



Auswertungs-Bericht

Laborvergleichsuntersuchung

DLA ptALR2 (2020)

Response PT Sesam:

**5 prozessierte Proben weißer Sesam
(gemahlen), schwarzer Sesam (gemahlen),
Sesampaste (Tahini, geröstet), vegetarischer
Brotaufstrich (erhitzt) und
Salz-Cracker (gebacken)**

in Kartoffelpulver-Matrix

***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 ptALR2 (2020)
<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 (16. Dezember 2020)</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: 16. Dezember 2020</p>
<i>Unteraufträge</i> <i>Subcontractors</i>	<p>Im Rahmen dieser Eignungsprüfung wurden nachstehende Leistungen im Unterauftrag vergeben: Proteinbestimmung As part of the present proficiency test the following services were subcontracted: protein determination</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. 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.....	5
2.1 Untersuchungsmaterial.....	5
2.1.1 Homogenität.....	7
2.1.2 Stabilität.....	7
2.2 Probenversand und Informationen zur Untersuchung.....	8
2.3 Ergebnisübermittlung.....	8
3. Auswertung.....	9
3.1 Qualitativer Score.....	10
3.2 Wiederfindungs-Score (WFR-Score).....	10
3.2.1 Wiederfindungsraten eines Versuchs zur Präzision.....	11
3.2.2 Werte aus Erkenntnissen.....	13
3.3 z-Score (Dotierungsniveaus).....	14
3.4 z'-Score (Dotierungsniveaus).....	14
4. Ergebnisse.....	15
4.1 Vergleichsuntersuchung prozessierte Sesamprodukte.....	16
4.1.1 Qualitative Scores: ELISA-Methoden.....	16
4.1.2 Qualitative Scores: PCR-Methoden.....	17
4.1.3 Quantitativ: ELISA-Methoden	
Wiederfindungs-Scores (WFR-Scores).....	18
4.1.4 Quantitativ: PCR-Methoden	
Wiederfindungs-Scores (WFR-Scores).....	19
4.2 z-Scores der Teilnehmer: Übersichtstabelle.....	22
5. Dokumentation.....	23
5.1 Angaben der Teilnehmer.....	23
5.1.1 ELISA-Methoden.....	23
5.1.2 PCR-Methoden.....	25
5.2 Homogenität.....	27
5.2.1 Mischungshomogenität vor der Abfüllung.....	27
5.3 Informationen zur Eignungsprüfung (EP).....	30
6. Verzeichnis der Teilnehmer in alphabetischer Reihenfolge.....	31
7. Verzeichnis relevanter Literatur.....	32

1. Einleitung

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

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

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

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

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

2. Durchführung

2.1 Untersuchungsmaterial

Zur Untersuchung wurden sechs LVU-Proben für den qualitativen Nachweis und ggf. die quantitative Bestimmung von Sesam in weißem und schwarzem Sesam (gemahlen), Sesampaste (Tahini, geröstet), vegetarischem Brotaufstrich (erhitzt) und Salz-Crackern (gebacken) in Kartoffelpulver/Maltdextrin zur Verfügung gestellt.

Die jeweiligen Rohstoffe für die Probenreihe waren handelsübliche teils prozessierte Sesamprodukte. Pro PT-Probe wurden jeweils 5-10 Produkte unterschiedlicher Herkunft verarbeitet.

Es wurden Vormischungen mit Gehalten von ca. 0,26 - 5,0 % der betreffenden allergenen Zutaten hergestellt (s. Tab. 1). Hierzu wurden die Produkte vorzerkleinert, gravimetrisch gemischt, ggf. gefriergetrocknet (Sesam-
aufstrich) oder gebacken (Sesam-Cracker), gemahlen und homogenisiert. Anschließend wurden die Rohstoffe mit weiteren Zutaten versetzt und mittels Kugelmühle weiter zerkleinert und homogenisiert. Die Allergen-Vormischungen wurden anschließend zur Trägermatrix Kartoffelpulver / Maltodextrin (mesh < 500 µm) gegeben und homogenisiert. Ein Aliquot der Trägermatrix wurde als „Null“-Probe abgenommen.

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

Die Sesam-Gehalte der PT-Probenreihe lagen im Bereich von 51 bis 56 mg/kg (s. Tabelle 1).

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

Alle Unsicherheitsbeiträge wurden in Form von Standardabweichungen ausgedrückt und als Varianzen addiert. Die Wurzel aus der Summe der Gesamtvarianzen ergibt die kombinierte Unsicherheit "Uc", die mit dem Erweiterungsfaktor k=2 multipliziert die erweiterte Unsicherheit der zugewiesenen Werte " $U(X_{pt})$ " ergibt [3, 13, 16 - 17].

Tabelle 1: Zusammensetzung der DLA-Proben

PT-Probenreihe	Probe 1	Probe 2	Probe 3	Probe 4	Probe 5	Probe 6
	Sesam-paste	Sesam, weiß	Sesam, schwarz	Aufstrich	Sesam-Cracker	„Null“
Zutaten	g/100 g	g/100g	g/100g	g/100g	g/100g	g/100g
Kartoffelpulver Zutaten: Kartoffeln, E471, E304, E223, E100 Nährwertangaben pro 100 g: Protein 8,3 g, Kohlenhydrate 76 g, Fett 0,6 g, Salz 0,15 g	75	75	75	75	74	75
Maltodextrin	25	25	25	25	25	25
Allergen-Vormischungen Zutaten (Pr. 1-4): Maltodextrin (88% - 98%), Siliciumdioxid (< 3,0%), prozessierte Allergenprodukte (je 0,26% - 5% Sesam)	0,10	0,10	0,10	0,47	2,0	-
Allergen-Gehalte	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg
Sesampaste (Tahini)* Protein 21,0 % ** (6 Produkte, 5 Länder, Europa, Vorderasien)	50,7	-	-	-	-	-
Sesam, weiß (gemahlen)* Protein 20,8 % ** (10 Produkte, Afrika, Asien, Südamerika)	-	52,3	-	-	-	-
Sesam, schwarz (gemahlen)* Protein 18,5 % ** (6 Produkte, Asien)	-	-	51,3	-	-	-
Sesam-Aufstrich* Zutaten: 12% Sesam und Kichererbsen, Wasser, Pflanzenöle und -fette, konz. Zitronensaft, Agavendicksaft, Ananas, Meersalz, Zucker, Knoblauch, Paprika, Zwiebeln, Gewürze und Kräuter und weitere Zusatzstoffe Protein 2,5 % *** (5 Produkte, Europa)	-	-	-	468	-	-
Sesam-Cracker* (gebacken 200°C, 25 min) Zutaten: 0,26 % Sesam und Weizenmehl, Rapsöl, Zucker, Salz, Backpulver und weitere Zusatzstoffe Protein 0,054 % *** (10 Produkte, Afrika, Asien, Südamerika)	-	-	-	-	19500	-
- als Sesam	50,7	52,3	51,3	56,2	50,6	-
erweiterte kombinierte Unsicherheit (k=2) des Sesam-Gehalts (= ± 12,5 %)	± 6,34	± 6,54	± 6,41	± 7,03	± 6,33	-

