Bundesinstitut für Risikobewertung

Wissenschaftsbericht

doi https://doi.org/10.17590/20251126-133708-0

10. Dezember 2025

Laborvergleichsuntersuchung für Alternariatoxine in getrockneten Feigen

Das Bundesinstitut für Risikobewertung (BfR) führte im Jahr 2024 in seiner Funktion als Nationales Referenzlabor (NRL) für Mykotoxine und Pflanzentoxine in Lebens- und Futtermitteln eine Laborvergleichsuntersuchung (LVU) zur Analyse der Mykotoxine Tenuazonsäure (TEA), Alternariol (AOH), Altenuen (ALT), Tentoxin (TEN) und Alternariolmonomethylether (AME) für die Labore der amtlichen Überwachung durch. Für die Laborvergleichsuntersuchung (LVU) hatten sich 17 Labore angemeldet, von denen 16 Ergebnisse einreichten.
Das Ziel dieser Laborvergleichsuntersuchung war es, die Leistungsfähigkeit der teilnehmenden Labore bei der Analyse der fünf ausgewählten Alternariatoxine in zwei getrockneten Feigenproben und in rekonstituierten Kontroll-Dünnfilmen zu bewerten. Für die zu untersuchenden Alternariatoxine sollten individuelle Analysenergebnisse abgegeben werden, worüber statistische Kenngrößen für die LVU ermittelt wurden.
Die zur Analyse versandten getrockneten Feigen waren auf natürliche Weise mit den zu bestimmenden Alternariatoxinen belastet. Die Feigenproben wurden zunächst nasshomogenisiert. Die erzeugten Slurries wurden mit unterschiedlichen Mengen an AOH, ALT, TEN und AME dotiert, um Probenmaterial mit unterschiedlichen Belastungsniveaus zu erzeugen. Ein Kontrollstandard-Mix mit TEA, AOH, ALT, TEN und AME wurde vom NRL vorbereitet und in Form von Kontroll-Dünnfilmen vorgehalten. Vor Versand wurden der nasshomogenisierte Feigenslurry und die rekonstituierten Kontroll-Dünnfilme einer Homogenitätsprüfung unterzogen.
Alle Labore verwendeten zur Detektion Flüssigchromatographie gekoppelt mit Tandem-Massenspektrometrie (HPLC-MS/MS). Die angegebenen Bestimmungsgrenzen (LOQ, Limit of Quantification) für TEA reichten dabei von 5 bis 40 µg/kg für getrocknete Feigen. Für die Alternariatoxine AOH, ALT, TEN und AME wurden LOQs zwischen 0,5 und 20 µg/kg für getrocknete Feigen angegeben.
Anhand der eingereichten Ergebnisse wurde der robuste Mittelwert (Konsenswert) für jedes Alternariatoxin abgeleitet, welcher nachfolgend als assigned value bezeichnet wird. Die Leistungsfähigkeit der teilnehmenden Labore wurde über den z- bzw. z'-score ausgedrückt und für jedes quantifizierte Alternariatoxin in

getrockneten Feigen und in rekonstituiertem Kontroll-Dünnfilm individuell angegeben.
Die in getrockneten Feigen bestimmten mittleren Gehalte für die 1. Probe reichten von 657 bis 1.500 µg/kg TEA, 7,5 bis 92,0 µg/kg AOH, 27,9 bis 122 µg/kg ALT, 21,7 bis 38,3 µg/kg TEN und 63,0 bis 129,1 µg/kg AME, was z-scores von -3,60 bis +3,08 entspricht. Die relativen Vergleichsstandardabweichungen (RSD_R) in dieser Probe reichten von ±14,3 % (AOH) bis ±19,0 % (TEN).
Für die 2. getrocknete Feigenprobe wurden Gehalte von 767 bis 2.080 µg/kg TEA, 3,5bis 49,6 µg/kg AOH, 20 bis 130 µg/kg ALT, 6,5 bis 12,9 µg/kg TEN und 36,1 bis 68,5 µg/kg AME übermittelt. Dies entspricht z-scores von -3,65 bis +9,53 und RSD_R von ±12,6 % (AME) bis ±19,4 % (ALT).
In rekonstituierten Kontroll-Dünnfilmen wurden über alle Alternariatoxine Konzentrationen zwischen 5,67 und 255 ng/ml bestimmt, sodass z- bzw. z‘-scores von -2,60 bis +18,8 erhalten wurden. Die zugehörigen RSD_R reichten von ±15,09 % bis ±42,09 % (AME).
Anhand der ermittelten z- bzw. z’-scores wird gefolgert, dass die meisten teilnehmenden Labore über Analysemethoden verfügen, die zur Bestimmung von Alternariatoxinen in getrockneten Feigen geeignet sind.

Inhaltsverzeichnis

1 Einleitung ... 5

2 Probenmaterial der Laborvergleichsuntersuchung ... 6

2.1 Ziel der Laborvergleichsuntersuchung ... 6

2.2 Vorbereitung der Probenmaterialien ... 6

2.3 Charakterisierung der Probenmaterialien ... 6

2.3.1 Aufarbeitung und Analyse ... 6

2.3.2 Analyse von TEA (dilute-and-shoot-Ansatz) ... 7

2.3.3 Analyse von AOH, ALT, TEN und AME (QuEChERS-Aufarbeitung) ... 7

2.3.4 Rücklösen der Kontroll-Dünnfilme ... 7

2.4 Homogenität und mittlere Gehalte des Probenmaterials ... 7

2.5 Stabilität der Feigen-Probenmaterialien und Kontroll-Dünnfilme ... 8

3 Organisation der Laborvergleichsuntersuchung ... 9

3.1 Teilnehmende Labore ... 9

3.2 Probenversand und Anweisungen ... 9

4 Datenauswertung ... 10

4.1 Berechnung des Konsenswerts (assigned value) ... 10

4.2 Zielstandardabweichung der Leistungsbeurteilung ... 10

4.3 Quantitative Leistungskennzahlen (z- und z'-scores) ... 10

4.4 Auswertung nicht-quantifizierter Ergebnisse ... 11

4.5 Falsch positive und falsch negative Ergebnisse ... 11

5 Leistungsbeurteilung ... 12

5.1 Bestimmungsgrenze (Limit of Quantification – LOQ) ... 12

5.2 Performance ... 12

5.3 Analytische Methoden ... 14

5.4 Extraktionsmethoden ... 15

5.5 Robuste relative Standardabweichung ... 15

6 Ergebniszusammenfassung ... 16

7 Referenzen ... 17

8 Tabellenverzeichnis ... 18

9 Anhänge ... 19

Anhang 1: Teilnehmende Labore ... 19

Anhang 2: Zuordnung der Proben ... 19

Anhang 3: Homogenitätsuntersuchung von getrockneten Feigenproben ... 20

Anhang 4: Homogenitätsuntersuchung Kontroll-Dünnfilm ... 21

Anhang 5: Stabilitätsuntersuchung von getrockneten Feigenproben 23
Anhang 6: Stabilitätsuntersuchung bei rekonstituierten Kontroll-Dünnfilmen 25
Anhang 7: Anweisungen zur Laborvergleichsuntersuchung bei Probenversand 26
Anhang 8: Anwendungsbereich 29
Anhang 9: Aufarbeitungsmethoden für TEA 30
Anhang 10: Aufarbeitungsmethoden für AOH, ALT, TEN und AME 31
Anhang 11: Details der analytischen Methoden 32
Anhang 12: Masse-/Ladungsübergänge 33
Anhang 13: Standardanbieter 38
Anhang 14: Native Standards und Verwendung von internen Standards 39
Anhang 15: Kalibrierung 40
Anhang 16: Ergebnisse der Untersuchung von getrockneten Feigenproben 41
Anhang 17: Ergebnisse der Untersuchung von rekonstituierten Kontroll-Dünnfilmen 43
Anhang 18: Graphische Darstellung der z- und z'-scores 44
Impressum 45

1 Einleitung

Für die Laborvergleichsuntersuchung wurden die Mykotoxine TEA, AOH, ALT, TEN und AME untersucht.

Derzeit sind in Verordnung (EU) 2023/915[1] keine rechtlich verbindlichen Höchstgehalte für Alternariatoxine in Lebensmitteln festgesetzt. Mit Empfehlung (EU) 2022/553[2] wurden Richtwerte für ausgewählte Alternariatoxine festgelegt mit dem Ziel, deren Kontamination zu überwachen und Faktoren zu ermitteln, die zu hohen Werten hiervon in bestimmten Lebensmitteln führen.

Empfehlung (EU) 2022/553 führt für getrocknete Feigen einen Richtwert von 1.000 µg/kg TEA auf. Infolgedessen hat das nationale Lebensmittel-Monitoringprogramm gemäß §§ 50-52 LFGB[3] das Monitoringprojekt *Alternariatoxine in getrockneten Feigen* veranlasst, um die Datenbasis für diese Analyt-Matrix-Kombination zu erweitern. Das NRL für Mykotoxine und Pflanzentoxine begleitete das nationale Lebensmittel-Monitoringprogramm durch die Vorbereitung und Ausrichtung einer Laborvergleichsuntersuchung mit dem Ziel, die Kompetenz der jeweiligen Labore (siehe Anhang 1) zu prüfen.

Im Untersuchungsplan laut Monitoringprogramm 2025 sind mindesteinzuhaltende Bestimmungsgrenzen (meBG) für getrocknete Feigen von 50 µg/kg TEA und je 4 µg/kg für die verbleibenden Alternariatoxine im Scope vorgesehen.

2 Probenmaterial der Laborvergleichsuntersuchung

2.1 Ziel der Laborvergleichsuntersuchung

Im Rahmen dieser Laborvergleichsuntersuchung sollten die Alternariatoxine TEA, AOH, ALT, TEN und AME in zwei getrockneten Feigenproben und einem rekonstituierten Kontroll-Dünnfilm untersucht und quantifiziert werden. Dabei war den teilnehmenden Laboren freigestellt, welche Aufarbeitungs- und Messmethoden sie verwenden.

2.2 Vorbereitung der Probenmaterialien

3 kg kommerziell erhältliche getrocknete Feigen wurden nasshomogenisiert. Hierfür wurden Feigen portionsweise mit deionisiertem Wasser an einer Messermühle aufgeschlämmt. Das Gesamtvolumen an zugesetztem Wasser betrug 4,5 l. Die vereinigten Portionen wurden in einem 10 l Vorratsbehälter mittels eines Homogenisators (Ultraturrax) für 10 Minuten weiter homogenisiert. Der Slurry wurde portionsweise über ein 500 µm-Sieb passiert. Der feinbreiige Feigenslurry wurde erneut in einem 10 l Vorratsbehälter vereint und mit einem Rührgerät kräftig durchmischt.

Die beschriebene Nachhomogenisierung wurde bei zwei unabhängigen getrockneten Feigenproben angewandt. Beide Feigenproben waren auf natürliche Weise mit TEA belastet. Um das volle Analytspektrum abzubilden, wurden AOH, ALT, TEN und AME als Einzelstandardlösungen zu je 100 µg/ml hergestellt und unterschiedliche Volumina auf die Feigenslurries pipettiert. Die beiden dotierten Feigenslurries wurden mit einem Ronden-Rührstab weitere 30 min gründlich durchmischt. Über Trocknungsversuche bei 105°C wurde bestätigt, dass 5 g Feigenslurry eine Trockenmasse von ca. 2 g aufwiesen.

Geeignete Alternariatoxin-Standards von TEA, AOH, ALT, TEN und AME wurden als Kontrollstandard-Mix vereint, verdünnt und Aliquote in HPLC-Kunststoffvials mithilfe eines Rotationsvakuumkonzentrators zur Trockene eingedampft. Die so erhaltenen Kontroll-Dünnfilme und Feigenslurries wurden im Tiefkühler bei -20°C gelagert.

