Auswertenummer	Dotierungsniveauprobe	Wiederfindungsrate*	Probe A	Wiederfindungsrate*	Methode	Hinweis
	[mg/kg]	[%]	[mg/kg]	[%]		
4					ASU	
13					ASU	
23					GI	
11					MS	
36	60,0	215	20,0	65	MS	
12	6,49	23	2,85	9,2	SFA	
17					SFA	
34					SFA	
35					SFA-ID	
1					div	
3					div	
8					div	
20					div	
29					div	
41					div	

AB**	50-150 %	AB**	50-150 %
Anzahl im AB	0	Anzahl im AB	1
Prozent im AB	0	Prozent im AB	50

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

** Akzeptanzbereich der AOAC für Allergen-ELISAs

Methoden:

ASU = ASU §64 Methode/method

GI = GEN-IAL First Allergen

MS = Microsynth

SFA = Sure Food ALLERGEN, R-Biopharm / Congen

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

div = keine genaue Angabe / andere Methode

div = not indicated / other method

Anmerkung:

Keiner der beiden Teilnehmer hat mit der Dotierungsniveauprobe mittels PCR eine Wiederfindungsrate im Bereich der AOAC-Anforderung von 50-150% erhalten. Für die dotierte Lebensmittelmatrix-Probe A lag eine Wiederfindungsrate in diesem Akzeptanzbereich.

5. Dokumentation

5.1 Angaben der Teilnehmer

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

5.1.1 ELISA: Senf

Meth. Abk.	Auswertnr.	Datum der Analyse	Ergebnis Probe A		Ergebnis Probe B		Ergebnis Dotierungsprobe		NWG / LOD *	BG / LOQ *	MU*	Angabe quantitatives Ergebnis als	Methode
			Tag/Monat	qualitativ	mg/kg	qualitativ	mg/kg	qualitativ					
AQ	14	11.06.19	positiv	29	negativ	<2	positiv	122,6		2	48,5	Senf	AgraQuant ELISA Mustard COKAL2148, RomerLabs
AQ	21	09.07.19	positiv	33,8	negativ	<2,0	positiv	139,3	0,2	2		Senf	AgraQuant ELISA Mustard COKAL2148, RomerLabs
AQ	23	11/July	positiv	34,8	negativ	<1	positiv	101,4	1	2	15	Senfprotein	AgraQuant ELISA Mustard COKAL2148, RomerLabs
BC	9	17.07.19	-	25,4	-	<2	-	96,5	2	2	50	Senf	BioCheck ELISA Mustard-Check
BF	40	23/7	positiv	37	negativ	0	positiv	49	0,13	1		Senf	MonoTrace Mustard ELISA kit, BioFront Technologies
EF	10a		-	62,94	-	< 2,0	-	> 60		2		Senf	SensiSpec ELISA Sesame, Eurofins
IL	22		positiv	63,4	negativ	<2	positiv	99,2	2	2		Senf	Immunolab Mustard ELISA
IL	32		positiv	33,6	negativ	<0,04	positiv	106,25				Senf	Immunolab Mustard ELISA
RS-F	10b	19.07.19	-	47,8	-	< 0,5	-	> 13,5		0,5		Senf	Ridascreen® FAST Sesame R7202, R-Biopharm
RS-F	12	13.06.19	positiv	83,11	negativ	<0,5	positiv	82,25	0,5	0,5	28,72	Senf	Ridascreen® FAST Mustard R6152, R-Biopharm
RS-F	13	18.06.19	positiv	64,2	negativ		positiv	72,1	0,5	0,5	42	Senf	Ridascreen® FAST Mustard R6152, R-Biopharm
RS-F	17	15.07.19	-	35,6	-	<0,5	-	19,7	0,1	0,5	40	Senfprotein	Ridascreen® FAST Mustard R6152, R-Biopharm
RS-F	18	08.07.2019	positiv	69	negativ	<0,5	positiv	65	DLA2019	0,5	39,4	Senf	Ridascreen® FAST Mustard R6152, R-Biopharm
RS-F	19	17.07.19	positiv	15,8	negativ	0	positiv	13,2	0,1	0,5		Senf	Ridascreen® FAST Mustard R6152, R-Biopharm
RS-F	27		positiv		negativ		positiv						Ridascreen® FAST Mustard R6152, R-Biopharm
RS-F	28	01.07.19	pos	69,4	neg	<0,5	pos	64,4	0,5	0,5	31	Senf Samen	R-Biopharm FAST Mustard
RS-F	31	19.06.19	positiv	>13,5	negativ	<0,5	positiv	>13,5		0,5		Senf	Ridascreen® FAST Mustard R6152, R-Biopharm
VT	2	13.06.19	positiv	64,5	negativ		positiv	102		2,5		Senf	Veratox Mustard, Neogen
VT	4	25.06.19	positiv	56	negativ	<2,5	positiv	105	1,5	2,5		Senf	Veratox Mustard, Neogen
VT	7	26.06.19	Pos	64,1	Neg	<1,0	nicht getestet		1	2,5		Senf	Veratox Mustard, Neogen
VT	15	16.07.19	positiv	42,1	negativ		positiv	79,7		2,5		Senf	Veratox Mustard, Neogen
VT	16	09.07.19	positiv	56,2	negativ	<2,5	positiv	52,9		2,5		Senf	Veratox Mustard, Neogen
VT	30	19.06.19	positiv	52	negativ	<2,5	positiv	63	2,5	2,5	23	Senf	Veratox Mustard, Neogen
VT	39	26.06.19	positiv	50,5	negativ	<2,5	positiv	66	2,5	2,5	50	Senf	Veratox Mustard, Neogen
VT	42	17.07.19	positiv	23,5	negativ		positiv	52,3	1	2,5	25	Senf	Veratox Mustard, Neogen