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

** Proteingehalt gemäß Laboranalyse der Rohstoffmischungen bezogen (Gesamtstickstoff nach Kjeldahl mit F=5,3 für Sesamprotein)

*** Sesam-Proteingehalt berechnet aus Sesamgehalt gemäß Deklaration der Produkte bzw. DLA-Herstellung

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-Proben 1-5 hat eine Wahrscheinlichkeit von 95%, 97%, 88%, 97% bzw. 99% 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 0,68, 0,60, 0,92, 0,67 bzw. 0,56 erhalten. Die Ergebnisse der Microtracer-Analyse sind in der Dokumentation angegeben.

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. 0,28 (17 – 19°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 21. Kalenderwoche 2020 je eine Portion der Untersuchungsmaterialien 1 bis 6 verschickt. Die Untersuchungsverfahren wurden freigestellt. Die Untersuchungen waren durchzuführen bis spätestens 31. Juli 2020.

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

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

- *Die Proben 1-5 sind in zufälliger Reihenfolge nummeriert und enthalten Sesam, weißer Sesam (gemahlen), schwarzer Sesam (gemahlen), Sesampaste (Tahini, geröstet), vegetarischer Brotaufstrich (erhitzt) und Salz-Cracker (gebacken).*
- *Bitte geben Sie alle quantitativen Ergebnisse als Gesamt-Sesam, soweit möglich unter Angabe des zugrundeliegenden Gehalts an Gesamt-Protein in Sesam an.
Mögliche Umrechnungsfaktoren auf die prozessierten Sesamprodukte werden separat in der Ergebnisabgabedatei abgefragt.*

Bitte beachten Sie die beiliegenden Informationen zur Eignungsprüfung. (siehe Dokumentation unter Punkt 5.3 EP-Informationen)

2.3 Ergebnisübermittlung

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

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

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 13 Teilnehmer haben fristgerecht Ergebnisse abgegeben.

3. Auswertung

Verschiedene ELISA-Methoden zur quantitativen Bestimmung von Allergenen in Lebensmitteln können verschiedene Antikörper-Spezifitäten aufweisen, mit unterschiedlichem Referenzmaterial kalibriert worden sein und sich unterschiedlicher Extraktionsverfahren bedienen. Die verschiedenen ELISA-Methoden können daher zu einer unterschiedlichen Bewertung des Gehalts eines Analyten führen [25, 26, 27, 28]. Darüber hinaus können Matrix- und/oder Prozessierung die Nachweisbarkeit von Allergenen sowohl mittels ELISA- als auch mittels PCR-Verfahren stark beeinflussen.

In der vorliegenden LVU wurden von dem Allergen Sesam fünf verschiedenartig prozessierte Produkte, *weißer Sesam (gemahlen)*, *schwarzer Sesam (gemahlen)*, *Sesampaste (Tahini, geröstet)*, *vegetarischer Brotaufstrich (erhitzt)* und *Sesam-Cracker (gebacken)* zur Verfügung gestellt, um die qualitative Nachweisbarkeit und die Response in der quantitativen Bestimmung der eingesetzten Methoden ermitteln zu können.

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

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

3.1 Qualitativer Score

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

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

Tabelle 2: Bewertung der Ergebnisse anhand von qualitativen Scores

Probe 1 Sesam- paste	Probe 2 Sesam, weiß	Probe 3 Sesam, schwarz	Probe 4 Sesam- Aufstrich	Probe 5 Sesam- Cracker	Probe 6 „Null“	Score qualitativ	Eignung qualitativ
pos/neg	pos/neg	pos/neg	pos/neg	pos/neg	pos/neg	Anzahl erfasster Proben 1 - 5	
negativ	negativ	negativ	negativ	negativ	negativ	0 (0%)	nicht erfolgreich
negativ	negativ	negativ	negativ	positiv	negativ	1 (20%)	1 Produktgruppe
negativ	negativ	negativ	positiv	positiv	negativ	2 (40%)	2 Produktgruppen
negativ	negativ	positiv	positiv	positiv	negativ	3 (60%)	3 Produktgruppen
negativ	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	4 (80%)	4 Produktgruppen
positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	5 (100%)	5 Produktgruppen

3.2 Wiederfindungs-Score (WFR-Score)

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

Die Wiederfindungsraten werden in Bezug auf das jeweilige zugesetzte prozessierte Allergen (Zusatzniveau) berechnet. Die Bezugswerte ergeben sich aus den unter 2.1 Untersuchungsmaterial in Tabelle 1 angegebenen Gehalten der Proben 1 bis 5. Als Akzeptanzbereich AB für die Bewertung der Teilnehmerergebnisse wird der von der AOAC vorgeschlagene Bereich von 50 - 150% für die Wiederfindungsraten von Allergen-ELISAs herangezogen [23]. Für quantitative PCR-Bestimmungen sowie LC/MS wird ebenfalls dieser Akzeptanzbereich herangezogen.

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

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

3.2.1 Wiederfindungsraten eines Versuchs zur Präzision

In Ringversuchen der ASU §64 Methoden wurden abhängig von Matrix bzw. Prozessierung und Konzentrationsbereich Wiederfindungsraten im Bereich von 57 – 119% für die ELISA-Methoden und 12 – 176% für die PCR-Methoden erhalten (s. Tab. 3a und 3b). Die angegebenen Zielstandardabweichungen σ_{pt} wurden für eine Anzahl von $m = 2$ Wiederholmessungen berechnet.

Tabelle 3a: ELISA-Methoden – Wiederfindungsraten und Präzisionsdaten ausgewählter Auswertungen von Versuchen zur Präzision [30-31]

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

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 3b: PCR-Methoden – Wiederfindungsraten und Präzisionsdaten ausgewählter Auswertungen von Versuchen zur Präzision [32–36]

Parameter	Matrix	Mittelwerte [mg/kg]	Wiederfindung	rob RSD _r	RSD _r	RSD _R	opt	Methode / Literatur
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%	
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

3.2.2 Werte aus Erkenntnissen

Anforderungen an die Leistungsfähigkeit der Analysemethoden zur quantitativen Bestimmung von Allergenen in Lebensmitteln sind u.a. vom Ministry of Health and Welfare (MHLW) in Japan [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 4 und 5 angegeben.