Die zwei hergestellten Feigenslurries wurden in Portionen zu je 75 g in Kunststoffbecher mit Schraubverschluss abgefüllt. Die Feigenslurries wurden mit der Codierung „P-KM-24_000142_XX“ bzw. „P-KM-24_000143_XX“ versehen, alle Kontroll-Dünnfilme bekamen die Kennung „2024_KM_Mix_030/SLXX“, wobei „XX“ eine fortlaufende Nummerierung darstellt.

2.3 Charakterisierung der Probenmaterialien

2.3.1 Aufarbeitung und Analyse

Für die Untersuchung von getrockneten Feigen auf AOH, ALT, TEN und AME wurde eine Methode des NRL für Mykotoxine und Pflanzentoxine verwendet, die auf einer adaptierten Methode zur Bestimmung von Alternariatoxinen in Sonnenblumenkernen basiert.

Für die Aufarbeitung und Analyse wurden 5 g Feigenslurry (2 g Probenäquivalent) in einem 50 ml Zentrifugenröhrchen eingewogen. Der Slurry wurde mit 7 ml deionisiertem Wasser und 10 ml Extraktionsmittel versetzt (Acetonitril/Essigsäure 98/2; v/v), für 30 min turbular geschüttelt und der Rohextrakt anschließend für 5 min bei Raumtemperatur und 3.500g

zentrifugiert. Die Methode sieht eine Anreicherung mittels QuEChERS-Extraktion vor, es resultieren eine hohe Empfindlichkeit und niedrige Bestimmungsgrenze der Alternariatoxine bei getrockneten Feigen.

Aus Empfehlung (EU) 2022/553[2] geht hervor, dass getrocknete Feigen TEA-Gehalte in der Größenordnung von über 1.000 µg/kg aufweisen können. Für derart hohe Gehalte ist abweichend keine Probenanreicherung über eine QuEChERS-Aufarbeitung erforderlich, sodass für die Quantifizierung von TEA zunächst ein dilute-and-shoot-Ansatz direkt aus dem zentrifugierten Rohextrakt gewählt wurde.

2.3.2 Analyse von TEA (dilute-and-shoot-Ansatz)

400 µl des nach Zentrifugation erhaltenen Rohextrakts wurden mit 580 µl Injektionslösemittel (Acetonitril/200 mM wässriges Ammoniumacetat, 25/75; v/v) und 20 µl internem Standard-Mix (5 µg IS-TEA/ml und je 1 µg der übrigen IS-Alternariatoxine/ml) versetzt und in einem HPLC-Vial mit integriertem Filter (PTFE-Filter; 0,2 µm Porengröße) durchmischt, filtriert und per HPLC-MS/MS analysiert.

2.3.3 Analyse von AOH, ALT, TEN und AME (QuEChERS-Aufarbeitung)

Der verbleibende, zentrifugierte Rohextrakt wurde erneut aufgeschlämmt und mit 100 µl internem Standard-Mix (5 µg IS-TEA/ml und je 1 µg der übrigen IS-Alternariatoxine / ml) versetzt. 5 g QuEChERS-Salzmischung (4 g $MgCl_2$ und 1 g NaCl) wurde zügig hinzugegeben und das Zentrifugengefäß wurde verschlossen. Es wurde kurz kräftig per Hand und anschließend 5 min turbular geschüttelt. Bei Raumtemperatur wurde der Extrakt bei 3.500g zentrifugiert.

5 ml der organischen Phase wurden in ein 15 ml Zentrifugenröhrchen überführt und dort mit 5 ml Cyclohexan und 10 mg Natriumacetat versetzt. Es wurde 5 min geschüttelt und 5 min bei 3.500g und Raumtemperatur zentrifugiert. Die Cyclohexan-Phase wurde verworfen und 1 ml der verbleibenden Lösung in ein silanisiertes Reagenzglas überführt, wo sie unter einem Stickstoffstrom und bei 50°C bis zur Trockene eingedampft wurde. Der Rückstand wurde in 500 µl Injektionslösemittel (Acetonitril/200 mM wässriges Ammoniumacetat; 25/75; v/v) rückgelöst, 10 min geschüttelt und anschließend in ein HPLC-Vial mit integriertem Filter überführt und per HPLC-MS/MS analysiert.

2.3.4 Rücklösen der Kontroll-Dünnfilme

Die als Dünnfilme vorbereiteten Kontrollstandard-Mixe wurden in 490 µl Injektionslösemittel (Acetonitril/200 mM wässriges Ammoniumacetat; 25/75, v/v) unter Zusatz von 10 µl internem Standard-Mix (5 µg IS-TEA/ml und je 1 µg der übrigen IS-Alternariatoxine/ml) rückgelöst und 30 min intensiv geschüttelt.

2.4 Homogenität und mittlere Gehalte des Probenmaterials

Zur Überprüfung der Homogenität des getrockneten Feigen-Probenmaterials und der Kontroll-Dünnfilme wurden jeweils 10 zufällig ausgewählte Probenabpackungen und Dünnfilme ausgewählt

Die jeweiligen Feigenslurries wurden als Duplikate eingewogen, nach den oben genannten Methoden aufgearbeitet und in fünffacher Injektion analysiert. Die Kontroll-Dünnfilme wurden rückgelöst und in zweifacher Injektion analysiert (siehe Anhang 3 und Anhang 4).

Die Mittelwerte aus den Untersuchungen zur Homogenität der Probenmaterialien sind in nachfolgender Tabelle 1 zusammengefasst:

Tabelle 1: Mittlere Alternariatoxingehalte in den Feigen-Probenmaterialien und im rekonstituierten Kontroll-Dünnfilm, ermittelt im Rahmen der Untersuchung zur Homogenität.

	Feigen-Probenmaterialien [µg/kg]		Kontroll-Dünnfilm [ng/ml]
Probe	**P-KM-24_000142**	**P-KM-24_000143**	**2024_KM_Mix_030/SL**
TEA	1.044	1.692	48,9
AOH	71,2	37,2	34,3
ALT	73,7	38,2	31,8
TEN	27,0	8,16	29,7
AME	79,0	42,2	24,5

2.5 Stabilität der Feigen-Probenmaterialien und Kontroll-Dünnfilme

Um die Stabilität der nasshomogenisierten Feigen und der Kontroll-Dünnfilme zu untersuchen, wurden mit Versand der Laborvergleichsuntersuchung am 14.10.2024 jeweils fünf zufällig ausgewählte Becher beider Feigenslurry-Proben und fünf Kontroll-Dünnfilme von -20°c auf -80°C umgelagert. Bei einer Lagerung bei -80°C wird von keinem Abbau der betrachteten Mykotoxine ausgegangen.

65 Tage nach Versand der Laborvergleichsuntersuchung wurden die bei -80°C gelagerten Feigenslurry-Proben und Kontroll-Dünnfilme aufgetaut, aufgearbeitet bzw. rückgelöst und analysiert. Analog dazu wurden je fünf Abpackungen jeder Feigenslurry-Probe und fünf Kontroll-Dünnfilme aufgearbeitet und analysiert, die für die Dauer der Laborvergleichsuntersuchung parallel bei -20°C gelagert wurden.

Aus den resultierenden Ergebnissen wurden der Mittelwert und die absolute Standardabweichung berechnet, um einen auftretenden Abbau der Alternariatoxine bewerten zu können (siehe dazu Anhang 5 und Anhang 6).

Unter den gewählten Lagerbedingungen während der Laborvergleichsuntersuchung wurde kein signifikanter Abbau der Alternariatoxine festgestellt. Die Stabilität im Probenmaterial konnte somit nachgewiesen werden.

3 Organisation der Laborvergleichsuntersuchung

3.1 Teilnehmende Labore

Zur Teilnahme an dieser Laborvergleichsuntersuchung hatten sich 17 Labore angemeldet. 15 Labore meldeten Ergebnisse innerhalb der gesetzten Frist zum 20.12.2024. Kurz nach Fristende gingen Ergebnisse eines weiteren Labors ein, die bei der Auswertung ebenfalls berücksichtigt wurden. Ein Labor stellte keine Ergebnisse bereit.

Somit lagen zur statistischen Auswertung dieser LVU Daten von insgesamt 16 teilnehmenden Laboren vor (siehe Anhang 1).

3.2 Probenversand und Anweisungen

Am 14.10.2024 wurden den teilnehmenden Laboren zwei zufällig ausgewählte Feigen-Probenmaterialien und ein Kontroll-Dünnfilm zugesandt. Die Probencodes aller Proben, die an die teilnehmenden Labore verschickt wurden, sind in Anhang 2 zusammengestellt. Die Proben wurden während des Versands mit Polsterfolie geschützt und in Styroporboxen mithilfe von Tiefkühlakkus gekühlt transportiert.

Ein Labor teilte mit, aufgeplatzte Probengefäße und komplett aufgetaute Feigenproben entgegengenommen zu haben. Die erste Nachsendung zerbrach ebenfalls während des Versands. Eine zweite Nachsendung war erfolgreich. Ein weiteres Labor berichtete, leicht angetaute Proben erhalten zu haben. Das Labor verzichtete auf eine erneute Zusendung der Materialien.

Die Labore wurden darum gebeten, das Probenmaterial nach Empfang tiefgekühlt zu lagern und mit Methoden ihrer Wahl zu untersuchen (siehe Anhang 7). Die Alternariatoxin-Gehalte sollten in µg/kg angegeben werden und sich auf die ursprünglichen getrockneten Feigen vor der Nasshomogenisierung beziehen (siehe Kapitel 2.2). Die Alternariatoxin-Konzentrationen in rekonstituierten Kontroll-Dünnfilmen waren in ng/ml anzugeben.

4 Datenauswertung

4.1 Berechnung des Konsenswerts (assigned value)

Als Konsenswert (assigned value, „zugewiesener Wert“) wurde für die Auswertung dieser Laborvergleichsuntersuchung der robuste Mittelwert der teilnehmenden Labore pro Analyt und Matrix angenommen. Dieser Konsenswert wurde nach Algorithm A der ISO 13528[4] unter Berücksichtigung des EURL-Backgrounddokuments[5] berechnet.

4.2 Zielstandardabweichung der Leistungsbeurteilung

Zur Leistungsbeurteilung wurde eine relative Zielstandardabweichung von ± 25 % festgesetzt. Dieser Wert ist unabhängig vom analysierten Mykotoxin, dessen Konzentration oder der zugrunde gelegten Matrix. Hintergründe hierzu sind im EURL-Backgrounddokument[5] zu finden.

4.3 Quantitative Leistungskennzahlen (z- und z’-scores)

Zur Bewertung der übermittelten Ergebnisse werden z- und z’-scores auf Basis des assigned values und der Standardabweichung zur LVU-Leistungsbeurteilung berechnet.

Sofern der Fehler des assigned values vernachlässigbar ist und kein Abbau der Analyte in der zu untersuchenden Matrix beobachtet wird, erfolgt die Berechnung des z-scores entsprechend folgender Formel 1:

$$z = \frac{x - C}{\sigma_{LVU}} = \frac{x - C}{0.25 \cdot C} \qquad \text{Formel 1}$$

= z-score
= vom Labor reportiertes Ergebnis
= assigned value
= Zielstandardabweichung der LVU-Leistungsbeurteilung

z-scores sind ein Maß für die Abweichung der Messwerte eines Labors vom assigned value unter Berücksichtigung der festgesetzten relativen Zielstandardabweichung (siehe Kapitel 4.2). Dabei ergeben sich nach ISO 13528 folgende Beurteilungskriterien für z-scores entsprechend Tabelle 2:

Tabelle 2: Beurteilungen für z-scores

$\lvert z \rvert \leq 2$	Zufriedenstellend
$2 < \lvert z \rvert < 3$	Fragwürdig
$\lvert z \rvert \geq 3$	Ungenügend

Im Falle, dass die Unsicherheit des assigned values vom Kriterium $u_{AV} < 0{,}3$ abweicht, ist der Fehler des assigned values nicht vernachlässigbar. Dies wird bei der Ermittlung des z-scores berücksichtigt und durch die Angabe eines z’-scores kenntlich gemacht. Weitere Informationen sind im EURL-Backgrounddokument [5] zu finden.