* NWG Nachweisgrenze / BG Bestimmungsgrenze

* LOD limit of detection / LOQ limit of quantitation

* MU Messunsicherheit / MU measurement uncertainty

Fortsetzung ELISA Senf:

Meth. Abk.	Auswertnr.	Spezifität	Hinweise zur Methode (Extraktion und Bestimmung)	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
		Antikörper	z.B. Extraktionslösung / Zeit / Temperatur	ja/nein	
AQ	14			ja	
AQ	21			ja	
AQ	23			ja	
BC	9		0.5g Probe 10ml Extraktionspuffer/15min/60°C	ja	
BF	40	Monoclonal-basierter Assay	1:20 Extraktionsverhältnis/10 Minuten/60°C	nein	
EF	10a			ja	
IL	22	gelber Senf	Nach Kit-Anleitung		Kreuzreaktion zu braunem (59%) und schwarzem Senf (50%)
IL	32				
RS-F	10b			ja	
RS-F	12	Nach Kit-Anleitung	Nach Kit-Anleitung	ja	
RS-F	13			ja	
RS-F	17		Extraktion mit Puffer (Milch wenn Gewürz vorhanden ist)/10/60°C	ja	
RS-F	18	Senfprotein (nicht spezifiziert durch den Hersteller)	Nach Kit-Anleitung	nein	
RS-F	19		Extraktion: Mit Allergen-Extraktionspuffer, 10 min., 60 °C	nein	
RS-F	27			nein	
RS-F	28	Unbekannt	1g in 20ml Puffer, 10-10-10 ELISA Incubationen, 1:20 Probenverdünnung zur Quantifizierung	ja	
RS-F	31			nein	
VT	2		gemäß Kit hinzugeben	ja	
VT	4	Senfproteine aus Weißem, Schwarzem und Braunem Senf	lt. Herstellerangaben	ja	
VT	7		Extraktion: 60°C vorerhitzter TRIS Extraktionspuffer/ Proben in Schüttel-Wasserbad extrahiert bei 60°C für 15 min. Zentrifugation. Bestimmung: 4 Parameter Kurve	ja	
VT	15				
VT	16				
VT	30	Poly/Mono	Tris EDTA Lösung / 15 min / 60°C	ja	Einzelergebnis
VT	39			ja	Nach Kit-Anleitung durchgeführt
VT	42		Veratox Senf Extr.-Puffer / 15 min. / 60°C	ja	

5.1.2 ELISA: Sesam

Meth. Abk.	Auswertn.	Datum der Analyse	Ergebnis Probe A		Ergebnis Probe B		Ergebnis Dotierungsprobe		NWG / LOD *	BG / LOQ *	MU*	Angabe quantitatives Ergebnis als	Methode
			qualitativ	mg/kg	qualitativ	mg/kg	qualitativ	mg/kg					
AQ	14	11.06.19	positiv	7,8	negativ	<2	positiv	16,9		2	66,7	Sesam	ELISA Test-Kit + Anbieter
AQ	23	10/July	positiv	4,5	negativ	<0,2	positiv	24,3	0,2	2	15	Sesamprotein	AgraQuant ELISA Sesame COKAL 1948, RomerLabs
BC	9	25.06.19	-	4,4	-	<2	-	14,1	2	2	50	Sesam	BioCheck ELISA Sesame-Check
BC	12	19.06.19	positiv	2,77	negativ	<2	positiv	17,13	2	2	28,44	Sesam	BioCheck ELISA Sesame-Check
BF	40	23/7	positiv	8,9	negativ	0	positiv	41,2	0,22	1		Sesam	MonoTrace Sesame ELISA kit, BioFront Technologies
EF	4	20.06.19	positiv	5,4	negativ	<2,0	positiv	16	1,5	2		Sesam	SensiSpec ELISA Sesame, Eurofins
EF	21	05.07.19	positiv	12	negativ	<2,0	positiv	20,5	0,2	2		Sesam	SensiSpec ELISA Sesame, Eurofins
EF	10a		-	19,73	-	< 2,0	-	21,99		2		Sesam	SensiSpec ELISA Sesame, Eurofins
EF	39	02.07.19	positiv	4,3	negativ	<2,0	positiv	15	2	2	50	Sesam	SensiSpec ELISA Sesame, Eurofins
ES	7	21.06.19	Pos	0,67	Neg	<0.125	nicht getestet		0,125	0,25		Sesamprotein	Sesame, ELISA Systems
ES	30	21.06.19	positiv	6,4	negativ	<0.25	positiv	9,8	0,25	0,25	29	Sesamprotein	ELISA Systems Sesame ESSESE-48
IL	22		positiv	15,3	negativ	<2	positiv	27	2	2		Sesam	Immunolab Sesame ELISA
IL	24	20.06.19	-	8,52	-	<2	-	20,14	0,2	2		Sesamprotein	Immunolab Sesame ELISA
IL	32		positiv	8,6	negativ	0	positiv	21				Sesam	Immunolab Sesame ELISA
RS-F	2	14.06.19	positiv	78,3	negativ		positiv	85,4		2,5		Sesam	Ridascreen® FAST Sesame R7202, R-Biopharm
RS-F	5	17.07.19	positiv	35	negativ	<2,5	positiv	80	0,14	2,5		Sesam	Ridascreen® FAST Sesame R7202, R-Biopharm
RS-F	6	12.07.19	positiv	77	negativ	<2,5	positiv	72	0,2	2,5	19	Sesam	Ridascreen® FAST Sesame R7202, R-Biopharm
RS-F	10b	19.07.19	-	> 20	-	< 2,5	-	> 20,0		2,5		Sesam	Ridascreen® FAST Sesame R7202, R-Biopharm
RS-F	13	26.07.19	positiv	58,5	negativ		positiv	58,8	2,5	2,5	20	Sesam	Ridascreen® FAST Sesame R7202, R-Biopharm
RS-F	15	11.07.19	positiv	78,8	negativ		positiv	65,1		2,5		Sesam	Ridascreen® FAST Sesame R7202, R-Biopharm
RS-F	18	08.07.2019	positiv	84	negativ	<2,5	positiv	110	2,5	2,5	38,6	Sesam	Ridascreen® FAST Sesame R7202, R-Biopharm
RS-F	19	17.07.19	positiv	29,6	negativ	0	positiv	28,3	0,14	2,5		Sesam	Ridascreen® FAST Sesame R7202, R-Biopharm
RS-F	25	11.07.19	positiv	140	negativ	<2,5	positiv	92		2,5		Sesam	Ridascreen® FAST Sesame R7202, R-Biopharm
RS-F	27		positiv		negativ		positiv						Ridascreen® FAST Sesame R7202, R-Biopharm
RS-F	28	01.07.19	pos	125	neg	<2,5	pos	103,6	2,5	2,5	27	Sesam Samen	R-Biopharm FAST Sesame
RS-F	31	19.06.19	positiv	>20	negativ	<2,5	positiv	>20		2,5		Sesam	Ridascreen® FAST Sesame R7202, R-Biopharm
RS-F	34	17.06	positiv	>20	negativ	< 2,5	positiv	>20	0,14	2,5		Sesam	Ridascreen® FAST Sesame R7202, R-Biopharm
RS-F	37	18.06.19	positiv	18,3	negativ	<2,5	positiv	67,7	0,14	2,5		Sesam	Ridascreen® FAST Sesame R7202, R-Biopharm
RS-F	42	17.07.19	positiv	80	negativ		positiv	87,1	0,24	2,5	25	Sesameprotein	Ridascreen® FAST Sesame R7202, R-Biopharm
VT	16	03.07.19	positiv	130,2	positiv	9,6	positiv	221,5		2,5		Sesam	Veratox Sesame Allergen, Neogen