Tabelle 4: ELISA-Validierungskriterien

Literatur [18-24]	Wiederfindungsrate	Wiederholstandard- abweichung	Vergleichsstandard- abweichung
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 5: PCR-Validierungskriterien

Literatur [18]	Wiederfindungsrate	Wiederholstandard- abweichung	Vergleichsstandard- abweichung
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% und für die Wiederfindungsrate entsprechend 50-150% fest.

3.3 z-Score (Dotierungsniveaus)

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}), hier das Dotierungsniveau, 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

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

Die Berechnung der z-Scores zu den Wiederfindungen erfolgte mit der Zielstandardabweichung von 25% (s. 3.2.2).

3.4 z'-Score (Dotierungsniveaus)

Der z'-Score kann u.a. zur Beurteilung der Ergebnisse der teilnehmenden Labore herangezogen werden, wenn die Standardunsicherheit des zugewiesenen Wertes berücksichtigt werden muss. 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

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

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

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 Sesamprotein angegeben wurden, sind mit dem experimentell bestimmten Proteingehalt der Rohstoffe auf das Gesamtlebensmittel (Sesamsamen) umgerechnet worden (s. Seite 6).

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

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

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

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

* Wiederfindungsrate

4.1 Vergleichsuntersuchung prozessierte Sesamprodukte

4.1.1 Qualitative Scores: ELISA-Methoden

Auswertenummer	Probe 1 Sesam-paste	Probe 2 Sesam, weiß	Probe 3 Sesam, schwarz	Probe 4 Sesam-Aufstrich	Probe 5 Sesam-Cracker	Probe 6 „Null“	Score qualitativ	Methode	Hinweis
	pos/neg	pos/neg	pos/neg	pos/neg	pos/neg	pos/neg	Anzahl erfasster Proben 1-5		
6	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	5 (100%)	AQ-P	
7	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	5 (100%)	AQ	
13a	positiv	positiv	positiv	negativ	positiv	negativ	4 (80%)	BF	
13b	positiv	positiv	positiv	negativ	positiv	negativ	4 (80%)	BF-LF	Lateral Flow
12	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	5 (100%)	MI-I	
2	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	5 (100%)	NL-E	
3	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	5 (100%)	RS-F	
4	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	5 (100%)	RS-F	
5	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	5 (100%)	RS-F	
10	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	5 (100%)	RS-F	
11	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	5 (100%)	RS-F	
1	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	5 (100%)	SP	
8	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	5 (100%)	SP	

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

Methoden:

- AQ-P = AgraQuant Plus, RomerLabs
- AQ = AgraQuant, RomerLabs
- BF = MonoTrace ELISA, BioFront Technologies
- BF-LF = MonoTrace ELISA, BioFront Technologies
- MI-I = Morinaga Institute ELISA Kit II
- NL-E = nutriLinia®E Allergen-ELISA
- RS-F = Ridascreen® Fast, R-Biopharm
- SP = SensiSpec ELISA Kit, Eurofins

Anmerkung:

Für die Proben 1-3 und 5 wurden mittels ELISA-Methoden Konsenswerte von 100% positiven Ergebnissen erhalten. Für die prozessierte Probe 4 (Brotaufstrich) wurden zwei negative Ergebnisse erhalten.

4.1.2 Qualitative Scores: PCR-Methoden

Auswertenummer	Probe 1 Sesam-paste	Probe 2 Sesam, weiß	Probe 3 Sesam, schwarz	Probe 4 Sesam-Aufstrich	Probe 5 Sesam-Cracker	Probe 6 „Null“	Score qualitativ	Methode	Hinweis
	pos/neg	pos/neg	pos/neg	pos/neg	pos/neg	pos/neg	Anzahl erfasster Proben 1-5		
3	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	5 (100%)	ASU	
8	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	5 (100%)	ASU	
12	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	5 (100%)	ASU	
11	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	5 (100%)	SFA	
2	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	5 (100%)	div	
4	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	5 (100%)	div	
9	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ	5 (100%)	div	

	Probe 1	Probe 2	Probe 3	Probe 4	Probe 5	Probe 6
Anzahl positiv	7	7	7	7	7	0
Anzahl negativ	0	0	0	0	0	7
Prozent positiv	100	100	100	100	100	0
Prozent negativ	0	0	0	0	0	100
Konsenswert	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ
Dotierung	positiv	positiv	positiv	positiv	positiv	negativ

Methoden:

ASU = ASU §64 Methode/method
 SFA = Sure Food Allergen, R-Biopharm / Congen
 div = keine genaue Angabe / andere Methode
 div = not indicated / other method

Anmerkung:

Für alle Proben 1-5 wurden mittels ELISA-Methoden Konsenswerte von 100% positiven Ergebnissen erhalten.

4.1.3 Quantitativ: ELISA-Methoden Wiederfindungs-Scores (WFR-Scores)

Auswertenummer	Probe 1 Sesampaste			Probe 2 Sesam, weiß			Probe 3 Sesam, schwarz			Probe 4 Sesam-Aufstrich			Probe 5 Sesam-Cracker			WFR-Score	Methode	Hinweis
	Ergebnis	WFR *		Ergebnis	WFR *		Ergebnis	WFR *		Ergebnis	WFR *		Ergebnis	WFR *		WFR *		
	[mg/kg]	[%]	[Z _{WFR}]	[mg/kg]	[%]	[Z _{WFR}]	[mg/kg]	[%]	[Z _{WFR}]	[mg/kg]	[%]	[Z _{WFR}]	[mg/kg]	[%]	[Z _{WFR}]	Anzahl in AB**		
6	123	243	5,7	156	298	7,9	230	448	14	13,4	24	-3,0	55,0	109	0,35	1/5 (20%)	AQ-P	
7	31,0	61	-1,6	52,0	99	-0,02	53,0	103	0,13	24,0	43	-2,3	19,0	38	-2,5	2/5 (40%)	AQ	
13a	57,4	113	0,53	92,8	177	3,1	70,9	138	1,5				28,4	56	-1,8	2/4 (50%)	BF	
13b																	BF-LF	Lateral Flow
12	57,6	114	0,55	58,2	111	0,45	59,5	116	0,64	59,6	106	0,24	49,5	98	-0,09		MI-II	Ergebnis umgerechnet °
2	38,0	75	-1,0	57,0	109	0,36	74,0	144	1,8	29,0	52	-1,9	16,4	32	-2,7	4/5 (80%)	NL-E	
3	115	227	5,1	153	293	7,7	152	296	7,9	72,0	128	1,1	74,0	146	1,8	2/5 (40%)	RS-F	
4	137	269	6,8	195	372	11	186	362	10	87,5	156	2,2	88,4	175	3,0	0/5 (0%)	RS-F	
5	112	220	4,8	128	245	5,8	122	237	5,5	47,8	85	-0,60	52,3	103	0,13	2/5 (40%)	RS-F	
10	85,0	168	2,7				145	283	7,3	68,0	121	0,84	67,0	132	1,3	2/4 (50%)	RS-F	
11	127	250	6,0	178	340	9,6	165	322	8,9	77,3	138	1,5	72,8	144	1,8	2/5 (40%)	RS-F	
1	38,0	75	-1,0	51,0	98	-0,10	50,0	97	-0,10	31,0	55	-1,8	27,0	53	-1,9	5/5 (100%)	SP	
8	26,0	51	-1,9	40,0	76	-0,94	46,0	90	-0,41	22,0	39	-2,4	12,0	24	-3,1	3/5 (60%)	SP	