Die Berechnung eines z‘-scores erfolgt nach Formel (2):

$$z' = \frac{x - C}{\sqrt{\sigma_{LVU}^2 + u^2}} = \frac{x - C}{\sqrt{(0.25 \cdot C)^2 + \left(1.25 \cdot \frac{s_R}{\sqrt{n}}\right)^2}}$$ Formel 2

= z’-score
= vom Labor reportiertes Ergebnis
= assigned value
= Zielstandardabweichung der LVU-Leistungsbeurteilung
= Unsicherheit des assigned value
= Vergleichstandardabweichung
= Anzahl der teilnehmenden Labore

In getrockneten Feigenproben und bei rekonstituierten Kontroll-Dünnfilmen wurden für TEA, AOH, ALT, TEN und AME z-scores bzw. z’-scores abgeleitet.

4.4 Auswertung nicht-quantifizierter Ergebnisse

Die übermittelten Angaben nicht-quantifizierter Ergebnisse, wie beispielsweise „detektiert“ oder „nicht detektiert“, wurden bei der Auswertung exkludiert unter der Annahme, dass die teilnehmenden Labore keine quantitative Messmethode für spezifische Analyte oder die Matrix-/Analytgruppe haben.

Sofern keine Ergebnisse für Analyte oder Analytgruppen im Scope abgegeben wurden, die grundsätzlich im Probenmaterial quantitativ nachweisbar waren, wurde die Performance bei der Teilnahme an der Laborvergleichsuntersuchung als unzureichend gewertet.

Für alle quantifizierbaren Analyt-Matrix-Kombinationen konnte ein Konsenswert berechnet werden (n > 7). Für den Fall, dass einzelne Labore Ergebnisse unterhalb des LOQ angegeben hatten, ist die Berechnung eines proxy z-scores zur näherungsweisen Übereinstimmung des Werts gegenüber des assigned values möglich. Proxy z-scores werden in den Tabellen unter Anhang 16 durch eckige Klammern gekennzeichnet.

4.5 Falsch positive und falsch negative Ergebnisse

Ein falsch positives Ergebnis kann dann vorliegen, wenn ein Labor quantitative Ergebnisse für einen oder mehrere Analyte reportiert, die von der Mehrzahl der teilnehmenden Labore nicht detektiert wurden.

Falsch negative Ergebnisse werden erhalten, sofern ein Labor einen untersuchten Analyten nicht detektiert, für den jedoch im Rahmen der Laborvergleichsuntersuchung ein assigned value bestimmt wurde und für den die vom Labor angegebene Bestimmungsgrenze eine Detektion hätte ermöglichen sollen.

5 Leistungsbeurteilung

5.1 Bestimmungsgrenze (Limit of Quantification – LOQ)

Als Bestimmungsgrenze (Limit of Quantification – LOQ) wird der niedrigste Gehalt in einer Matrix bezeichnet, der zur gesicherten Quantifizierung herangezogen wird. Für TEA wurde von den teilnehmenden Laboren ein LOQ im Bereich von 5 bis 40 µg/kg bei getrockneten Feigenproben angegeben. Bei den Alternariatoxinen AOH, ALT, TEN und AME beliefen sich die LOQ im Bereich von 0,5 bis 20 µg/kg. Nähere Informationen zu den Bestimmungsgrenzen der teilnehmenden Labore sind Anhang 7 zu entnehmen.

5.2 Performance

Eine Zusammenfassung der statistischen Kenngrößen wird in Tabelle 3 und Tabelle 4 zu den LVU-Ergebnissen für die Feigen-Probenmaterialien und den rekonstituierten Kontroll-Dünnfilm gezeigt.

Bei der Quantifizierung von Alternariatoxinen in getrockneten Feigenproben waren alle reportierten Ergebnisse zufriedenstellend mit |z|-scores ≤ 2.

Tabelle 3: Statistische Kenngrößen zu den LVU-Ergebnissen zu Feigen-Probenmaterialien

	P-KM-24_000142				
	TEA	**AOH**	**ALT**	**TEN**	**AME**
AV (µg/kg)	1.040	74,1	68,9	29,8	76,5
u_{AV} (µg/kg)	58,3	3,31	4,17	1,83	3,53
σ_{LVU} (25 % von AV) (µg/kg)	260	18,5	17,2	7,45	19,1
$u_{AV} > 0.3\ \sigma_{LVU}$	nein	nein	nein	nein	nein
s_R (µg/kg)	186	10,6	12,5	5,67	11,3
RSD_R (%)	18,0	14,3	18,1	19,0	14,8
Anzahl der teilnehmenden Labore	16	16	16	16	16
< LOQ / n. d. / n. u.	0	0	2	1	0
Anzahl an Laboren mit quantitativen Ergebnissen	16	16	14	15	16
$\lvert z \rvert \leq 2$	16	15	12	15	15
$2 < \lvert z \rvert < 3$	0	0	1	0	1
$\lvert z \rvert \geq 3$	0	1	1	0	0
falsch negative	0	0	0	0	0
falsch positive	0	0	0	0	0
S z-scores (%)	100	94	75	94	94

	P-KM-24_000143				
	TEA	**AOH**	**ALT**	**TEN**	**AME**
AV (µg/kg)	1.656	39,9	38,5	9,1	41,5
u_{AV} (µg/kg)	86,6	1,72	2,50	0,53	1,64
σ_{LVU} (25 % von AV) (µg/kg)	414	10,0	9,63	2,28	10,4
$u_{AV} > 0.3\ \sigma_{LVU}$	nein	nein	nein	nein	nein
s_R (µg/kg)	277	5,51	7,48	1,64	5,24
RSD_R (%)	16,8	13,8	19,4	18,0	12,6
Anzahl der teilnehmenden Labore	16	16	16	16	16
< LOQ / n. d. / n. u.	0	0	2	1	0
Anzahl an Laboren mit quantitativen Ergebnissen	16	16	14	15	16
$\lvert z \rvert \leq 2$	16	15	12	15	15
$2 < \lvert z \rvert < 3$	0	0	1	0	1
$\lvert z \rvert \geq 3$	0	1	1	0	0
falsch negative	0	0	0	0	0
falsch positive	0	0	0	0	0
S z-scores (%)	94	94	81	81	94

AV = assigned value
< LOQ / n. d. / n. u = keine Angabe numerischer Ergebnisse
S z-scores (%) = relativer Anteil zufriedenstellender z-scores

Tabelle 4: Statistische Kenngrößen der LVU-Ergebnisse in rekonstituierten Kontroll-Dünnfilmen

	2024_KM_MIX_030				
	TEA	**AOH ***	**ALT ***	**TEN**	**AME ***
AV (ng/ml)	44,7	25,7	31,6	31,5	18,8
uAV (ng/ml)	2,18	2,51	2,44	1,62	2,55
σLVU (25 % von AV) (ng/ml)	11,2	6,42	7,89	7,87	4,70
u_{AV} > 0.3 σLVU	nein	ja	ja	nein	ja
s_R (ng/ml)	6,75	7,79	7,32	4,84	7,91
RSD_R (%)	15,1	30,3	23,2	15,4	42,1
Anzahl der teilnehmenden Labore	16	16	16	16	16
< LOQ / n. d. / n. u.	0	0	1	1	0
Anzahl an Laboren mit quantitativen Ergebnissen	16	16	15	15	16
|z| ≤ 2	14	15	13	14	12
2 < |z| < 3	1	0	1	0	2
|z|≥ 3	1	1	1	1	2
falsch negative	0	0	0	0	0
falsch positive	0	0	0	0	0
S z-scores (%)	88	94	81	88	75

AV = assigned value
*z'-scores wegen einer nicht zu vernachlässigenden Unsicherheit des AV berechnet (0,3 $\sigma_{LVU} < u_{AV} \leq 0{,}7\ \sigma_{LVU}$). LOQ / n. d. / n. u = keine Angabe numerischer Ergebnisse
S z-scores (%) = relativer Anteil zufriedenstellender z-scores

Bei der Quantifizierung von Alternariatoxinen in rekonstituierten Kontroll-Dünnfilmen waren mindestens 81 % der reportierten Ergebnisse zufriedenstellend mit |z|-scores ≤ 2.

In Anhang 16 und in Anhang 17 wird eine detaillierte Zusammenfassung über die Performance der einzelnen Labore gegeben.

5.3 Analytische Methoden

Die Labore waren aufgefordert, detaillierte Angaben zur gewählten Aufarbeitungs- und Messmethode zu übermitteln. Die zusammengefassten Datensätze sind in Anhang 9 bis Anhang 11 zu finden. Informationen zu den verwendeten analytischen Standards sind unter Anhang 13 und Anhang 14 aufgeführt.

Bei den verwendeten Aufarbeitungs- und Messmethoden handelte es sich um in-house entwickelte Verfahren oder sie basierten – zum Teil mit Modifikationen – auf DIN EN 17521:2021[6] bzw. der vom NRL für Mykotoxine und Pflanzentoxine bereitgestellten Messmethode zur Bestimmung von Alternariatoxinen in Sonnenblumenkernen. Von vielen Laboren wurde ein zusätzlicher Verdünnungsschritt eingefügt, um den Arbeitsbereich der Methoden für den sehr hohen Richtwert für TEA von 1.000 µg/kg[2] bei getrockneten Feigenproben zu erweitern.

Für die Extraktion der Feigenproben wurden wässrig organische Lösemittel verwendet, wobei die teilnehmenden Labore Acetonitril und/oder Methanol sowie geringfügige Mengen an

Ameisensäure oder Essigsäure in veränderlichen Anteilen nutzten. Die anschließende Aufarbeitung der gewonnenen Feigen-Rohextrakte beinhaltete in der Regel eine SPE- oder QuEChERS-Aufreinigung sowie dilute-and-shoot Ansätze.

Zur Detektion wurden ausschließlich flüssigchromatographische Trennverfahren gekoppelt mit MS/MS-Detektion verwendet. Die dabei verwendeten Massenübergänge sind unter Anhang 12 gelistet.

Die Zugabe von internen Standards war bei einem Großteil der teilnehmenden Labore etabliert, um eine intrinsische Wiederfindungskorrektur bei der Quantifizierung anwenden zu können. Die internen Standards wurden direkt auf die Probeneinwaage oder zu den Messlösungen gegeben (siehe Anhang 15). Die Quantifizierung erfolgte überwiegend gegen matrixfreie Kalibrierlösung. Ein Labor vollzog für die Quantifizierung eine Standardaddition auf die Messlösung.

5.4 Extraktionsmethoden

Die Extraktion der nasshomogenisierten Feigenproben erfolgte laut der zur Verfügung stehenden Informationen in Anhang 9 über Aufarbeitungsmethoden für TEA und laut Anhang 10 über Aufarbeitungsmethoden für AOH, ALT, TEN und AME überwiegend mit wässrig-saurem organischem Lösemittel.

5.5 Robuste relative Standardabweichung

Die robuste relative Standardabweichung RSD_R wurde entsprechend ISO 13528[4] berechnet. Während der Laborvergleichsuntersuchung wurde die robuste relative Standardabweichung für die Betrachtung der Vergleichspräzision zwischen den Laboren herangezogen. Die RSDR-Werte sind in den Tabellen unter Anhang 16 und Anhang 17 aufgeführt.

Anhand der Ergebnisse für beide Feigen-Probenmaterialien wurden RSD_R zwischen 12,6 und 19,4 % berechnet, demnach wurde die Zielstandardabweichung von 25 % für matrixhaltiges Probenmaterial stets unterschritten.

Für den untersuchten, rekonstituierten Kontroll-Dünnfilm wurde die Zielstandard-abweichung von 25 % für TEA, ALT und TEN mit je 15,1 %, 23,2 % sowie 15,4 % unterschritten. Abweichend wurden für AOH und AME erhöhte RSD_R-Werte mit 30,3% und 42,1 % in matrixfreier Lösung ermittelt. Die deutlich erhöhten RSD_R stehen im Widerspruch zu den Ergebnissen für untersuchte Feigenproben, da für die Untersuchung einer matrixfreien Lösung eine niedrigere Messunsicherheit erwarten wird als für die Untersuchung einer Lebensmittelprobe.