* NWG Nachweisgrenze / BG Bestimmungsgrenze
 * LOD limit of detection / LOQ limit of quantitation
 * MU Messunsicherheit / MU measurement uncertainty

Fortsetzung ELISA Sesam:

Meth. Abk.	Auswertn.	Spezifität	Hinweise zur Methode (Extraktion und Bestimmung)	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
		Antikörper	z. B. Extraktionslösung / Zeit / Temperatur	ja/nein	
AQ	14			ja	
AQ	23			ja	
BC	9		0.5g Probe 10ml Extraktionspuffer/15min/60°C	ja	
BC	12	Nach Kit-Anleitung	Nach Kit-Anleitung	ja	
BF	40	Monoclonal-basierter Assay	1:20 Extraktionsverhältnis/10 Minuten/60°C	nein	
EF	4	Sesamproteine	lt. Herstellerangaben	ja	
EF	21			ja	
EF	10a			ja	
EF	39			ja	Nach Kit-Anleitung durchgeführt
ES	7		Extraktion: Raumtemperatur PBS Extraktionspuffer (pH Kontrolle) und Proben in Schüttel-Wasserbad extrahiert extracted bei 60°C für 15 min. Zentrifugation. Bestimmung: 4 Parameter Kurve	ja	
ES	30	Polyclonal/ Monoclonal	Extraktionslösungskonzentrat / 15 min / 60°C	ja	Einzelergenis
IL	22		Nach Kit-Anleitung		
IL	24		Extraktionspuffer/15min/60°C	ja	
IL	32				
RS-F	2		Gemäß Kit zugegeben, Extraktion mit 5% Milchpulver	ja	Geringe Wiederfindung in Probe B (46%)
RS-F	5			nein	
RS-F	6	Sesamprotein – nicht spezifiziert durch den Hersteller	Proben durch verwendung von SMP-AEP extrahiert, 60°C, mit Schütteln für 10 Minuten, dann abkühlen lassen und bei 2500g zentrifugieren.	ja	Ein Dotierungs-/Wiederfindungsversuch mit Probe B, zeigte eine Störung der Matrix die für Probe A und B verwendet wurde.
RS-F	10b			ja	
RS-F	13			ja	
RS-F	15				
RS-F	18	Sesamprotein (nicht spezifiziert durch den Hersteller)	Nach Kit-Anleitung	nein	
RS-F	19		Extraktion: mit Allergen-Extraktionspuffer enthält Milchpulver, 10 min., 60 °C	nein	
RS-F	25			nein	
RS-F	27				
RS-F	28	Unbekannt	1g in 20ml buffer, 10-10-10 ELISA Inkubationen, 1:20 Probenverdünnung zur Quantifizierung	ja	
RS-F	31			nein	
RS-F	34			ja	
RS-F	37		Extraktions gemäß Kit	nein	Methode bisher nicht verifiziert/validiert in unserem Labor, deshalb wurde die M.U. nicht berechnet.
RS-F	42		Allergen Extr.-Puffer / 10 min. / 60°C	ja	
VT	16				