° Umrechnung S. 14

AB**	50-150 %	AB**	50-150 %	AB**	50-150 %	AB**	50-150 %	AB**	50-150 %
Anzahl in AB	6	Anzahl in AB	5	Anzahl in AB	6	Anzahl in AB	7	Anzahl in AB	8
Prozent in AB	50	Prozent in AB	45	Prozent in AB	50	Prozent in AB	64	Prozent in AB	67

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

** Akzeptanzbereich der AOAC für Allergen-ELISAs

Methoden:

- AQ-P = AgraQuant Plus, RomerLabs
- AQ = AgraQuant, RomerLabs
- BF = MonoTrace ELISA, BioFront Technologies
- BF = MonoTrace ELISA, BioFront Technologies
- MI-II = Morinaga Institute ELISA Kit II
- NL-E = nutriLinia®E Allergen-ELISA
- RS-F = Ridascreen® Fast, R-Biopharm
- SP = SensiSpec ELISA Kit, Eurofins

Anmerkung:

Für die Proben 1 bis 5 lagen jeweils 45% bis 67% der Wiederfindungsraten der Teilnehmerergebnisse im Bereich der AOAC-Anforderungen von 50-150%.

4.1.4 Quantitativ: PCR-Methoden Wiederfindungs-Scores (WFR-Scores)

Auswertenummer	Probe 1 Sesampaste			Probe 2 Sesam, weiß			Probe 3 Sesam, schwarz			Probe 4 Sesam-Aufstrich			Probe 5 Sesam-Cracker			WFR-Score	Methode	Hinweis
	Ergebnis	WFR *		Ergebnis	WFR *		Ergebnis	WFR *		Ergebnis	WFR *		Ergebnis	WFR *		WFR *		
	[mg/kg]	[%]	[Z _{WFR}]	[mg/kg]	[%]	[Z _{WFR}]	[mg/kg]	[%]	[Z _{WFR}]	[mg/kg]	[%]	[Z _{WFR}]	[mg/kg]	[%]	[Z _{WFR}]	Anzahl in AB**		
3																	ASU	
8																	ASU	
12																	ASU	
11	1,57	3,1	-3,9	5,16	9,9	-3,6	5,35	10,4	-3,6	0,875	1,6	-3,9	0,865	1,7	-3,9	0/5 (0%)	SFA	Probe 4 und 5 < BG
2																	div	
4																	div	
9																	div	
	AB**	50-150 %		AB**	50-150 %		AB**	50-150 %		AB**	50-150 %		AB**	50-150 %				
	Anzahl in AB	0		Anzahl in AB	0		Anzahl in AB	0		Anzahl in AB	0		Anzahl in AB	0				
	Prozent in AB	0		Prozent in AB	0		Prozent in AB	0		Prozent in AB	0		Prozent in AB	0				

Methoden:

ASU = ASU §64 Methode/method

SFA = Sure Food Allergen, R-Biopharm / Congen

div = keine genaue Angabe / andere Methode

div = not indicated / other method

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

** Akzeptanzbereich der AOAC für Allergen-ELISAs

Anmerkung:

Ein Teilnehmer hat mittels PCR-Methoden quantitative Ergebnisse bestimmt. Die erhaltenen Wiederfindungsraten lagen alle unterhalb des Bereichs der AOAC-Anforderungen von 50-150%.

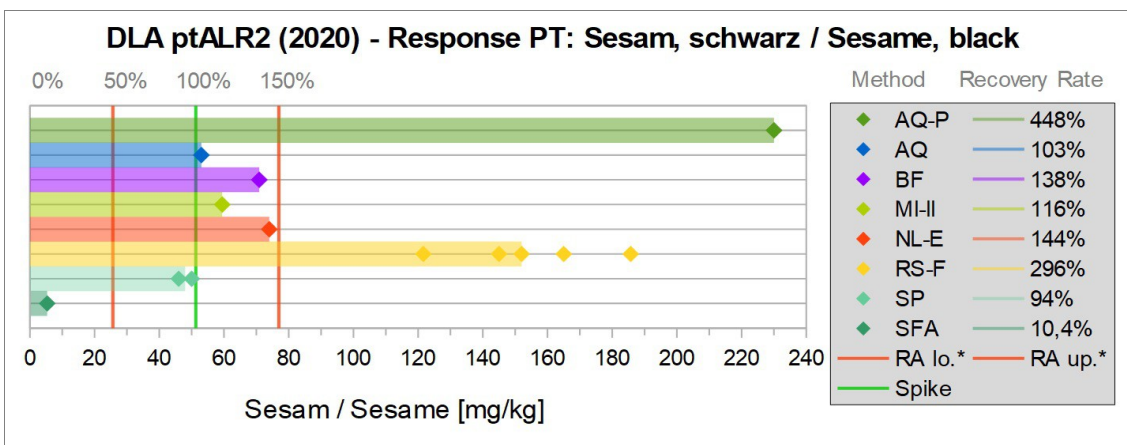
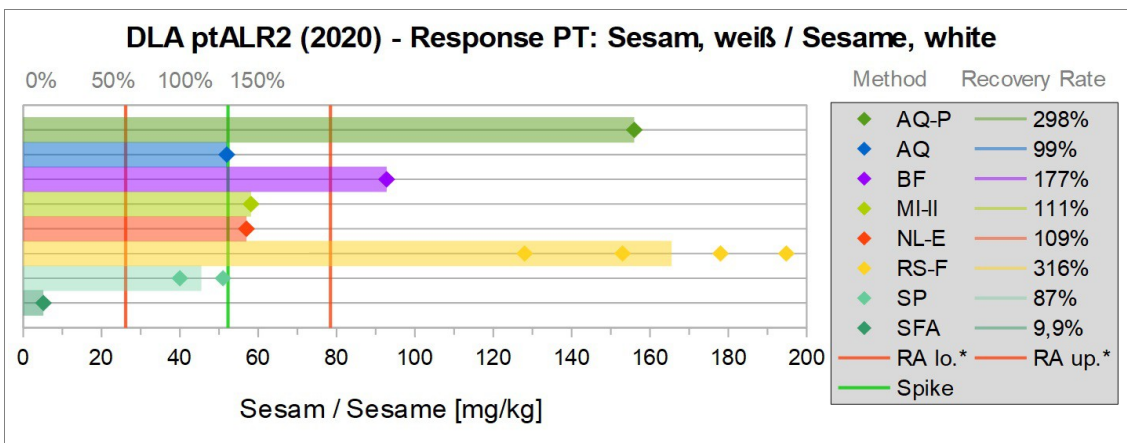
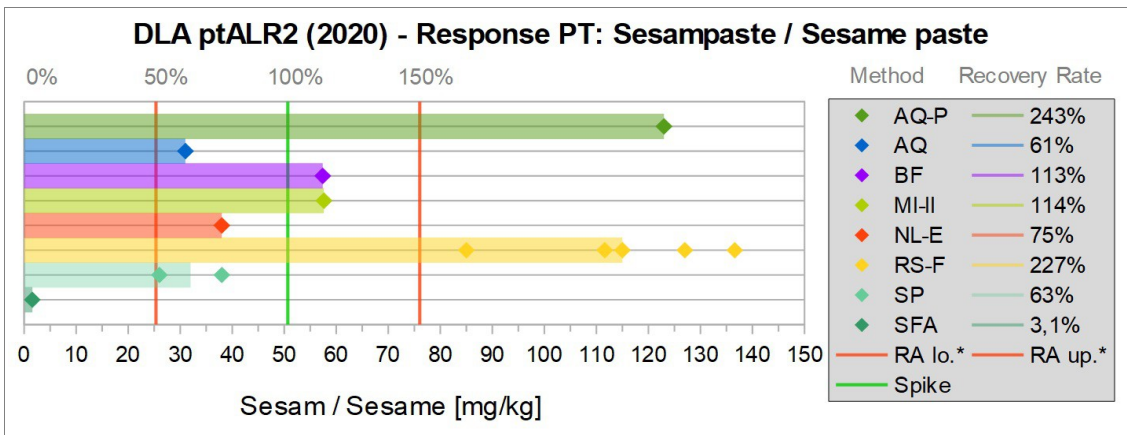