Über Ursachen zur erhöhten Vergleichspräzision bei Kontroll-Dünnfilmen kann keine Aussage getroffen werden. Denkbar ist, dass zum Beispiel Rücklöseprobleme bei der Rekonstitution des Kontroll-Dünnfilms oder Verdünnungsfehler vorliegen können, welche zu einer erhöhten Varianz durch einen nicht zu vernachlässigenden Beitrag der systematischen Fehler führen können.

6 Ergebniszusammenfassung

Anhand der vorliegenden Daten und Auswertung wird geschlussfolgert, dass die teilnehmenden Labore über geeignete Analysemethoden und Kompetenz verfügen, die zur Quantifizierung von Alternariatoxinen in getrockneten Feigen geeignet sind.

Zur Untersuchung verwendeten die Labore flüssigchromatographische Trennverfahren gekoppelt mit MS/MS-Detektion. In der Praxis wurden bei der Aufarbeitung interne Standards zugegeben, um Aufarbeitungsverluste und/oder Matrixeffekte intrinsisch über Wiederfindungsfaktoren zu kompensieren.

Der Zusatz von internen Standards ist für die Quantifizierung verbreitet und ermöglicht nach Anhang 18 eine gute Reproduzierbarkeit der Messergebnisse. Bei der durchgeführten Laborvergleichsuntersuchung wurden den teilnehmenden Laboren zumeist zufriedenstellende z-scores und z'-scores überwiegend im Bereich <|2| zugewiesen.

Bei der Untersuchung auf die jeweiligen Alternariatoxine TEA, AOH, ALT, TEN und AME in rekonstituierten Kontroll-Dünnfilmen erzielten mindestens 12 von 16 Laboren zufriedenstellende quantitative Ergebnisse.

7 Referenzen

1. Verordnung (EU) 2023/915 der Kommission vom 25. April 2023 über Höchstgehalte für bestimmte Kontaminanten in Lebensmitteln und zur Aufhebung der Verordnung (EG) Nr. 1881/2006. Amtsblatt der Europäischen Union.
2. Empfehlung (EU) 2022/553 der Kommission vom 5. April 2022 zur Überwachung des Vorkommens von Alternaria-Toxinen in Lebensmitteln. Amtsblatt der Europäischen Union.
3. Lebensmittel-, Bedarfsgegenstände- und Futtermittelgesetzbuch. Bundesministerium der Justiz und für Verbraucherschutz.
4. ISO 13528:2022-08. Statistische Verfahren für Eignungsprüfungen durch Vergleiche zwischen Laboratorien.
5. Performance assessment in proficiency tests organised by the EURL mycotoxins & plant toxins in food and feed v1.1, 2023. EURL mycotoxins & plant toxins, Wageningen Food Safety Research, part of Wageningen University & Research.
6. DIN EN 17521:2021-11. Lebensmittel – Bestimmung von Alternariatoxinen in Tomaten, Weizen und Sonnenblumenkernen mit SPE clean-up und HPLC-MS/MS.

8 Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Mittlere Alternariatoxingehalte in den Feigen-Probenmaterialien und im rekonstituierten Kontroll-Dünnfilm, ermittelt im Rahmen der Untersuchung zur Homogenität. 8
Tabelle 2: Beurteilungen für z-scores 10
Tabelle 3: Statistische Kenngrößen zu den LVU-Ergebnissen zu Feigen-Probenmaterialien .. 13
Tabelle 4: Statistische Kenngrößen der LVU-Ergebnisse in rekonstituierten Kontroll-Dünnfilmen 14

9 Anhänge

Anhang 1: Teilnehmende Labore

Anmeldungen	Bundesland
AGROLAB LUFA GmbH	Schleswig-Holstein
Bundesinstitut für Risikobewertung – NRL für Mykotoxine und Pflanzentoxine	Berlin
Chemisches und Veterinäruntersuchungsamt Rheinland AöR	NRW
Chemisches und Veterinäruntersuchungsamt Sigmaringen	Baden-Württemberg
Eurofins WEJ Contaminants GmbH	Hamburg
GBA Gesellschaft für Bioanalytik mbH	Hamburg
IGV GmbH – Institut für Getreideverarbeitung GmbH	Brandenburg
Institut Kirchhoff Berlin GmbH	Berlin
Institut für Hygiene und Umwelt	Hamburg
Landesamt für Landwirtschaft, Lebensmittelsicherheit und Fischerei MV	Mecklenburg-Vorpommern
Landesamt für Verbraucherschutz Sachsen-Anhalt	Sachsen-Anhalt
Landesbetrieb Hessisches Landeslabor	Hessen
Landeslabor Berlin-Brandenburg	Berlin
Landesuntersuchungsamt	Rheinland-Pfalz
Niedersächsisches Landesamt f. Verbraucherschutz u. Lebensmittelsicherheit	Niedersachsen
SGS Germany GmbH	Hamburg
Thüringer Landesamt für Verbraucherschutz – Abteilung 4	Thüringen

Anhang 2: Zuordnung der Proben

Laborcode	Probencode Feigen-Probenmaterial	Probencode Feigen-Probenmaterial	Kontroll-Dünnfilm
LC01	P-KM-24-000142-12	P-KM-24-000143-33	2024_KM_MIX_030/SL13
LC02	P-KM-24-000142-30	P-KM-24-000143-21	2024_KM_MIX_030/SL02
LC03	P-KM-24-000142-18	P-KM-24-000143-31	2024_KM_MIX_030/SL07
LC04	P-KM-24-000142-20	P-KM-24-000143-22	2024_KM_MIX_030/SL15
LC05	P-KM-24-000142-01	P-KM-24-000143-11	2024_KM_MIX_030/SL16
LC06	P-KM-24-000142-35	P-KM-24-000143-23	2024_KM_MIX_030/SL17
LC07	P-KM-24-000142-44	P-KM-24-000143-34	2024_KM_MIX_030/SL18
LC08	P-KM-24-000142-29	P-KM-24-000143-43	2024_KM_MIX_030/SL12
LC09	P-KM-24-000142-40	P-KM-24-000143-12	2024_KM_MIX_030/SL08
LC10	P-KM-24-000142-33	P-KM-24-000143-14	2024_KM_MIX_030/SL05
LC11	P-KM-24-000142-02	P-KM-24-000143-02	2024_KM_MIX_030/SL19
LC12	P-KM-24-000142-15* P-KM-24-000142-17* P-KM-24-000142-06	P-KM-24-000143-01* P-KM-24-000143-26* P-KM-24-000143-32	2024_KM_MIX_030/SL14
LC13	P-KM-24-000142-38	P-KM-24-000143-45	2024_KM_MIX_030/SL03
LC14	P-KM-24-000142-34	P-KM-24-000143-04	2024_KM_MIX_030/SL10
LC15	P-KM-24-000142-41	P-KM-24-000143-42	2024_KM_MIX_030/SL01
LC16	P-KM-24-000142-39	P-KM-24-000143-06	2024_KM_MIX_030/SL04
LC17	P-KM-24-000142-14	P-KM-24-000143-41	2024_KM_MIX_030/SL20

*Labor LC12 wurden weitere Feigenproben zur Verfügung gestellt. Die Probengefäße wurden nicht unversehrt postalisch zugestellt.

Anhang 3: Homogenitätsuntersuchung von getrockneten Feigenproben

I. Statistische Auswertung zu Feigen-Probenmaterial P-KM-24-000142

	TEA [µg/kg]		AOH [µg/kg]		ALT [µg/kg]		TEN [µg/kg]		AME [µg/kg]	
P-KM-24-000142	**Replikat 1**	**Replikat 2**	**Replikat 1**	**Replikat 2**	**Replikat 1**	**Replikat 2**	**Replikat 1**	**Replikat 2**	**Replikat 1**	**Replikat 2**
1	1.045	1.163	71,9	70,5	75,8	71,8	27,4	26,7	79,4	78,1
2	1.048	1.010	69,8	70,3	71,6	73,3	26,5	26,7	77,9	78,2
3	1.139	1.031	71,6	70,2	74,1	71,2	26,8	26,8	78,8	77,6
4	1.001	1.017	72,9	70,0	74,2	71,9	26,8	26,7	81,3	79,3
5	1.059	1.073	71,4	71,6	73,9	73,1	26,7	26,8	78,5	80,8
6	1.003	992	72,0	71,2	75,1	72,4	26,8	26,8	78,4	79,6
7	1.055	1.014	70,6	69,6	74,0	73,6	27,0	26,8	79,4	78,6
8	1.044	1.026	72,0	71,5	76,9	71,4	27,0	27,1	78,8	78,6
9	994	1.049	72,1	71,8	76,3	73,9	27,2	27,8	78,7	79,4
10	1.105	1.006	70,9	71,6	76,0	74,9	27,1	27,4	78,7	79,5
11	1.054	1.052	70,8	72,3	73,9	73,1	27,0	27,0	78,8	80,3
Mittelwert	1.044		71,2				27,0		73,7	
Cochran test										
Testniveau	95 %		95 %		95 %		95 %		95 %	
C	0,33		0,49		0,38		0,50		0,30	
C_{crit}	0,57		0,57		0,57		0,57		0,57	
$C < C_{crit}$?	ja		ja		Ja		ja		ja	
σ_{LVU}	261		17,8		18,4		6,74		19,8	
s_x	32,0		0,63		0,91		0,26		0,64	
s_w	43,9		0,90		1,88		0,22		0,90	
s_s	8,04		0,00		0,00		0,21		0,08	
Critical = 0.3 * σ_{LVU}	78,3		5,34		5,53		2,02		5,93	
s_s < critical?	ja		ja		Ja		ja		ja	
$s_w < 0.5 * \sigma_{LVU}$	ja		ja		Ja		ja		ja	

σ_{LVU} = 0.25 * Mittelwert, s_x = Standardabweichung der Proben-Mittelwerte (zwischen den Proben und innerhalb der Parallel-Untersuchung)
sw = Standardabweichung innerhalb der Parallel-Proben, ss = Standardabweichung zwischen den Proben

II. Statistische Auswertung zu Feigen-Probenmaterial P-KM-24-000143

	TEA [µg/kg]		AOH [µg/kg]		ALT [µg/kg]		TEN [µg/kg]		AME [µg/kg]	
P-KM-24-000143	**Replikat 1**	**Replikat 2**	**Replikat 1**	**Replikat 2**	**Replikat 1**	**Replikat 2**	**Replikat 1**	**Replikat 2**	**Replikat 1**	**Replikat 2**
1	1.739	1.797	36,7	37,3	38,0	38,7	8,18	8,18	41,6	42,0
2	1.647	1.667	37,5	37,3	38,4	38,8	8,17	8,15	42,8	41,6
3	1.723	1.661	38,2	36,7	36,9	38,9	8,26	8,04	42,6	43,1
4	1.631	1.696	37,2	36,4	38,4	37,4	8,22	8,07	42,5	42,3
5	1.642	1.674	37,3	37,0	38,4	39,0	8,19	8,12	42,1	42,2
6	1.704	1.763	36,9	37,9	39,4	39,3	8,11	8,17	42,1	42,5
7	1.719	1.683	37,4	37,8	38,6	38,1	8,19	8,24	41,9	42,1
8	1.698	1.623	37,5	36,9	38,8	37,3	8,10	8,01	42,3	41,5
9	1.794	1.661	36,9	36,7	37,9	38,7	8,15	8,12	42,0	42,1
10	1.660	1.704	36,9	37,2	38,1	37,4	8,26	8,29	42,4	43,0
11	1.668	1.682	36,8	37,6	37,6	37,0	8,13	8,13	42,1	42,3
Mittelwert	1.692		37,2		38,2		8,16		42,2	
Cochran test										
Testniveau	95 %		95 %		95 %		95 %		95 %	
C	0,41		0,40		0,39		0,52		0,46	
C_{crit}	0,57		0,57		0,57		0,57		0,57	
$C < C_{crit}$?	ja		ja		ja		ja		ja	
σ_{LVU}	423		9,30		9,56		2,04		10,6	
s_x	36,6		0,26		0,55		0,05		0,31	
s_w	44,2		0,51		0,67		0,06		0,37	
s_s	19,1		0,00		0,27		0,03		0,17	
Critical = 0.3 * σ_{LVU}	127		2,79		2,87		0,61		3,17	
s_s < critical?	ja		ja		ja		ja		ja	
$s_w < 0.5 * \sigma_{LVU}$	ja		ja		ja		ja		ja	