5.1.3 PCR: Sellerie

Meth. Abk.	Auswertn.	Datum der Analyse	Ergebnis Probe A		Ergebnis Probe B		Ergebnis Dotierungsprobe		NWG / LOD *	BG / LOQ *	MU*	Angabe quantitatives Ergebnis als z.B. Lebensmittel / Protein	Methode
			positiv / negativ	mg/kg	positiv / negativ	mg/kg	positiv / negativ	mg/kg					
			positiv / negativ		positiv / negativ		positiv / negativ		mg/kg	mg/kg	%		PCR Test-Kit + Anbieter
ASU	4	01.07.19	positiv	Spuren an der NWG	negativ		positiv		50			Sellerie-DNA	ASU §64 Methode/method
ASU	13	27.06.19	positiv		negativ		positiv					Sellerie-DNA	ASU §64 Methode/method
ASU	26		positiv		negativ		positiv		10	20		Sellerie-DNA	ASU §64 Methode/method
ASU	35	13.06.19	positiv		negativ		positiv		5	10		Sellerie-DNA	ASU §64 Methode/method
FP	23a	8/July	positiv	0,86	negativ		positiv	0,42	0,01	0,08	30	Sellerie-DNA	foodproof Detection Kit, BIOTECON Diagnostics
GI	23b	9/July	positiv		negativ		positiv		5 Gen Kopien			Sellerie-DNA	GEN-IAL First Allergen, Coring System Diagnostix
IM	33	20.06.19	positiv		negativ		positiv		0,4			Sellerie	Imegen Celery ID kit
MS	11		positiv		negativ		positiv		0,01% DNA				Microsynth
MS	36	20.06.19	positiv	70	negativ		positiv	100	10	100	250	Lebensmittel	Microsynth
SFA	10	19.07.19	positiv	7,61	positiv	1	positiv	3,08		1		Sellerie	Sure Food ALLERGEN, R-Biopharm / Congen
SFA	12	21.06.19	positiv	28,74	negativ	<1	positiv	35,16	1	1	25,06	Sellerie	Sure Food ALLERGEN, R-Biopharm / Congen
SFA	17	15.07.19	positiv		negativ		positiv		0,4				Sure Food ALLERGEN, R-Biopharm / Congen
SFA	18	08.07.19	positiv		positiv		positiv		1	1		Sellerie	Sure Food ALLERGEN, R-Biopharm / Congen
SFA	22		positiv		negativ		positiv					Sellerie-DNA	Sure Food ALLERGEN, R-Biopharm / Congen
SFA	29	26.06.19	pos		neg		pos		0,5			n/a	Surefood Allergen Celery, Congen
SFA	34	19.06	positiv		positiv		positiv		0,4			Sellerie-DNA	Sure Food ALLERGEN, R-Biopharm / Congen
SFA-4p	27		positiv		negativ		positiv						Sure Food Allergen 4plex, R-Biopharm / Congen
div	1		positiv		negativ		positiv		5	nd			CEN/TS 15634-2
div	3	13.06.19	pos		neg	8	-						Hausmethode
div	8	19.07.19	negativ		negativ		positiv		100				andere: interne Methode
div	14	17.07.19	positiv		negativ		negativ		10			Sellerie-DNA	Hausmethode
div	20	15.07.19	positiv		negativ		positiv		10				Hausmethode
div	28	01.07.19	pos		neg		pos		1	1	N/A	DNA	Hausmethode
div	38	19/June	positiv		negativ		positiv						andere: ISO CEN/TS 15634-2:2012
div	41		positiv		negativ		positiv						Hausinterne Methode

* NWG Nachweisgrenze / BG Bestimmungsgrenze

* LOD limit of detection / LOQ limit of quantitation

* MU Messunsicherheit / MU measurement uncertainty

Fortsetzung PCR Sellerie:

Meth. Abk.	Auswertnr.	Spezifität	Hinweise zur Methode (Extraktion und Bestimmung)	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
		Target-Sequenz / -DNA	z.B. Extraktion / Enzyme / Clean-Up / Real Time PCR / Gelelektrophorese / Cyclen	ja/nein	
ASU	4		CTAB / Proteinase K / Promega Wizard DNA-CleanUp / Realtime PCR / 45 Zyklen	ja	§64 LFGB L 08.00-56:2014-08
ASU	13	Mannitoldehydrogenase	Macherey & Nagel NucleoSpin Food Kit	ja	Aus Probe a konnte nur sehr wenig DNA extrahiert werden. Die Ergebnisse für Sellerie sind nicht eindeutig.
ASU	26	Mannitol-Dehydrogenase	CTAB-Extraktion mit Magnetic Bead-Aufreinigung	ja	
ASU	35	Mannitol-Dehydrogenase	CTAB Präzipitation, QIAgen PCR Purification Kit, Real Time PCR	ja	
FP	23a			nein	
GI	23b			ja	
IM	33		CTAB/real time PCR/50 Zyklen	nein	
MS	11	AF067082	Macherey Nagel Nucleo Spin Food mit Optimierungen: erhöhte Einw aage, Chloroform-Schritt, 2xCQW; RealTime PCR mit 45 Zyklen, Dekontaminationsschritt mit UNG; eigenes Thermoprofil; Inhibitionskontrolle	ja	
MS	36		Wizard	ja	Dotierung unter LOQ der Routine
SFA	10			ja	
SFA	12	Nach Kit-Anleitung	Nach Kit-Anleitung	ja	
SFA	17		Extraktion mit Kit Congen Sure Food PREP Advanced / real time PCR / 45 Zyklen	ja	
SFA	18	Sellerie DNA (nicht spezifiziert durch den Anbieter)	Nach Kit-Anleitung	nein	
SFA	22		Nach Kit-Anleitung		
SFA	29		CTAB-Extraktion gefolgt von Kit basierter DNA-Aufreinigung	ja	
SFA	34			ja	
SFA-4p	27			ja	
div	1	Manitol déshydrogenase	Extraktionskit: NucleoSpin Food Macherez-Nagel - Real-time PCR 40 Zyklen	ja	
div	3		Limit of detection angegeben als µg DNA pro kg Probe	nein	
div	8	mitochondriale Gene	MN Extraktion-Kit + Real time PCR	ja	Durch NGS detektierte Spuren Menge geringer als LOD
div	14		Gel-Elektrophorese	ja	
div	20		CTAB Extraktion + real time PCR	nein	
div	28	MD	Tris Extraktion mit Säulen clean-up, Real-Time PCR.	ja	Nur Qualitativ
div	38	Mannitoldehydrogenase Gen	CTAB/Proteinase K/RealTime PCR/45 Zyklen	nein	
div	41		Hausinterne Methode		