Abb./Fig. 1: Darstellung der Einzelergebnisse (Proben 1-3) getrennt nach Methoden mit Angabe der durchschnittlichen Wiederfindungsrate (Recovery Rate), untere Skala Sesam in mg/kg, obere Skala Wiederfindungsrate in %, mit * Akzeptanzbereich von 50% - 150% (* range of acceptance: RA lower limit bis RA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

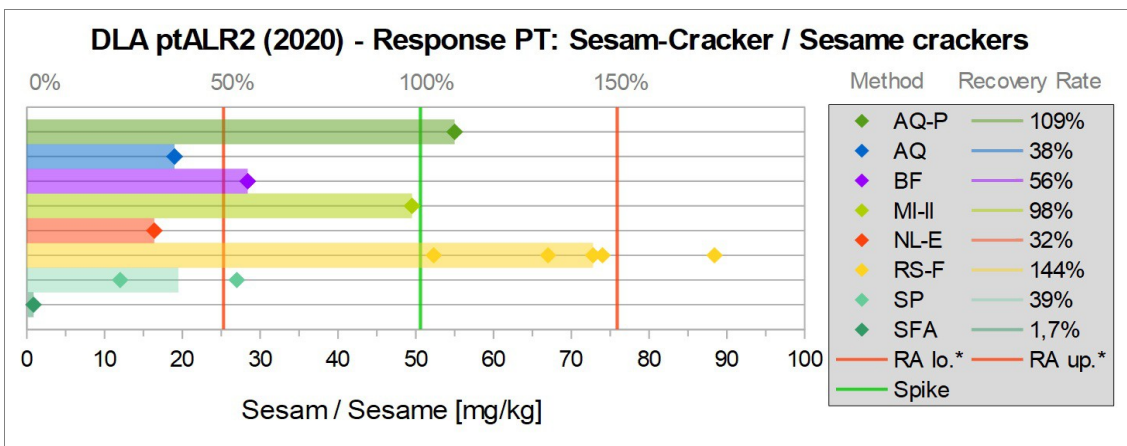
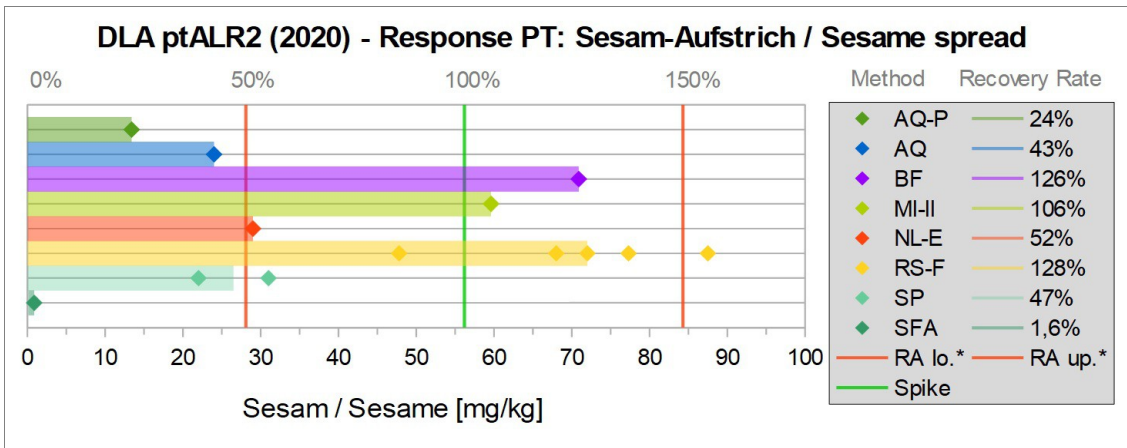


Abb./Fig. 2: Darstellung der Einzelergebnisse (Proben 4 und 5) getrennt nach Methoden mit Angabe der durchschnittlichen Wiederfindungsrate (Recovery Rate), untere Skala Sesam in mg/kg, obere Skala Wiederfindungsrate in %, mit * Akzeptanzbereich von 50% - 150% (* range of acceptance: RA lower limit bis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

4.2 z-Scores der Teilnehmer: Übersichtstabelle

Z-Scores für die zugewiesenen Werte des Zusatzniveaus (Wiederfindungsraten)