σ_{LVU} = 0.25 * Mittelwert, s_x = Standardabweichung der Proben-Mittelwerte (zwischen den Proben und innerhalb der Parallel-Untersuchung)
s_w = Standardabweichung innerhalb der Parallel-Proben, s_s = Standardabweichung zwischen den Proben

Anhang 4: Homogenitätsuntersuchung Kontroll-Dünnfilm

	TEA [ng/ml]	AOH [ng/ml]	ALT [ng/ml]	TEN [ng/ml]	AME [ng/ml]

2024_KM_Mix_030/SL	Injektion 1	Injektion 2	Injektion 1	Injektion 2	Injektion 1	Injektion 2	Injektion 1	Injektion 2	Injektion 1	Injektion 2
1	44,4	47,4	31,1	31,6	34,0	33,6	29,0	29,1	23,7	24,1
2	47,3	50,2	31,7	30,9	34,2	33,5	29,5	29,1	23,9	24,0
3	52,1	47,4	32,1	32,6	34,9	35,3	30,2	30,8	24,5	25,3
4	51,8	51,8	32,2	31,9	35,5	36,4	30,2	31,6	25,5	25,6
5	49,4	52,3	33,8	34,5	36,5	37,2	32,3	32,2	27,0	26,2
6	51,8	47,7	33,3	33,2	35,5	34,8	29,7	32,7	25,6	25,8
7	47,3	44,3	29,3	29,5	31,3	31,6	27,1	27,1	22,2	22,3
8	44,6	49,2	30,8	30,6	32,8	33,4	29,4	30,2	23,9	23,7
9	49,8	49,7	32,4	32,2	34,4	34,9	29,7	28,9	24,5	24,5
10	46,3	53,3	31,1	31,2	33,4	31,6	28,9	26,9	24,0	23,4
Mittelwert	48,9		31,8		34,3		29,7		24,5	
Cochran test										
Testniveau	95 %		95 %		95 %		95 %		95 %	
C	0,34		0,33		0,50		0,53		0,32	
C_{crit}	0,60		0,60		0,60		0,60		0,60	
$C < C_{crit}$?	ja		ja		ja		ja		ja	
σ_{LVU}	12,2		7,95		8,56		7,43		6,12	
s_x	2,68		0,30		0,57		0,91		0,32	
s_w	0,77		1,33		1,59		1,42		1,22	
s_s	2,05		1,35		1,64		1,56		1,24	
Critical = 0.3 * σ_{LVU}	3,67		2,38		2,57		2,23		1,84	
s_s < critical?	ja		ja		ja		ja		ja	
$s_w < 0.5 * \sigma_{LVU}$	ja		ja		ja		ja		ja	

σ_{LVU} = 0.25 * Mittelwert, s_x = Standardabweichung der Proben-Mittelwerte (zwischen den Proben und innerhalb der Parallel-Untersuchung)
s_w = Standardabweichung innerhalb der Parallel-Proben, s_s = Standardabweichung zwischen den Proben

Anhang 5: Stabilitätsuntersuchung von getrockneten Feigenproben

I. Statistische Auswertung zu Feigen-Probenmaterial P-KM-24-000142

P-KM-24-000142	TEA		AOH		ALT		TEN		AME	
Lagertemperatur	**-80°C**	**-20°C**	**-80°C**	**-20°C**	**-80°C**	**-20°C**	**-80°C**	**-20°C**	**-80°C**	**-20°C**
Dauer (Tage)	65		65		65		65		65	
Gehalte [µg/kg]	1.163	1.132	80,4	68,4	71,9	64,4	28,1	25,5	74,9	68,0
	1.160	1.150	74,2	73,4	71,8	70,7	27,9	27,9	77,4	76,0
	1.156	1.146	79,0	77,1	71,4	71,4	28,3	28,1	77,1	76,8
	1.148	1.138	75,5	76,8	72,2	71,9	28,3	27,9	77,5	76,6
	1.157	1.157	77,8	72,6	71,1	73,1	28,3	28,4	76,7	76,7
Mittelwert [µg/kg]	1.157	1.144	77,4	73,6	71,6	70,3	28,2	27,5	76,7	74,8
n	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
Standardabweichung [µg/kg]	5,56	9,76	2,53	3,56	0,43	3,40	0,20	1,17	1,08	3,82
Differenz [µg/kg]	12,3		3,72		1,36		0,63		1,89	
σ_{LVU}	289	286	19,3	18,4	17,9	17,6	7,04	6,88	19,2	18,7
0.3 σ_{LVU}	86,8	85,8	5,80	5,52	5,37	5,27	2,11	2,06	5,75	5,61
|Differenz| < 0.3 σ_{LVU}	ja	ja	ja	ja	ja	ja	ja	ja	ja	ja

σ_{LVU} = 0.25 * Mittelwert

II. Statistische Auswertung zu Feigen-Probenmaterial P-KM-24-000143

P-KM-24-000143	TEA		AOH		ALT		TEN		AME	
Lagertemperatur	**-80°C**	**-20°C**	**-80°C**	**-20°C**	**-80°C**	**-20°C**	**-80°C**	**-20°C**	**-80°C**	**-20°C**
Dauer (Tage)	65		65		65		65		65	
Gehalte [µg/kg]	1.866	1.962	41,0	43,1	41,2	40,5	8,6	8,6	46,4	47,6
	1.891	1.823	42,1	42,5	41,0	39,4	8,6	8,5	43,2	42,6
	1.801	1.896	41,1	41,4	41,2	40,7	8,8	8,8	43,4	43,7
	1.829	1.890	43,0	41,9	40,0	39,8	8,5	8,5	43,3	42,5
	1.854	1.842	41,9	42,3	40,7	40,9	8,7	8,5	43,6	42,6
Mittelwert [µg/kg]	1.848	1.882	41,8	42,2	40,8	40,2	8,6	8,6	44,0	43,8
n	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
Standardabweichung [µg/kg]	34,50	54,04	0,81	0,64	0,51	0,63	0,09	0,12	1,36	2,17
Differenz [µg/kg]	34,10		0,40		0,54		0,08		0,21	
σ_{LVU}	462,0	470,6	10,45	10,55	10,20	10,06	2,16	2,14	11,00	10,94
0.3 σ_{LVU}	138,61	141,17	3,14	3,17	3,06	3,02	0,65	0,64	3,30	3,28
|Differenz| < 0.3 σ_{LVU}	ja	ja	ja	ja	ja	ja	ja	ja	ja	ja

σ_{LVU} = 0.25 * Mittelwert

Anhang 6: Stabilitätsuntersuchung bei rekonstituierten Kontroll-Dünnfilmen

2024_KM_Mix_030/SL	TEA		AOH		ALT		TEN		AME	
Lagertemperatur	**-80°C**	**-20°C**	**-80°C**	**-20°C**	**-80°C**	**-20°C**	**-80°C**	**-20°C**	**-80°C**	**-20°C**
Dauer (Tage)	65		65		65		65		65	
Konzentration [ng/ml]	48,4	49,2	34,1	33,4	30,9	30,8	30,2	29,7	23,2	23,2
	45,7	49,4	31,6	34,1	29,1	31,5	27,9	30,0	21,6	23,8
	48,3	47,9	33,5	32,4	30,3	30,0	29,1	29,1	22,7	22,7
	51,6	48,7	34,5	33,1	32,4	30,6	31,2	29,7	24,7	23,2
	51,7	47,9	35,0	33,0	31,9	30,3	31,2	29,3	24,2	22,7
Mittelwert [ng/ml]	49,1	48,6	33,7	33,2	30,9	30,6	29,9	29,5	23,3	23,1
N	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
Standardabweichung [ng/ml]	2,53	0,73	1,34	0,60	1,29	0,56	1,43	0,36	1,22	0,45
Differenz [ng/ml]	0,55		0,54		0,29		0,38		0,18	
σ_{LVU}	12,3	12,1	8,43	8,30	7,73	7,65	7,48	7,38	5,82	5,77
0.3 σ_{LVU}	3,69	3,64	2,53	2,49	2,32	2,30	2,24	2,21	1,75	1,73
|Differenz| < 0.3 σ_{LVU}	ja	ja	ja	ja	ja	ja	ja	ja	ja	ja

σ_{LVU} = 0.25 * Mittelwert

Anhang 7: Anweisungen zur Laborvergleichsuntersuchung bei Probenversand

BfR
Bundesinstitut für Risikobewertung

Bundesinstitut für Risikobewertung (BfR) | Max-Dohrn-Straße 8-10 | 10589 Berlin

«Anrede»«Titel» «Vorname» «Name»
«Labor»
«Straße»
«PLZ»

«EMail»

Bundesinstitut für
Risikobewertung (BfR)
Max-Dohrn-Straße 8-10
10589 Berlin
T +49 30 18412-0
bfr@bfr.bund.de

bfr.bund.de

BfR | Risiken erkennen –
Gesundheit schützen

Ihre Zeichen und Nachrichten vom	Geschäftszeichen: Bitte bei Antwort angeben	Telefondurchwahl	Datum	Organisationseinheit/ Ansprechperson
	60-0201-10#00002#0023#0002	- 28522 - 28512	14.10.2024	85/ Herr Dr. Hutzler 85/ Frau Dr. Schöne

Laborvergleichsuntersuchung 2024 – Alternariatoxine in getrockneten Feigen

Sehr geehrte(r) «Anrede» «Anrede»«Titel» «Name»,

zusammen mit dem vorliegenden Schreiben erhalten Sie die zu untersuchenden Proben der Laborvergleichsuntersuchung zur Bestimmung von Alternariatoxinen in getrockneten Feigen. Genaue Informationen zum weiteren Vorgehen entnehmen Sie bitte dem beiliegenden Protokoll
(Anlage).
Bitte bestätigen Sie uns den Erhalt der Sendung innerhalb von 5 Tage unter:
https://akademie.bfr.berlin/956369?lang=de

Über den Link erhalten Sie zudem die Excel-Datei zur Übermittlung Ihrer Ergebnisse. Senden Sie die ausgefüllte Excel-Datei bis spätestens **20.12.2024** an folgende Funktions-E-Mail: nrl-mykotoxine-pflanzentoxine@bfr.bund.de

Wir möchten Sie auf die im Bundesinstitut für Risikobewertung (BfR) geltenden Bestimmungen zur Überlassung von Materialien im Rahmen der „Allgemeine Bedingungen für den Austausch von Materialien – Vergabe durch das BfR hinweisen, die Sie unter dem Link: http://www.bfr.bund.de/cm/343/mt-bedingungen-teil-a.pdf direkt abrufen können.

Mit freundlichen Grüßen

Dr. Christoph Hutzler

Dieses Dokument wurde elektronisch erzeugt und gilt ohne Unterschrift

Anlagen
Protokoll und weitere Informationen

Standorte

Berlin-Jungfernheide
Max-Dohrn-Straße 8-10
10589 Berlin
T +49 30 18412-0
F +49 30 18412-99099

Berlin-Marienfelde
Diedersdorfer Weg 1
12277 Berlin
T +49 30 18412-0
F +49 30 18412-99099

Berlin-Alt-Marienfelde
Alt-Marienfelde 17-21
12277 Berlin
T +49 30 18412-0
F +49 30 18412-99099

Berlin-Nahmitzer-Damm
Nahmitzer Damm 12
12277 Berlin
T +49 30 18412-0
F +49 30 18412-99099

Bundesinstitut für Risikobewertung

Anlage 1: Protokoll und weitere Informationen

1. **Ihr LABOR CODE: «Laborcode_LCxx».**

2. Sie erhalten hiermit 2 Feigenslurries und einen Kontrollstandard-Mix als Dünnfilm:

Proben	
1. Feigenslurry (2 g Feige auf 3 g Wasser gegeben) «Samplecode_PT_Feigen»	P-KM-24-000142-
2. Feigenslurry (2 g Feige auf 3 g Wasser gegeben) «Samplecode_PT_Feige1»	P-KM-24-000143-
3. Kontrollstandard-Mix Alternariatoxine «KontrollstandardMix_Dünnfilm_rücklösen» AOH; ALT; TEN; AME)	2024_KM_MIX_030- als Dünnfilm (TEA;

3. Bitte bestätigen Sie uns den ordnungsgemäßen Erhalt bzw. einwandfreien Zustand der Proben binnen 5 Tagen unter: https://akademie.bfr.berlin/956369?lang=de

   Laden Sie unter diesem Link auch die Datei *Reporting_sheet_PT_ALT_2024_LCxx.xlsx* herunter.