5.1.4 PCR: Senf

Meth. Abk.	Auswert. tenr.	Datum der Analyse	Ergebnis Probe A		Ergebnis Probe B		Ergebnis Dotierungsprobe		NWG / LOD *	BG / LOQ *	MU*	Angabe quantitatives Ergebnis als	Methode
			positiv / negativ	mg/kg	positiv / negativ	mg/kg	positiv / negativ	mg/kg					
			positiv / negativ	mg/kg	positiv / negativ	mg/kg	positiv / negativ	mg/kg	mg/kg	mg/kg	%	z.B. Lebensmittel / Protein	PCR Test-Kit + Anbieter
ASU	4	01.07.19	positiv		negativ		positiv		10			Senf-DNA	ASU §64 Methode/method
GI	23	9/July	positiv		negativ		positiv		5 Gen Kopien			Senf-DNA	GEN-IAL First Duplex Mustard PCR kit
MS	36	20.06.19	positiv	20	negativ		positiv	30	10	100	250	Lebensmittel	Microsynth
SFA	12	19.06.19	positiv	54,73	negativ	<1	positiv	110,38	1	1	30,87	Senf	Sure Food ALLERGEN, R-Biopharm / Congen
SFA	17	15.07.19	positiv		negativ		positiv		0,4				Sure Food ALLERGEN, R-Biopharm / Congen
SFA	29	26.06.19	pos		neg		pos		0,5			n/a	Surefood Allergen Mustard, Congen
SFA	33	20.06.19	positiv		negativ		positiv		0,4			Senf	Sure Food ALLERGEN, R-Biopharm / Congen
SFA	34	19.06	positiv		negativ		positiv		0,4			Senf-DNA	Sure Food ALLERGEN, R-Biopharm / Congen
SFA-4p	27		positiv		negativ		positiv						Sure Food Allergen 4plex, R-Biopharm / Congen
SFA-ID	26		positiv		negativ		positiv		10	20		Senf-DNA	Sure Food Allergen ID, R-Biopharm / Congen
div	1a		positiv		negativ		positiv		5	nd			Fuchs M., Cichna-Markl M., Hochegger, R – Development and validation of a real-time PCR method for the detection of white mustard (Sinapis alba) in foods. J. Agric. Food Chemis. 2010, 58, 11193-11200.
div	1b		negativ		negativ		positiv (traces)		nd	nd			Palle-Reisch et al. - Development and validation of a real-time PCR methode for the simultaneous detection of black mustard (Brassica nigra) and brown mustard (Brassica juncea) - Food Chemistry 138 (2013) 348-355
div	3	12.06.19	pos		neg	8	-						Hausmethode
div	8	19.07.19	positiv		negativ		positiv		100				interne Methode
div	11		positiv		negativ		positiv		0,01% DNA				Hausmethode
div	20	15.07.19	positiv		negativ		positiv		10				Hausmethode
div	35	21.06.19	positiv		negativ		positiv		0,4	1		Senf-DNA	Mustorp et al. 2008 Eur Food Res Technol. 226: 771-778
div	38	19/June	positiv		negativ		positiv						andere: ISO CEN/TS 15634-5:2016
div	41		positiv		negativ		positiv						Hausinterne Methode

* NWG Nachweisgrenze / BG Bestimmungsgrenze

* LOD limit of detection / LOQ limit of quantitation

* MU Messunsicherheit / MU measurement uncertainty

Fortsetzung PCR Senf:

Meth. Abk.	Auswertn.	Spezifität	Hinweise zur Methode (Extraktion und Bestimmung)	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
		Target-Sequenz / -DNA	z.B. Extraktion / Enzyme / Clean-Up / Real Time PCR / Gelelektrophorese / Cyclen	ja/nein	
ASU	4		CTAB / Proteinase K / Promega Wizard DNA-CleanUp / Realtime PCR / 45 Zyklen	ja	§64 LFGB L 08.00-65:2017-10
GI	23			ja	
MS	36		Wizard	ja	Dotierung unter LOQ der Routine
SFA	12	Nach Kit-Anleitung	Nach Kit-Anleitung	ja	
SFA	17		Extraktion mit Kit Congen Sure Food PREP Advanced / real time PCR / 45 Zyklen	ja	
SFA	29		CTAB-Extraktion gefolgt von einer Kit basierten DNA-Aufreinigung	ja	
SFA	33		CTAB/real time PCR/45 Zyklen	nein	
SFA	34			ja	
SFA-4p	27			ja	
SFA-ID	26	Senf Hauptallergen	CTAB-Extraktion mit Magnetic Bead-Aufreinigung	ja	
div	1a	MADS-D	Extraktionskit: NucleoSpin Food Macherez-Nagel - Real-time PCR 40 Zyklen	ja	
div	1b	Partial RT gene for reverse transcriptase from gypsy-like retroelement 13G42-26	Extraktionskit: NucleoSpin Food Macherez-Nagel - Real-time PCR 43 Zyklen	nein	
div	3		Limit of detection angegeben als µg DNA pro kg Probe	nein	
div	8	Mitochondriales Gen	MN Extraktionskit + Real time PCR	nein	
div	11	MADS D/ Brassica juncea+nigra	Macherey Nagel Nucleo Spin Food mit Optimierungen: erhöhte Einw aage, Chloroform-Schritt, 2xCQW; RealTime PCR mit 45 Zyklen, Dekontaminationsschritt mit UNG; eigenes Thermoprofil; Inhibitionskontrolle	ja	Sinapis alba: nachweisbar; Brassica juncea/nigra: sow ohl in Probe A als auch in der Dotierprobe Spuren unter der NWG
div	20		CTAB Extraktion + real time PCR	nein	
div	35	Hauptallergen sin a1	CTAB Präzipitation, QIAgen PCR Purification Kit, Real Time PCR	ja	
div	38	MADS-D Proteingen	CTAB/Proteinase K/RealTime PCR/45 Zyklen	nein	
div	41		Hausinterne Methode		

5.1.5 PCR: Sesam

Meth. Abk.	Auswertnr.	Datum der Analyse	Ergebnis Probe A		Ergebnis Probe B		Ergebnis Dotierungsprobe		NWG / LOD *	BG / LOQ *	MU*	Angabe quantitatives Ergebnis als	Methode
			positiv / negativ	mg/kg	positiv / negativ	mg/kg	positiv / negativ	mg/kg					
			positiv / negativ		positiv / negativ		positiv / negativ				%	z.B. Lebensmittel / Protein	PCR Test-Kit + Anbieter
ASU	4	01.07.19	positiv		negativ		positiv		50			Sesam-DNA	ASU §64 Methode/method
ASU	13	21.06.19	positiv		negativ		positiv					Sesam-DNA	ASU §64 Methode/method
GI	23	10/July	positiv		negativ		positiv		5 Gen Kopien			Sesam-DNA	GEN-IAL First Allergen, Coring System Diagnostix
MS	11		positiv		negativ		positiv		0,005 % DNA				Microsynth
MS	36	20.06.19	positiv	20	negativ		positiv	60	10	100	250	Lebensmittel	Microsynth
SFA	12	17.07.19	positiv	2,85	negativ	<1	positiv	6,49	1	1	30,52		Sure Food ALLERGEN, R-Biopharm / Congen
SFA	17	15.07.19	positiv		negativ		positiv		0,4				Sure Food ALLERGEN, R-Biopharm / Congen
SFA	34	19.06	positiv		negativ		positiv		0,4			Sesam-DNA	Sure Food ALLERGEN, R-Biopharm / Congen
SFA-ID	35	13.06.19	positiv		negativ		positiv		0,4	1		Sesam-DNA	Sure Food Allergen ID, R-Biopharm / Congen
div	1		positiv		negativ		positiv		5	nd			Waiblinger H-U - Ring trial validation of single and multiplex real-time PCR methods for the detection and quantification of the allergenic food ingredients sesame, almond, lupine and Brazil nur - J. Verbr. Lebensm. - DOI 10,1007/s00003-014-0868-x
div	3	13.06.19	pos		neg	8	-						Hausmethode
div	8	19.07.19	positiv		negativ		positiv		10				andere: interne Methoden
div	20	15.07.19	positiv		negativ		positiv		10				Hausmethoden
div	29	26.06.19	pos		neg		pos		10			n/a	Hausmethoden
div	41		positiv		negativ		positiv						Hausinterne Methode

* NWG Nachweisgrenze / BG Bestimmungsgrenze

* LOD limit of detection / LOQ limit of quantitation

* MU Messunsicherheit / MU measurement uncertainty

Fortsetzung PCR Sesam:

Meth. Abk.	Auswertnr.	Spezifität	Hinweise zur Methode (Extraktion und Bestimmung)	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
		Target-Sequenz / -DNA	z.B. Extraktion / Enzyme / Clean-Up / Real Time PCR / Gelelektrophorese / Cyclen	ja/nein	
ASU	4		CTAB / Proteinase K / Promega Wizard DNA-CleanUp / Realtime PCR / 45 Zyklen	ja	§64 LFGB L 08.00-19:2014-08
ASU	13	2S Albumin Gen		ja	
GI	23			ja	
MS	11	U97700	Macherey Nagel Nucleo Spin Food mit Optimierungen: erhöhte Einw aage, Chloroform-Schritt, 2xCQW; RealTime PCR mit 45 Zyklen, Dekontaminationsschritt mit UNG; eigenes Thermoprofil; Inhibitionskontrolle	ja	
MS	36		Wizard	ja	Dottierung unter LOQ der Routine
SFA	12	Nach Kit-Anleitung	Nach Kit-Anleitung	nein	Sesam nicht als Option im Dropdown Menü gegeben für 'Ergebnis angegeben als'
SFA	17		Extraktion mit Kit Congen Sure Food PREP Advanced / real time PCR / 45 Zyklen	ja	
SFA	34			ja	
SFA-ID	35	Sesam	CTAB Präzipitation, QIAgen PCR Purification Kit, Real Time PCR	ja	
div	1	Albumine 2S	Extraktionskit: NucleoSpin Food Macherez-Nagel - Real-time PCR 40 Zyklen	ja	
div	3		Limit of detection gegeben als µg DNA pro kg Probe	nein	
div	8	mitochondriale Gene	MN ExtraktionsKit + Real time PCR	ja	
div	20		CTAB Extraktion + real time PCR	ja	
div	29		CTAB-Extraktion gefolgt von einer Kit basierten DNA-Aufreinigung	ja	
div	41		Hausinterne Methode		