Auswertenummer	ELISA Sesam					PCR Sesam				
	Probe 1	Probe 2	Probe 3	Probe 4	Probe 5	Probe 1	Probe 2	Probe 3	Probe 4	Probe 5
1	-1,0	-0,10	-0,10	-1,8	-1,9					
2	-1,0	0,36	1,8	-1,9	-2,7					
3	5,1	7,7	7,9	1,1	1,8					
4	6,8	11	10	2,2	3,0					
5	4,8	5,8	5,5	-0,60	0,13					
6	5,7	7,9	13,9	-3,0	0,35					
7	-1,6	-0,02	0,13	-2,3	-2,5					
8	-1,9	-0,94	-0,41	-2,4	-3,1					
9										
10	2,7		7,3	0,84	1,3					
11	6,0	9,6	8,9	1,5	1,8	-3,9	-3,6	-3,6	-3,9	-3,9
12	0,55	0,45	0,64	0,24	-0,09					
13a	0,53	3,1	1,5		-1,8					
13b										

Bewertung des z-Scores / valuation of z-score (DIN ISO 13528:2009-01):

-2 ≤ z-score ≤ 2 erfolgreich / successful (in green)

-2 > z-score > 2 „Warnsignal“ / warning signal (in yellow)

-3 > z-score > 3 „Eingriffssignal“ / action signal (in red)

5. Dokumentation

5.1 Angaben der Teilnehmer

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

5.1.1 ELISA-Methoden

Meth. Abk.	Auswertenummer	Datum der Analyse	Ergebnis Probe 1		Ergebnis Probe 2		Ergebnis Probe 3		Ergebnis Probe 4		Ergebnis Probe 5		Ergebnis Probe 6		NWG / LOD *	BG / LOQ *	MU*	Angabe quantitatives Ergebnis als
			qualitativ	mg/kg	qualitativ	mg/kg	qualitativ	mg/kg	qualitativ	mg/kg	qualitativ	mg/kg	qualitativ	mg/kg				
AQ-P	6	28.05.20	positiv	123	positiv	156	positiv	230	positiv	13,4	positiv	55	negativ	< LOQ	1	1		Sesam
AQ	7	08.06.20	-	31	-	52	-	53	-	24	-	19	-	< LOD	0,2	2	0,5	Sesam
BF	13a	31.07.20	positiv	57,4	positiv	92,8	positiv	70,9	negativ		positiv	28,4	negativ		0,16	1		Sesam
BF-LF	13b	31.07.20	positiv		positiv		positiv		negativ		positiv		negativ		2	-		Sesam
MI-II	12	29.07.20	positiv	12,1	positiv	12,1	positiv	11	positiv	12,4	positiv	10,3	negativ	<0,16	0,16	0,16		Sesamprotein
NL-E	2	25/05; 26/05	-	38	-	57	-	74	-	29	-	16,4	-	< BG		2		Sesam
RS-F	3		positiv	115	positiv	153	positiv	152	positiv	72	positiv	74	negativ		2,5	2,5		Sesam
RS-F	4	05.06.20	positiv	136,6	positiv	194,8	positiv	185,7	positiv	87,5	positiv	88,4	negativ	<2,5	0,2	2,5		Sesam
RS-F	5	24.06.20	-	111,6	-	128	-	121,6	-	47,8	-	52,3	-	<2,5	<0,14	<2,5		Sesam
RS-F	10	17.07.20	positiv	85	positiv	N/A	positiv	145	positiv	68	positiv	67	negativ	0	N/A	2,5	N/A	Sesam
RS-F	11		positiv	127	positiv	178	positiv	165	positiv	77,3	positiv	72,8	negativ	< 2,5	0,14	2,5		Sesam
SP	1	22.05.20	positiv	38	positiv	51	positiv	50	positiv	31	positiv	27	negativ	0	0,2	2		Sesam
SP	8	28.05.20	positiv	26	positiv	40	positiv	46	positiv	22	positiv	12	negativ	<2	1,5	2		Sesam

* NWG Nachweisgrenze / BG Bestimmungsgrenze

* LOD limit of detection / LOQ limit of quantitation

* MU Messunsicherheit / MU measurement uncertainty

Weitere Angaben zu den Methoden

Meth. Abk.	Auswertenummer	Methode	Spezifität	Gehalt Gesamt-Protein in Sesam (Gemäß Methodenvorschrift)	Umrechnungsfaktoren für prozessierte Produkte (z.B.: Response gemäß Methodenvorschrift)	Hinweise zur Methode (Extraktion und Bestimmung)	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
		Test-Kit + Anbieter	Antikörper	%	Umrechnung von X in Y (Faktor oder %)	z.B. Extraktionslösung / Zeit / Temperatur	ja/nein	
AQ-P	6	AgraQuant Plus Sesame						
AQ	7	AgraQuant ELISA Sesame COKAL1948, RomerLabs					ja	
BF	13a	MonoTrace Sesame ELISA kit, BioFront Technologies	Monoklonaler Antikörper-basierter Assay			1:20 Extraktionsverhältnis/10 Minuten/60°C		
BF-LF	13b	AllerTrace Sesame - BioFront Technologies	Monoklonaler Antikörper-basierter Assay			1:10 Extraktionsverhältnis/1 Minute bei Raumtemperatur		
MI-II	12	Morinaga Sesam Elisa Test Kit II (M2121)	11S globulin			Short Time Extraction Method	nein	
NL-E	2	Sesam-E nutriLinia über Romer Labs	AK gegen Sesamproteine			nach Herstellerangaben	ja	
RS-F	3	Ridascreen® FAST Sesame R7202, R-Biopharm					ja	
RS-F	4	Ridascreen® FAST Sesame R7202, R-Biopharm	Sesamprotein			lt. Testkitanweisung	ja	
RS-F	5	Ridascreen® FAST Sesame R7202, R-Biopharm		69,7/80,0/76,0/29,9/32,7/<0,6 mg/kg Sesamprotein	25% Protein (Faktor 0,625)		nein	
RS-F	10	Ridascreen® FAST Sesame R7202, R-Biopharm	N/A	21	Response gemäß den Anweisungen der Methode	gemäß Kit-Beilage, Extraktion mit 5% Milchpulver	ja	
RS-F	11	Ridascreen® FAST Sesame R7202, R-Biopharm				nach Herstelleranleitung	nein	
SP	1	SensiSpec ELISA Sesame, Eurofins						
SP	8	SensiSpec ELISA Sesame, Eurofins	erkennt Sesamproteine	16-32%		lt. Herstellerangaben	ja	

5.1.2 PCR-Methoden

Meth. Abk.	Auswertenummer	Datum der Analyse	Ergebnis Probe 1		Ergebnis Probe 2		Ergebnis Probe 3		Ergebnis Probe 4		Ergebnis Probe 5		Ergebnis Probe 6		NWG / LOD *	BG / LOQ *	MU*	Angabe quantitatives Ergebnis als bevorzugt als Sesam
			qualitativ	mg/kg	qualitativ	mg/kg	qualitativ	mg/kg	qualitativ	mg/kg	qualitativ	mg/kg	qualitativ	mg/kg				
ASU	3		positiv		positiv		positiv		positiv		positiv		negativ		10			Sesam-DNA
ASU	8	28.05.20	positiv		positiv		positiv		positiv		positiv		negativ		10			Sesam-DNA
ASU	12	06.08.20	positiv		positiv		positiv		positiv		positiv		negativ					Sesam-DNA
SFA	11		positiv	1,57	positiv	5,16	positiv	5,35	positiv	0,875	positiv	0,865	negativ	< 1	0,4	1		Sesam
div	2	06.03.20	positiv		positiv		positiv		positiv		positiv		negativ					
div	4	02.06.20	positiv		positiv		positiv		positiv		positiv		negativ		10 haploide Genomkopien			Sesam-DNA
div	9	03.07.20	positiv		positiv		positiv		positiv		positiv		negativ		25			Bitte auswählen!