4. Um die Vergleichbarkeit der Analysenergebnisse zu gewährleisten, bitten wir Sie, die Proben umgehend nach Ankunft bis zum Analysenbeginn dunkel und in einem Gefrierschrank (≤ -18 °C) zu lagern.

5. Die Proben sind vor Analysenbeginn auf Raumtemperatur zu bringen. Vor Entnahme einer Teilprobe ist eine intensive Durchmischung des Feigenslurries durchzuführen, um die Homogenität zu gewährleisten.

6. Nach dem Öffnen des Kontrollstandard-Mixes (Septumkappe des Vials vorsichtig entfernen) geben Sie bitte exakt **500 µL** eines geeigneten Lösungsmittels hinzu, gegebenenfalls ist dabei der Zusatz von interner Standard-Lösung beim Gesamtvolumen zu berücksichtigen.

   Zum Rücklösen kann zum Beispiel ein Gemisch aus Acetonitril und Wasser im Verhältnis 25/75 (v/v) oder ein Gemisch aus Methanol und Wasser 50/50 (v/v) verwendet werden. Nach Zugabe des Lösungsmittels verschließen Sie das Vial und durchmischen die hergestellte Lösung gründlich (z. B. durch mindestens 10 Minuten intensive Vortexbehandlung). Die erhaltene Lösung kann direkt für die Injektion verwendet werden.

Bundesinstitut für Risikobewertung

7. Nach Rücklösen des Kontrollstandard-Mixes sollten die Analytkonzentrationen innerhalb des gängigen Kalibrierbereichs bestimmt werden. Sollten die Konzentrationen außerhalb Ihres Kalibrierbereichs liegen, stellen Sie geeignete Verdünnungen her. Bei Angabe der Ergebnisse berücksichtigen Sie bitte mögliche Verdünnungsschritte.

8. Bei dieser Laborvergleichsuntersuchung haben Sie freie Methodenwahl.

9. Für den Kontrollstandard-Mix sind drei Ergebnisse durch **dreimalige Injektion** ins HPLC-System abzugeben.

10. Für Feigenslurries sind **drei unabhängige Aufarbeitungen** unter Wiederholbedingungen über das vollständige Analyseverfahren durchzuführen.

11. In der Datei Reporting_sheet_PT_ALT_2024_LCxx.xlsx sind die Analysenergebnisse und die Einwaage des Feigenslurries zu dokumentieren. Die Datei steht Ihnen Angaben zu den von Ihnen verwendeten Analyseparametern, zu Unregelmäßigkeiten oder Störungen während der Messungen notieren Sie bitte ebenfalls in diesem Excel-Dokument.

    Hinweis: Bitte speichern Sie nach Beendigung Ihrer Eintragungen die Excel-Datei, indem Sie „LCxx" im Dateinamen durch Ihren Laborcode „«Laborcode_LCxx»" ersetzen:
    Die Codierung der Excel
    unter *Reporting_sheet_PT_ALT_2024_LC«Laborcode_LCxx».xlsx*
    erleichtert die Zuordnung der Dateien und die anschließende statistische Auswertung der Resultate.

12. Sind die Resultate kleiner als die Bestimmungsgrenze, so wählen Sie bitte im Reiter „Ergebnisse" das Dropdown aus zu weiteren Angaben aus.

13. Bitte senden Sie die ausgefüllte Excel-Datei bis spätestens **20.12.2024** an folgende E-Mail-Adresse: nrl-mykotoxine-pflanzentoxine@bfr.bund.de

Bei Fragen kontaktieren Sie bitte direkt:

Dr. Cindy Schöne

+49 30 18412 28512

nrl-mykotoxine-pflanzentoxine@bfr.bund.de

Anhang 8: Anwendungsbereich

	LOQ [µg/kg]						oberer Gehaltsbereich [µg/kg]					Probeneinwaage
Laborcode	**TEA**	**AOH**	**ALT**	**TEN**	**AME**		**TEA**	**AOH**	**ALT**	**TEN**	**AME**	**[g] #**
LC01	40	4	4	4	4		11.660	245	245	245	245	2
LC02	10	1	*	*	1		1.000	100	*	*	100	2
LC03	10	1	*	5	1		2.012	200	201	1.002	202	5
LC05	10	2	10	10	2		500	60	300	300	60	1
LC06	10	1	1	1	1		3.000	300	300	300	300	2
LC07	5	1	2	1	1		3.750	375	650	375	375	2,5
LC08	15	5	5	2	10		1.500	100	100	40	200	0,8
LC09	< 50	< 10	< 50	< 50	< 10		640	16	160	160	16	1
LC10	5	10	10	5	2		-	-	-	-	-	0,4
LC11	40	4	8	4	2		-	-	-	-	-	5
LC12	5	1	2,5	1	0,5		10.000	400	500	400	100	1
LC13	20	3	3	2	3		4.000	100	1.000	100	100	2
LC14	5	5	0,5	5	5		125	125	12,5	125	125	2
LC15	2	2	2	2	2		50	50	50	50	50	2
LC16	10	1	1	5	1		1.000	100	100	500	100	1
LC17	10	10	20	10	10		1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	2

Die Angabe der Probeneinwaage bezieht sich auf die ursprüngliche getrocknete Feigenprobe vor der Nasshomogenisierung.
5 g Slurry bestehen aus 2 g Feigenprobe und 3 g zugesetztem Wasser (analog zu ASU L 00.00-111/1).
- keine Angaben
* Analyt nicht quantitativ untersucht

Anhang 9: Aufarbeitungsmethoden für TEA

Den LVU-Teilnehmenden war die Aufarbeitungs- und Messmethode für die Quantifizierung von TEA freigestellt.

Labor-code	Haben Sie Methode DIN EN 17521:2021 bzw. die identische Methode BVL L 15.01-10 verwendet?	Haben Sie die Methode des BfR "Bestimmung von Alternariatoxinen in Sonnenblumenkernen" verwendet?	Wenn ja, nennen Sie ggf. Änderungen der Methode.	Falls keine der obigen Methoden verwendet wurde, fügen Sie bitte eine kurze Methodenbeschreibung ein.
LC01	nein	ja	Rohextrakt wurde 1:2.5 verdünnt	-
LC02	nein	nein	-	dilute and shoot
LC03	nein	nein	-	12.5g des Slurrys wurden mit 10ml ACN+0,5 %Essigsäure und 2,5ml H2O gemischt und 45min geschüttelt. Danach wurde ein Trennsalzgemisch (1g NaCl+4g MgSO4) zugegeben, kräftig geschüttelt und bei 4000rpm 10min zentrifugiert. 5ml des Überstandes wurden mit 5ml n-Hexan entfettet. Die entfettete ACN-Phase wurde mit PTFE 0,2µm membranfiltriert und in ein Aliquot in ein Vial gefüllt.
LC05	nein	nein	-	Hausverfahren LC-MSMS (TEA+ AOH, ALT, TEN, AME)
LC06	ja	ja	-	-
LC07	nein	nein	-	Das gemahlene und homogenisierte Probenmaterial wird extrahiert. Der Extrakt wird verdünnt und gegebenenfalls filtriert. Die Messung erfolgt mittels LC-/MS/-MS im ESI+/- Modus. Die Auswertung der Analyten wird nach der Methode des internen Standards durchgeführt.
LC08	ja	nein	-	-
LC09	nein	nein	-	Die Aufarbeitung erfolgt über eine SALLE (salt-assisted liquid-liquid extraction) mit anschließender Verdünnung des Aliquots aus der ACN-Phase.Die Messung der Extrakte erfolgt per HPLC-MS/MS.
LC10	nein	nein	Hausmethode	PV mittels Quechers (Salz-Kit)
LC11	nein	nein	-	Eine Teilmenge der zu analysierenden Probe wird mit einem Acetonitril-Methanol-Wasser(4+1+5 Verhältnis) Gemisch extrahiert. Ein Aliquot des Extrakts wird mit internem Standard versetzt und verdünnt. Die Mykotoxine werden mit HPLC-MS/MS im MRM Modus an einer Umkehrphase bestimmt.
LC12	nein	nein	-	QuEChERS-Extraktion mit anschließendem n-Hexan Cleanup, danach dispersive SPE
LC13	nein	nein	-	2g (Probe)+ISTD/30//10/20//15/1 ml; sehr ähnlich zu DIN, jedoch kein Tween bei SPE, pH-Wert-Einstellung der Probenmesslösung
LC14	nein	ja	-	-
LC15	ja	nein	Anpassung des Extraktionsmittels aufgrund des H2O-Gehalts im Slurry (1 % Essigsäure in MeOH)	-
LC16	ja	nein	-	-
LC17	nein	ja	-	-

Anhang 10: Aufarbeitungsmethoden für AOH, ALT, TEN und AME

Den LVU-Teilnehmenden war die Aufarbeitungs- und Messmethode für die Quantifizierung von AOH, ALT, TEN und AME freigestellt.

Labor--code	Haben Sie Methode DIN EN 17521:2021 bzw. die identische Methode BVL L 15.01-10 verwendet?	Haben Sie die Methode des BfR "Bestimmung von Alternariatoxinen in Sonnenblumenkernen" verwendet?	Wenn ja, nennen Sie ggf. Änderungen der Methode	Falls keine der obigen Methoden verwendet wurde, fügen Sie bitte eine kurze Methodenbeschreibung ein
LC01	nein	ja	-	-
LC02	nein	nein	-	dilute and shoot
LC03	nein	nein	-	12.5g des Slurrys wurden mit 10ml ACN+0,5 %Essigsäure und 2,5ml H2O gemischt und 45min geschüttelt. Danach wurde ein Trennsalzgemisch (1g NaCl+4g MgSO4) zugegeben, kräftig geschüttelt und bei 4000rpm 10min zentrifugiert. 5ml des Überstandes wurden mit 5ml n-Hexan entfettet. Die entfettete ACN-Phase wurde mit PTFE 0,2µm membranfiltriert und in ein Aliquot in ein Vial gefüllt.
LC05	nein		-	Hausverfahren LC-MSMS (TEA+ AOH, ALT, TEN, AME)
LC06	ja	ja	-	-
LC07	nein	nein	-	Das gemahlene und homogenisierte Probenmaterial wird extrahiert. Der Extrakt wird verdünnt und gegebenenfalls filtriert. Die Messung erfolgt mittels LC-/MS/-MS im ESI+/- Modus. Die Auswertung der Analyten wird nach der Methode des internen Standards durchgeführt.
LC08	ja	nein	-	---
LC09	nein	nein	-	Die Aufarbeitung erfolgt über eine SALLE (salt-assisted liquid-liquid extraction) mit anschließender Verdünnung des Aliquots aus der ACN-Phase. Die Messung der Extrakte erfolgt per HPLC-MS/MS.
LC10	nein	nein	Hausmethode	PV mittels Quechers (Salz-Kit)
LC11	nein	nein	-	Eine Teilmenge der zu analysierenden Probe wird mit einem Acetonitril-Methanol-Wasser(6+2+2 Verhältnis) Gemisch extrahiert. Ein Aliquot des Extrakts wird mit internem Standard versetzt und verdünnt. Die Mykotoxine werden mit HPLC-MS/MS im MRM Modus an einer Umkehrphase bestimmt.
LC12	nein	nein	-	QuEChERS-Extraktion mit anschließendem n-Hexan Cleanup, danach dispersive SPE
LC13	nein	nein	-	2g (Probe)+ISTD/30//10/20//15/1 mL; sehr ähnlich zu DIN, jedoch kein Tween bei SPE, pH-Wert-Einstellung der Probenmesslösung
LC14	nein	ja	-	-
LC15	ja	nein	Anpassung des Extraktionsmittels aufgrund des Wassergehalts im Slurry (1 % Essigsäure in Methanol)	-
LC16	ja	nein	-	-
LC17	nein	ja	-	-