5.2 Homogenität

5.2.1 Mischungshomogenität vor der Abfüllung

Microtracer Homogenitätstest

DLA 04-2019 Probe A

Gewicht Gesamtprobe	3,05	kg
Microtracer	FSS-rot lake	
Teilchengröße	75 – 300	µm
Gewicht pro Partikel	2,0	µg
Tracerzugabe	14,4	mg/kg

Analysenergebnisse:

Probe	Einwaage [g]	Partikel Anzahl	Partikel [mg/kg]
1	4,94	36	14,6
2	5,06	42	16,6
3	5,02	36	14,3
4	5,06	43	17,0
5	4,97	42	16,9
6	5,10	45	17,6
7	5,02	33	13,1
8	5,02	41	16,3

Poisson-Verteilung

Probenanzahl	8
Freiheitsgrad	7
Mittelwert	39,7 Partikel
Standardabweichung	3,99 Partikel
χ ² (CHI-Quadrat)	2,80
Wahrscheinlichkeit	90 %
Wiederfindungsrate	110 %

Normalverteilung

Probenanzahl	8
Mittelwert	15,8 mg/kg
Standardabweichung	1,59 mg/kg
rel. Standardabweichung	10,0 %
Horwitz Standardabweichung	10,6 %
HorRat-Wert	0,95
Wiederfindungsrate	110 %

Microtracer Homogenitätstest

DLA 04-2019 Dotierungsniveauprobe

Gewicht Gesamtprobe	1,02	kg
Microtracer	FSS-rot lake	
Teilchengröße	75 – 300	µm
Gewicht pro Partikel	2,0	µg
Tracerzugabe	22,6	mg/kg

Analysenergebnisse:

Probe	Einwaage [g]	Partikel Anzahl	Partikel [mg/kg]
1	5,06	78	30,8
2	4,95	63	25,5
3	5,05	81	32,1
4	5,02	78	31,1
5	4,99	74	29,7
6	5,02	73	29,1
7	5,00	77	30,8
8	5,05	70	27,7

Poisson-Verteilung

Probenanzahl	8
Freiheitsgrad	7
Mittelwert	74,2 Partikel
Standardabweichung	5,39 Partikel
χ ² (CHI-Quadrat)	2,73
Wahrscheinlichkeit	91 %
Wiederfindungsrate	131 %

Normalverteilung

Probenanzahl	8
Mittelwert	29,6 mg/kg
Standardabweichung	2,15 mg/kg
rel. Standardabweichung	7,25 %
Horwitz Standardabweichung	9,61 %
HorRat-Wert	0,75
Wiederfindungsrate	131 %

5.3 Informationen zur Eignungsprüfung (EP)

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

EP-Nummer	DLA 04-2019
EP-Name	Allergene IV: Sellerie, Senf und Sesam in Gewürzsalz
Probenmatrix (Prozessierung)	Proben A + B: Matrix (Behandlung)/ Zutaten: Speisesalz, Gewürze (Paprika, Pfeffer, Zwiebeln) weitere Zusatzstoffe und Allergene Lebensmittel (eine der beiden Proben) Dotierungsniveauprobe: Kartoffelpulver, weitere Zusatzstoffe und Allergene Lebensmittel
Probenzahl und Probenmenge	2 unterschiedliche Proben A + B: je 25 g + 1 Dotierungsniveauprobe: 15 g
Lagerungsinformation	Proben A + B: Raumtemperatur (Langzeit gekühlt 2 - 10 °C) Dotierungsniveauprobe: Raumtemperatur
Verwendungszweck	Ausschließlich für Laboruntersuchungen (Qualitätskontrollproben)
Parameter	qualitativ + quantitativ: Sellerie, Senf, Sesam (Protein / DNA) Proben A + B: < 500 mg/kg (als Lebensmittelzutat) Dotierungsniveauprobe: < 500 mg/kg (als Lebensmittelzutat)
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 Analyseeinwaagen, eine repräsentative Probenmenge entsprechend guter Laborpraxis zu homogenisieren. Vorzugsweise wird jeweils die gesamte Probenmenge homogenisiert.
Ergebnisangabe	Es werden für jede Probe A , B und Dotierungsniveauprobe je ein Ergebnis ermittelt. Die Einzelergebnisse sind in die Ergebnisabgabe-Datei einzutragen.
Einheiten	mg/kg
Anzahl von Stellen	mindestens 2 signifikante Stellen
Ergebnisabgabe	Die Ergebnisabgabe-Datei wird per eMail übermittelt an: pt@dla-lvu.de
Abgabetermin	spätestens 19. Juli 2019
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-Scharf