* NWG Nachweisgrenze / BG Bestimmungsgrenze

* LOD limit of detection / LOQ limit of quantitation

* MU Messunsicherheit / MU measurement uncertainty

Weitere Angaben zu den Methoden

Meth. Abk.	Auswertenummer	Methode	Spezifität	Gehalt Gesamt-Protein in Sesam (Gemäß Methodenvorschrift)	Umrechnungsfaktoren für prozessierte Produkte (z. B.: Response gemäß Methodenvorschrift)	Hinweise zur Methode (Extraktion und Bestimmung)	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
		Test-Kit + Anbieter	Target-Sequenz / -DNA			z.B. Extraktion / Enzyme / Clean-Up / Real Time PCR / Gelelektrophorese / Cyclen	ja/nein	
ASU	3	ASU §64 Methode/method	66 bp aus 2S Albumin				ja	
ASU	8	ASU §64 Methode/method				CTAB, Proteinase K / Promega Wizard DNA CleanUp / Real-time PCR / 45 Zyklen	ja	§64 LFGB L 18.00-19:2014-08
ASU	12	ASU §64 Methode/method	2S Albumin			MericonFood Kit (Qiagen)	ja	
SFA	11	Sure Food ALLERGEN, R-Biopharm / Congen				DNA-Isolierung mit SureFood PREP Advanced, Protokoll 1, RealTime-PCR nach Herstelleranleitung	ja	
div	2	Anlehnung an Methode Mustorb et al 2007	64 bp langer Sequenzabschnitt des Gens für 2S Albumin von Sesam			Extraktion: SureFood Prep Advanced r-biopharm/ Proteinase K/ Real Time PCR/ 45 Zyklen	ja	
div	4	Hausmethode (Mustorp et al., 2008; Eur Food Res Technol 226:771-778)	2S-Albumin Gen			DNA-Extraktion nach ASU § 64 LFGB L 15.05-1 (SDS/ Guanidiniumchlorid-Puffer mit Proteinase K, Aufreinigung mittels Wizard-Kit der Fa. Promega); qualitative Real-time PCR mit 45 Zyklen	ja	
div	9		Sesamum indicum oleosin mRNA			DNA Extraktion mit Dnaesy mericon Food Kit	ja	real time PCR Hausmethode basierend auf dem Artikel "Two tetraplex real-time PCR for the detection and quantification of DNA from eight allergens in food, Eur Food Res Technol (2010) 230:367-374"

5.2 Homogenität

5.2.1 Mischungshomogenität vor der Abfüllung

Microtracer Homogenitätstest

DLA-ptALR2 Probe 1

Gewicht Gesamtprobe	1,00	kg
Microtracer	FSS-rot lake	
Teilchengröße	75 – 300	µm
Gewicht pro Partikel	2,0	µg
Tracerzugabe	26,0	mg/kg

Analysenergebnisse:

Probe	Einwaage [g]	Partikel Anzahl	Partikel [mg/kg]
1	4,97	71	28,6
2	5,03	81	32,2
3	4,99	73	29,3
4	5,01	79	31,5
5	5,00	77	30,8
6	5,05	72	28,5
7	5,02	76	30,3
8	5,03	66	26,2

Poisson-Verteilung

Probenanzahl	8	
Freiheitsgrad	7	
Mittelwert	74,4	Partikel
Standardabweichung	4,83	Partikel
χ^2 (CHI-Quadrat)	2,20	
Wahrscheinlichkeit	95	%
Wiederfindungsrate	114	%

Normalverteilung

Probenanzahl	8	
Mittelwert	29,7	mg/kg
Standardabweichung	1,93	mg/kg
rel. Standardabweichung	6,5	%
Horwitz Standardabweichung	9,6	%
HorRat-Wert	0,68	
Wiederfindungsrate	114	%

Microtracer Homogenitätstest

DLA-ptALR2 Probe 2

Gewicht Gesamtprobe	1,00	kg
Microtracer	FSS-rot lake	
Teilchengröße	75 – 300	µm
Gewicht pro Partikel	2,0	µg
Tracerzugabe	20,7	mg/kg

Analysenergebnisse:

Probe	Einwaage [g]	Partikel Anzahl	Partikel [mg/kg]
1	5,04	83	32,9
2	5,00	74	29,6
3	5,02	76	30,3
4	5,04	77	30,6
5	4,97	68	27,4
6	5,01	77	30,7
7	5,03	75	29,8
8	5,02	70	27,9

Poisson-Verteilung

Probenanzahl	8	
Freiheitsgrad	7	
Mittelwert	75,0	Partikel
Standardabweichung	4,35	Partikel
χ^2 (CHI-Quadrat)	1,77	
Wahrscheinlichkeit	97	%
Wiederfindungsrate	144	%

Normalverteilung

Probenanzahl	8	
Mittelwert	29,9	mg/kg
Standardabweichung	1,73	mg/kg
rel. Standardabweichung	5,8	%
Horwitz Standardabweichung	9,6	%
HorRat-Wert	0,60	
Wiederfindungsrate	144	%

Microtracer Homogenitätstest

DLA-ptALR2 Probe 3

Gewicht Gesamtprobe	1,00	kg
Microtracer	FSS-rot lake	
Teilchengröße	75 – 300	µm
Gewicht pro Partikel	2,0	µg
Tracerzugabe	26,5	mg/kg

Analysenergebnisse:

Probe	Einwaage [g]	Partikel Anzahl	Partikel [mg/kg]
1	5,01	49	19,6
2	5,01	47	18,8
3	5,03	43	17,1
4	5,04	59	23,4
5	5,04	51	20,2
6	5,00	50	20,0
7	4,97	46	18,5
8	5,05	52	20,6

Poisson-Verteilung			
Probenanzahl	8		
Freiheitsgrad	7		
Mittelwert	49,6	Partikel	
Standardabweichung	4,65	Partikel	
χ^2 (CHI-Quadrat)	3,05		
Wahrscheinlichkeit	88	%	
Wiederfindungsrate	75	%	