Anhang 11: Details der analytischen Methoden

Laborcode	HPLC	MS	HPLC-Säule	Mobile Phase A	Mobile Phase B
LC01	Shimadzu Nexera UPLC	Sciex 6500+	Gemini-NX 5 µm C18 110 A	77 mg Ammoniumacetat / l Wasser, pH 9	Methanol / Isopropanol (9:1, v/v)
LC02	Agilent 1290 Infinity	Sciex 6500+	Agilent Eclipse Plus C18 2,1 x 100mm	95 % H2O / 5 % MeOH + 5mM Ammoniumacetat	5 % H2O / 95 % MeOH + 5mM Ammoniumacetat
LC03	Agilent 1260 II	Sciex Qtrap 6500+	Gemini NX C18, 5 µm, 150*2,0 mm	5mmol/l Ammoniumacetatpuffer	Methanol
LC05	Agilent 1290	Sciex 6500+	Sorbex Eclipse plus C18	NH4-Acetat in LCMS-Wasser	LCMS-Methanol
LC06	Agilent 1260 Infinity II	Sciex Q-TRAP 6500+	Phenomenex Gemini 5 µm NX-C18 110 A 100x2 mm (Art. 5561-0125)	5 mM Ammoniumacetat Puffer	Methanol
LC07	Schimadzu LC-30	Sciex 6500+	Waters Acquity UPLC BEH C18 1.7µm 2.1 x 150 mm	H2O + 5mM Ammoniumacetat	Methanol
LC08	Agilent 1290	Agilent 6495C	Fa. Waters, ACQUITY Premier BEH C18, 1.7 µm, 2.1 x 100 mm, 130 Å (1240 bar)	Wasser + 1 mM NH4-acetat sowie 0.5 % HAc und 0.1 % FA	Methanol + 0.5 % HAc und 0.1 % FA
LC09	Agilent 1290 Series II	Sciex 7500	InfinityLab Poroshell 120 EC-C18: 100 x 3.0 mm; 2.7 µm	50 ml Methanol + 5.781 g Ammoniumacetat + 0.2 ml Ammoniak (25%tig) ad 1 l Wasser	Methanol
LC10	ExcionLC	Sciex 5500Qtrap	Gemini 3µm C18 110 A, 150 x 3 mm (Fa. Phenomenex)	Wasser : MeOH (90:10) + 2mM Ammoniumhydrogencarbonat	Methanol + 2mM Ammoniumhydrogencarbonat
LC11	Agilent 1260 Infinity II	Sciex 5500	Waters XBridge; 75mm x 3mm; 2,5µm	NH4HCO3 1mM in MeOH + H2O (5+95)	MeOH
LC12	Agilent 1290	Agilent 6495	Phenomenex Gemini NX-C18,3 µm, 100x3mm	5 nM Ammoniumacetat pH 8,0	Methanol
LC13	Shimadzu	Sciex QTrap 5500	Luna Omega Polar C18; 150 x 2,1 mm; 3 µm	H2O + 5 mM Ammoniumacetat-lösung, pH = 8,0 – 8,1	MeOH
LC14	Agilent 1290	Agilent 6495D	Gemini NX-C18 2,0 x 100 mm 3,0 µm	Ammoniumacetatlösung (pH 9), 1 mM	Methanol
LC15	Agilent 1290 Infinity II	Sciex 7500	Restek Raptor ARC18 inert 50 mm x 2,1 µm	1 mM Ammoniumacetat in Wasser (pH9)	Methanol/iso-Propanol (9+1, v+v)
LC16	Waters Alliance	Xevo TQD	Gemini 3 µm NX-C18 100A (150 x 3 mm)	Ammoniumacetatpuffer in Wasser (pH 7,95 - 8,05)	Methanol
LC17	Agilent 1290	Sciex 6500+	Phenomenex Gemini NX-C18, 100 x 2.1 mm; 5 µm	Ammoniumacetat (pH9)	Methanol/2-Propanol (90/10, v/v)

Anhang 12: Masse-/Ladungsübergänge

I. für natives und isotopenmarkiertes TEA

		TEA				IS TEA			
		Quantifier		Qualifier		Quantifier		Qualifier	
Laborcode	Polarität	m/z precursor	m/z product	m/z precursor	m/z product	m/z precursor	m/z product	m/z precursor	m/z product
LC01	negativ	196.1	139.0	196.1	112.0	198.1	141.0	198.0	114.0
LC02	negativ	196,0	139,0	196,0	112,0	209,0	143,0	-	-
LC03	negativ	196,029	141,000	196,029	111,900	198,064	141,000	198,064	-
LC05	negativ	196	139	196	111,9	198	113,9	198,	140,9
LC06	negativ	196,0	111,8	196,0	139,0	197,9	113,9	197,9	140,8
LC07	negativ	196	69	196	112	198	114	198	141
LC08	positiv	198,1	125,1	198,1	153,1	200,1	127,1	-	-
LC09	negativ	196.1	112.0	196.1	139.0	-	-	-	-
LC10	negativ	196	139	196	112	-	-	-	-
LC11	negativ	196	112	196	139	208	114	208	142
LC12	negativ	196,0	139,0	196,0	112,0	198,0	141,0	198,0	114,0
LC13	negativ	196,0	69,0	196,0	83,2	197,9	140,8	197,9	113,9
LC14	negativ	196,1	139,1	196,1	112,1	206,1	145,1	206,1	117,3
LC15	negativ	196,1	139,0	196,1	112,0	198,1	141,0	198,1	114,0
LC16	positiv	196,1	139	196,1	111,9	297,2	202,9	-	-
LC17	negativ	196	139	196	112	198	141	198	114

- keine Angaben

II. für natives und isotopenmarkiertes AOH

		AOH				IS AOH			
		Quantifier		Qualifier		Quantifier		Qualifier	
Laborcode	Polarität	m/z precursor	m/z product	m/z precursor	m/z product	m/z precursor	m/z product	m/z precursor	m/z product
LC01	negativ	257.1	215.0	257.1	147.0	260.1	150.1	260.1	150.1
LC02	negativ	257,0	215,0	257,0	212,0	260,0	215,0	-	-
LC03	negativ	257,048	214,900	257,048	146,900	259,997	218,000	259,997	-
LC05	negativ	256,9	212	256,9	146,9	259,9	215	259,9	218
LC06	negativ	257,0	212,0	257,0	215,0	260,0	215,0	260,0	217,9
LC07	negativ	257	212	257	215	271	156	271	197
LC08	negativ	257,1	215	257,1	212	260,1	216	-	-
LC09	negativ	257.0	147.0	257.0	215.1	-	-	-	-
LC10	negativ	257	215	257	147	271	226	271	43
LC11	negativ	257	215	257	213	260	216	260	218
LC12	negativ	257,0	215,0	257,0	147,0	260,0	216,0	260,0	218,0
LC13	negativ	257,0	147,1	257,0	159,0	260,0	217,9	260,0	231,1
LC14	negativ	257,1	215,1	257,1	147,1	271,1	254,7	271,1	227,1
LC15	negativ	251,1	215,0	251,1	147,0	260,1	218,0	260,1	215,0
LC16	negativ	257,1	215	257,1	146,7	260,1	218	-	-
LC17	negativ	257	216	257	147	260	216	260	150

- keine Angaben

III. für natives und isotopenmarkiertes ALT

		ALT				IS ALT			
		Quantifier		Qualifier		Quantifier		Qualifier	
Laborcode	Polarität	m/z precursor	m/z product	m/z precursor	m/z product	m/z precursor	m/z product	m/z precursor	m/z product
LC01	negativ	291.1	214.0	291.1	229.1	297.1	217.1	297.1	217.1
LC02	-	-	-	-	-	-	-	-	-
LC03	negativ	291,044	229,100	291,044	203,100	296,991	203,000	296,991	-
LC05	negativ	290,9	214	290,9	229,1	297	217	297	189
LC06	negativ	290,9	185,9	290,9	214,1	297,0	189,0	297,0	216,9
LC07	negativ	291	203	291	214	294	203	294	214
LC08	positiv	293,1	257	293,1	239,1	299,1	263	-	-
LC09	negativ	291.0	186.1	291.0	214.0	-	-	-	-
LC10	positiv	293	257	293	229	-	-	-	-
LC11	negativ	291	214	291	229	297	235	297	217
LC12	negativ	291,1	214,0	291,1	229,0	294,1	232,0	294,1	214,0
LC13	negativ	290,9	202,9	290,9	160,9	297,0	251,0	297,0	203,1
LC14	negativ	291,2	229,1	291,2	214,2	294,1	231,7	294,1	213,9
LC15	negativ	291,1	203,0	291,1	276,1	297,1	203,1	297,1	251,1
LC16	negativ	291,1	202,9	291,1	248,1	274,1	259,2	-	-
LC17	negativ	291	229	291	214	297	235	297	217

- keine Angaben

IV. für natives und isotopenmarkiertes TEN

		TEN				IS TEN			
		Quantifier		Qualifier		Quantifier		Qualifier	
Laborcode	Polarität	m/z precursor	m/z product	m/z precursor	m/z product	m/z precursor	m/z product	m/z precursor	m/z product
LC01	negativ	413.2	141.1	413.2	271.1	416.2	274.2	416.2	141.1
LC02	-	-	-	-	-	-	-	-	-
LC03	negativ	413,223	141,000	413,223	271,100	416,200	141,000	416,200	-
LC05	negativ	413	141	413	271,1	416	141	416	274,1
LC06	negativ	413,1	140,8	413,1	271,1	416,1	141,0	416,1	274,0
LC07	positiv	415	312	415	302	418	199	418	259
LC08	positiv	415,2	312,2	415,2	199,2	418,2	315,2	-	-
LC09	negativ	413.0	141.4	413.0	271.1	-	-	-	-
LC10	negativ	413	141	413	271	-	-	-	-
LC11	negativ	413	141	413	271	416	141	416	274
LC12	negativ	413,3	271,3	413,3	141,3	416,3	274,2	416,3	141,2
LC13	negativ	413,2	271,2	413,2	214,1	416,1	141,0	416,1	274,0
LC14	negativ	413,2	271,2	413,2	140,9	419,2	273,9	419,2	217,0
LC15	negativ	413,2	141,0	413,2	271,1	416,3	141,0	416,3	274,2
LC16	positiv	413,1	141,2	413,1	271,2	198,1	141	0	0
LC17	positiv	413	141	413	271	416	141	416	274

- keine Angaben

V. für natives und isotopenmarkiertes AME

		AME				IS AME			
		Quantifier		Qualifier		Quantifier		Qualifier	
Laborcode	Polarität	m/z precursor	m/z product	m/z precursor	m/z product	m/z precursor	m/z product	m/z precursor	m/z product
LC01	negativ	271.1	256.0	271.1	228.0	274.1	259.1	274.1	231.1
LC02	negativ	271,0	256,0	271,0	227,9	274,0	259,0	-	-
LC03	negativ	271,049	256,000	271,049	227,900	274,004	259,100	274,004	-
LC05	negativ	270,9	255	270,9	228	273,9	259	273,9	231
LC06	negativ	270,9	227,8	270,9	255,9	274,0	231,1	274,0	258,8
LC07	negativ	271	228	271	256	286	225	286	241
LC08	negativ	271,1	256,1	271,1	228	274,1	259,1	-	-
LC09	negativ	271.1	228.0	271.1	256.0	-	-	-	-
LC10	negativ	271	256	271	228	286	270	286	241
LC11	negativ	271	256	271	228	274	259	274	231
LC12	negativ	271,0	256,0	271,0	255,0	274,0	256,0	274,0	255,0
LC13	negativ	271,0	227,8	271,0	183,1	274,0	231,1	274,0	231,1
LC14	negativ	271,0	256,0	271,0	228,0	286,1	270,1	286,1	240,9
LC15	negativ	272,1	257,0	272,1	228,0	274,1	259,0	274,1	231,0
LC16	negativ	271,1	256,2	271,1	228,2	416,1	274,2	-	-
LC17	positiv	271	256	271	228	274	259	274	231