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

6. Verzeichnis der Teilnehmer in alphabetischer Reihenfolge

Teilnehmer / Participant	Ort / Town	Land / Country
		SPANIEN
		GROSSBRITANNIEN
		USA
		KANADA
		KANADA
		ITALIEN
		Deutschland
		SPANIEN
		ITALIEN
		ITALIEN
		Deutschland
		SCHWEDEN
		UNGARN
		GROSSBRITANNIEN
		KANADA
		Deutschland
		SERBIEN
		SCHWEDEN
		POLEN
		SCHWEIZ
		FRANKREICH
		SPANIEN
		Deutschland
		Deutschland
		SCHWEDEN
		ÖSTERREICH
		HUNGARY
		KANADA
		GROSSBRITANNIEN
		ISRAEL
		ITALIEN
		FRANKREICH
		Deutschland
		GRIECHENLAND
		GROSSBRITANNIEN
		GROSSBRITANNIEN
		PORTUGAL
		SPANIEN
		SLOWAKEI
		GROSSBRITANNIEN
		Deutschland
		KANADA

[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. Homogeneity and stability of reference materials; Linsinger et al.; Accred Qual Assur, 6, 20-25 (2001)
17. AOAC Official Methods of Analysis: Guidelines for Standard Method Performance Requirements, Appendix F, p. 2, AOAC Int (2016)
18. 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
19. 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
20. 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

21. 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
22. Ministry of Health and Welfare, JSM, Japan 2006
23. 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)
24. 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)
25. 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)
26. EFSA (2014) Scientific Opinion on the evaluation of allergenic foods and food ingredients for labelling purposes¹, EFSA Panel on Dietetic Products, Nutrition and Allergies (NDA), European Food Safety Authority (EFSA), Parma, Italy, EFSA Journal 2014;12(11):3894
27. 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
28. 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
29. ASU §64 LFGB L 06.00-56 Bestimmung von Sojaprotein in Fleisch und Fleischerzeugnissen Enzymimmunologisches Verfahren (2007) [Determination of soyprotein in meat and meat products by enzyme immunoassay]
30. ASU §64 LFGB L 00.00-69 Bestimmung von Erdnuss-Kontaminationen in Lebensmitteln mittels ELISA im Mikrotiterplattensystem (2003) [Foodstuffs, determination of peanut contaminations in foodstuffs by ELISA in microtiterplates]
31. ASU §64 LFGB L 44.00-7 Bestimmung von Haselnuss-Kontaminationen in Schokolade und Schokoladenwaren mittels ELISA im Mikrotiterplattensystem (2006) [Foodstuffs, determination of hazelnut contaminations in chocolate and chocolate products by ELISA in microtiterplates]
32. ASU §64 LFGB L 18.00-19 Untersuchung von Lebensmitteln - Nachweis und Bestimmung von Sesam (Sesamum indicum) in Reis- und Weizenkeksen sowie in Soßepulver mittels real-time PCR (2014) [Foodstuffs, detection and determination of sesame (Sesamum indicum) in rice and wheat cookies and sauce powders by PCR]
33. 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 Soßepulver mittels real-time PCR (2014) [Foodstuffs, simultaneous detection and determination of lupin, almond, brazil nut and sesame in rice and wheat cookies and sauce powders by PCR]
34. 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) [Foodstuffs, detection and determination of mustard (Sinapis alba) and soya (Glycine max) in boiled sausages by real-time PCR]
35. ASU §64 LFGB L 08.00-64 Untersuchung von Lebensmitteln - Nachweis und Bestimmung von von schwarzem Senf (Brassica nigra L.) und braunem Senf (Brassica juncea L.) in Brühwurst mittels real-time PCR (2016) [Foodstuffs, detection and determination of black mustard (Brassica nigra L.) and brown mustard (Brassica juncea L.) in boiled sausages by real-time PCR]
36. ASU §64 LFGB L 08.00-65 Untersuchung von Lebensmitteln - Simultaner

Nachweis und Bestimmung von schwarzem Senf (*Brassica nigra* L.), braunem Senf (*Brassica juncea* L.), weißem Senf (*Sinapis alba*), Sellerie (*Apium graveolens*) und Soja (*Glycine max*) in Brühwurst mittels real-time PCR (2017) [Foodstuffs, simultaneous detection and determination of black mustard (*Brassica nigra* L.), brown mustard (*Brassica juncea* L.), white mustard (*Sinapis alba*), celery (*Apium graveolens*) and soya (*Glycine max*) in boiled sausages by real-time PCR]

DLA 04/2019 - Allergene IV

Alle 42 Teilnehmer haben mindestens ein Ergebnis eingereicht. Die Auswertung erfolgte für ELISA-Methoden hinsichtlich der Parameter Sesam und Senf qualitativ und quantitativ und für Sellerie lagen keine Ergebnisse vor. Die PCR-Methoden wurden für alle 3 Parameter qualitativ bewertet. Zusätzlich wurden für jeden Teilnehmer Wiederfindungsraten für die Dotierungsniveauprobe und die dotierte Probe ermittelt. Details zu den einzelnen Parametern inklusive separater Auswertung nach Testkit-Herstellern sind dem Auswertebereich zu entnehmen.

35 Teilnehmer hatten ihren Sitz im Ausland (Frankreich, Griechenland, Großbritannien, Italien, Österreich, Polen, Portugal, Spanien, Schweden, Schweiz, Serbien, Slowakei, Ungarn sowie Israel, USA und Kanada).