Normalverteilung			
Probenanzahl	8		
Mittelwert	19,8	mg/kg	
Standardabweichung	1,85	mg/kg	
rel. Standardabweichung	9,4	%	
Horwitz Standardabweichung	10,2	%	
HorRat-Wert	0,92		
Wiederfindungsrate	75	%	

Microtracer Homogenitätstest

DLA-ptALR2 Probe 4

Gewicht Gesamtprobe	1,01	kg
Microtracer	FSS-rot lake	
Teilchengröße	75 – 300	µm
Gewicht pro Partikel	2,0	µg
Tracerzugabe	21,7	mg/kg

Analysenergebnisse:

Probe	Einwaage [g]	Partikel Anzahl	Partikel [mg/kg]
1	5,05	56	22,2
2	5,05	59	23,4
3	5,03	60	23,9
4	5,00	59	23,6
5	5,00	53	21,2
6	5,01	58	23,2
7	5,02	49	19,5
8	4,95	53	21,4

Poisson-Verteilung			
Probenanzahl	8		
Freiheitsgrad	7		
Mittelwert	55,9	Partikel	
Standardabweichung	3,76	Partikel	
χ^2 (CHI-Quadrat)	1,77		
Wahrscheinlichkeit	97	%	
Wiederfindungsrate	103	%	

Normalverteilung			
Probenanzahl	8		
Mittelwert	22,3	mg/kg	
Standardabweichung	1,50	mg/kg	
rel. Standardabweichung	6,7	%	
Horwitz Standardabweichung	10,0	%	
HorRat-Wert	0,67		
Wiederfindungsrate	103	%	

Microtracer Homogenitätstest

DLA-ptALR2 Probe 5

Gewicht Gesamtprobe	1,02	kg
Microtracer	FSS-rot lake	
Teilchengröße	75 – 300	µm
Gewicht pro Partikel	2,0	µg
Tracerzugabe	28,0	mg/kg

Analysenergebnisse:

Probe	Einwaage [g]	Partikel Anzahl	Partikel [mg/kg]
1	5,00	54	21,6
2	4,98	55	22,1
3	4,98	61	24,5
4	5,01	62	24,8
5	5,05	56	22,2
6	5,01	55	22,0
7	4,98	60	24,1
8	4,98	59	23,7

Poisson-Verteilung

Probenanzahl	8	
Freiheitsgrad	7	
Mittelwert	57,8	Partikel
Standardabweichung	3,20	Partikel
χ^2 (CHI-Quadrat)	1,24	
Wahrscheinlichkeit	99	%
Wiederfindungsrate	83	%

Normalverteilung

Probenanzahl	8	
Mittelwert	23,1	mg/kg
Standardabweichung	1,28	mg/kg
rel. Standardabweichung	5,5	%
Horwitz Standardabweichung	10,0	%
HorRat-Wert	0,56	
Wiederfindungsrate	83	%

5.3 Informationen zur Eignungsprüfung (EP)

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

EP-Nummer	DLA ptALR2 (2020)
EP-Name	Response PT Sesam: Prozessierte Proben weißer Sesam (gemahlen), schwarzer Sesam (gemahlen), Sesampaste (Tahini, geröstet), vegetarischer Brotaufstrich (erhitzt) und Salz-Cracker (gebacken) in Kartoffelpulver-Matrix (Gehalte: 25 - 150 mg/kg)
Probenmatrix (Prozessierung)	Proben 1-6: Zutaten: Kartoffelpulver (ca. 75%), Maltodextrin (ca. 25%) sowie weitere Zusatzstoffe und Allergene Lebensmittel (nur in Proben 1-5)
Probenzahl und Probenmenge	5 unterschiedliche Proben je 20 g + 1 „Null-Probe“ 20 g
Lagerungsinformation	Proben 1-6: Raumtemperatur (EP-Zeitraum), gekühlt 2 - 10 °C (Langzeit)
Verwendungszweck	Ausschließlich für Laboruntersuchungen (Qualitätskontrollproben)
Parameter	qualitativ + quantitativ: Sesam / Sesamprotein / DNA aus Sesam Proben 1-5: ca. 25 - 150 mg/kg (als Gesamt-Sesam)
Untersuchungsmethoden	Methode ist freigestellt
Hinweis zur Analyse	Die Untersuchung der Eignungsprüfung soll entsprechend einer laborüblichen Routineanalyse vorgenommen werden. Generell empfehlen wir vor der Analyse, insbesondere bei kleinen Analyseneinwaagen, eine repräsentative Probenmenge entsprechend guter Laborpraxis zu homogenisieren. Am besten wird jeweils die gesamte Probenmenge homogenisiert.
Ergebnisangabe	Es werden für jede Probe 1 - 6 je ein Ergebnis ermittelt. Die Einzelergebnisse sind in die Ergebnisabgabe-Datei einzutragen, bei Mehrfachbestimmungen der Mittelwert.
Einheiten	mg/kg
Anzahl von Stellen	mindestens 2 signifikante Stellen
Ergebnisabgabe	Die Ergebnisabgabe-Datei wird per eMail übermittelt an: pt@dla-lvu.de
Abgabetermin	<u>Spätestens 31. Juli 2020 (verlängert)</u>
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
		Deutschland
		Deutschland
		USA
		KANADA
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		FINNLAND
		Deutschland
		ÖSTERREICH
		ÖSTERREICH

[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 inter-laboratory comparisons
4. ASU §64 LFGB: Planung und statistische Auswertung von Ringversuchen zur Methodenvalidierung / 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 Soßenpulver 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 Soßenpulver 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 ptALR2 (2020) - Response PT Sesam

Alle 13 Teilnehmer haben Ergebnisse eingereicht. Es wurden 6 LVU-Proben für den qualitativen Nachweis und die quantitative Bestimmung von Sesam (weiß, schwarz), Sesampaste, Brotaufstrich und Sesam-Cracker in einer Trägermatrix sowie eine „Null“-Probe zur Verfügung gestellt. Die Teilnehmer-Ergebnisse wurden *qualitativ* mit einem Score von 1-5 bewertet, der angibt wie viele prozessierte Produkte erfolgreich erfasst wurden. Die quantitativen Ergebnisse wurden mit einem Wiederfindungs-Score (*WFR-Score*) bewertet, der angibt wie viele Ergebnisse im Bereich einer Wiederfindungsrate von 50 - 150% des Dotierungs-Levels liegen. Die Auswertung erfolgte getrennt nach ELISA- und PCR-Methoden. Details sind dem Auswertebereicht zu entnehmen.

4 Teilnehmer hatten ihren Sitz im Europäischen Ausland (Finnland, Österreich, Spanien) sowie ein Teilnehmer in Kanada und ein Teilnehmer in den USA.