- keine Angaben

Anhang 13: Standardanbieter

Laborcode	TEA	AOH	ALT	TEN	AME
LC01	RomerLabs	RomerLabs	RomerLabs	RomerLabs	RomerLabs
LC02	LGC Ehrenstorfer, Toronto Research Chemicals Inc.	LGC Ehrenstorfer, Toronto Research Chemicals Inc.	-	-	LGC Ehrenstorfer, Toronto Research Chemicals Inc.
LC03	RomerLabs	RomerLabs	RomerLabs	RomerLabs	RomerLabs
LC05	Romer Labs	Romer Labs	Romer Labs	Romer Labs	Romer Labs
LC06	Romerlabs	Romerlabs	Romerlabs	Romerlabs	Romerlabs
LC07	HPC Standards GmbH	HPC Standards GmbH	HPC StandardsGmbH	HPC Standards GmbH	HPC Standards GmbH
LC08	Asca	* Asca	* Asca	* Asca	* Asca
LC09	* Cayman (Lieferant Biomol)	* Sigma - Aldrich (Merck)	* Oskar Tropitzsch	* Oskar Tropitzsch	* VWR International (avantor)
LC10	Romer Labs	Romer Labs	Romer Labs	Romer Labs	Romer Labs
LC11	-	ASCA	ASCA	ASCA	ASCA
LC12	* Sigma	* Sigma	HPC-Standards	Biopure	Sigma
LC13	ASCA GmbH	ASCA GmbH	ASCA GmbH	ASCA GmbH	ASCA GmbH
LC14	Romer Labs	Romer Labs	Romer Labs	Romer Labs	Romer Labs
LC15	* Asca	* Asca	* Asca	* Asca	* Asca
LC16	# Romer Labs	# Romer Labs	# Romer Labs	# Romer Labs	# Romer Labs
LC17	Romer	Romer	Romer	Romer	Romer

- keine Angaben
* kein zertifizierter Standard
# keine Aussage zur Zertifizierung

Anhang 14: Native Standards und Verwendung von internen Standards

	Native Standards					Interne Standards					
Laborcode	**TEA**	**AOH**	**ALT**	**TEN**	**AME**	**TEA**	**AOH**	**ALT**	**TEN**	**AME**	**IS Zusatz**
LC01	[s] geprüft	[s] geprüft	[s] geprüft	[s] geprüft	[s] geprüft	TEA-13C2	AOH-D3	ALT-D6	TEN-D3	AME-D3	zur Messlösung
LC02	nicht geprüft	nicht geprüft	-	-	nicht geprüft	TEA-D13	AOH-D3	-	-	AME-D3	zur Probeneinwaage
LC03	nicht geprüft	nicht geprüft	nicht geprüft	nicht geprüft	nicht geprüft	TEA-13C2	AOH-D3	ALT-D6	TEN-D3	AME-D3	zur Probeneinwaage
LC05	[s] geprüft	[s] geprüft	[s] geprüft	[s] geprüft	[s] geprüft	-	-	-	-	-	zur Probeneinwaage
LC06	nicht geprüft	nicht geprüft	nicht geprüft	nicht geprüft	nicht geprüft	TEA-13C2	AOH-D3	ALT-D6	TEN-D3	AME-D3	zur Probeneinwaage
LC07	[s] geprüft	[s] geprüft	[s] geprüft	[s] geprüft	[s] geprüft	TEA-13C2	AOH-13C14	ALT-13C15	TEN-D3	AME-D3	zur Messlösung
LC08	nicht geprüft	-	-	-	-	TEA-13C2	AOH-D3	ALT-D6	TEN-D3	AME-D3	zur Probeneinwaage
LC09	[s] geprüft	[s] geprüft	[s] geprüft	[s] geprüft	[s] geprüft	-	-	-	-	-	keine, Korrektur über externe WFR
LC10	nicht geprüft	nicht geprüft	nicht geprüft	nicht geprüft	nicht geprüft	nein	AOH-13C14	nein	nein	AME-13C15	-
LC11	[s] geprüft	[s] geprüft	[s] geprüft	[s] geprüft	[s] geprüft	TEA-D13	AOH-D3	ALT-D6	TEN-D3	AME-D3	zur Messlösung
LC12	nein	nein	Nein	nein	nein	-	-	-	-	-.	zur Probeneinwaage
LC13	[p] geprüft	[p] geprüft	[p] geprüft	[p] geprüft	[p] geprüft	TEA-13C2	AOH-D3	ALT-D6	TEN-D3	AME-D3	zur Probeneinwaage
LC14	[-] geprüft	[-] geprüft	[-] geprüft	[-] geprüft	[-] geprüft	TEA-13C10	AOH-13C14	ALT-D3	TEN-D6	AME-13C15	zur Probeneinwaage
LC15	nicht geprüft	nicht geprüft	nicht geprüft	nicht geprüft	nicht geprüft	TEA-13C2	AOH-D3	ALT-D6	TEN-D3	AME-D3	zur Probeneinwaage
LC16	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	zur Probeneinwaage
LC17	nicht geprüft	nicht geprüft	nicht geprüft	nicht geprüft	nicht geprüft	TEA-13C2	AOH-D3	ALT-D6	TEN-D3	AME-D3	zur Messlösung

- keine Angaben
[p] photometrische Prüfung mittels Extinktionskoeffizient
[s] Prüfung durch Abgleich mit unabhängigem Standard

Anhang 15: Kalibrierung

Art der Kalibrierung					Kalibrierbereich									
Laborcode	Kalibrierlösung	Anzahl Level	Wichtung	Force zero	TEA		AOH		ALT		TEN		AME	
LC01	Kalibrierreihe in matrixfreiem Lösungsmittel	7	1/x	nein	0,125 -	466	0,125 -	98	0,125 -	98	0,125 -	98	0,125 -	98
LC02	Kalibrierreihe in matrixfreiem Lösungsmittel	6	keine	nein	0,665 -	66,5	0,067 -	6,65					0,067 -	6,65
LC03	Kalibrierreihe in matrixfreiem Lösungsmittel	6	1/x	nein	5,03 -	1.006	0,501 -	100,1	0,503 -	100,6	2,505 -	501	0,506 -	101,1
LC05	Kalibrierreihe in matrixfreiem Lösungsmittel	5	keine	ja	10 -	3.000	1 -	300	1 -	300	1 -	300	1 -	300
LC06	Kalibrierreihe in matrixfreiem Lösungsmittel	9	1/x	nein	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/
LC07	Kalibrierreihe in matrixfreiem Lösungsmittel	6	1/x	nein	0,25 -	375	0,05 -	37,5	0,1 -	65	0,05 -	37,5	0,05 -	37,5
LC08	Kalibrierreihe in matrixfreiem Lösungsmittel zusätzlich Standardaddition	12	1/x	ja	/ -	1.500	/ -	100	/ -	100	/ -	40	/ -	200
LC09	Kalibrierreihe in matrixfreiem Lösungsmittel	8	1/x	ja	0,2 -	64	0,005 -	1,6	0,05 -	16	0,05 -	16	0,005 -	1,6
LC10	Kalibrierreihe in matrixfreiem Lösungsmittel	7 (AME: 5)	1/x	nein	1 -	160	1 -	160	0,5 -	80	1 -	160	1 -	40
LC11	Kalibrierreihe in matrixfreiem Lösungsmittel	9 (TEA: 10)	keine	nein	2,5 -	222,2	0,05 -	9,6	0,06 -	12,8	0,04 -	8	0,02 -	4
LC12	Kalibrierreihe in matrixfreiem Lösungsmittel	3	keine	ja	1 -	5.000	0,2 -	200	0,5 -	250	0,2 -	200	0,1 -	50
LC13	Kalibrierreihe in matrixfreiem Lösungsmittel	6 (TEA/ALT: 7)	1/x	nein	4 -	2.000	0,4 -	50	1 -	500	0,4 -	50	0,4 -	50
LC14	Kalibrierreihe in matrixfreiem Lösungsmittel	10	keine	nein	10 -	252	10 -	252	1 -	25	10 -	252	10 -	252
LC15	Kalibrierreihe in matrixfreiem Lösungsmittel	6	1/x	nein	0,25 -	25	0,25 -	25	0,25 -	25	0,25 -	25	0,25 -	25
LC16	Kalibrierreihe in matrixfreiem Lösungsmittel	6	1/x	nein	10 -	1.000	1 -	100	1 -	100	5 -	500	1 -	100
LC17	Kalibrierreihe in matrixfreiem Lösungsmittel	6	1/x	nein	0,5 -	50	0,5 -	50	0,5 -	50	0,5 -	50	0,5 -	50

- keine Angaben

Anhang 16: Ergebnisse der Untersuchung von getrockneten Feigenproben

[nach ISO 13528 und EURL-Backgrounddokument[5]]

I. Auswertung zu Feigen-Probenmaterial P-KM-24-000142

Laborcode	TEA		AOH		ALT		TEN		AME	
	AV [µg/kg]	1.040	AV [µg/kg]	74,1	AV [µg/kg]	68,9	AV [µg/kg]	29,8	AV [µg/kg]	76,5
	s_r [µg/kg]	24,8	s_r [µg/kg]	1,91	s_r [µg/kg]	3,48	s_r [µg/kg]	0,82	s_r [µg/kg]	1,77
	s_R [µg/kg]	187	s_R [µg/kg]	10,6	s_R [µg/kg]	12,5	s_R [µg/kg]	5,67	s_R [µg/kg]	11,3
	RSD_R [%]	18,0	RSD_R [%]	14,3	RSD_R [%]	18,1	RSD_R [%]	19,0	RSD_R [%]	14,8
	Ergebnis [µg/kg]	z-score	Ergebnis [µg/kg]	z-score	Ergebnis [µg/kg]	z-score	Ergebnis [µg/kg]	z-score	Ergebnis [µg/kg]	z-score
LC01	996	-0,17	63,3	-0,58	65,4	-0,20	24,8	-0,68	68,8	-0,40
LC02	977	-0,24	90,3	0,87	n.u.		n.u.		72,0	-0,24
LC03	1.131	0,35	76,8	0,15	n.u.		32,6	0,37	82,2	0,30
LC05	885	-0,60	78,0	0,21	79,7	0,63	28,8	-0,13	79,6	0,16
LC06	1.124	0,32	76,8	0,15	57,5	-0,66	34,0	0,56	79,0	0,13
LC07	1.222	0,70	76,7	0,14	88,1	1,11	30,6	0,11	67,9	-0,45
LC08	657	-1,47	60,1	-0,75	64,2	-0,27	26,5	-0,45	129	2,75
LC09	1.500	1,77	92,0	0,97	72,3	0,20	38,3	1,14	103	1,40
LC10	1.067	0,10	77,3	0,18	68,2	-0,04	21,7	-1,09	73,8	-0,14
LC11	890	-0,58	66,6	-0,41	62,2	-0,39	28,8	-0,13	75,3	-0,06
LC12	1.068	0,11	65,3	-0,48	66,6	-0,13	24,0	-0,78	71,7	-0,25
LC13	948	-0,36	73,3	-0,04	64,8	-0,24	28,0	-0,24	84,8	0,43
LC14	658	-1,47	7,48	-3,60	27,8	-2,38	28,1	-0,22	65,7	-0,56
LC15	1.119	0,31	74,9	0,04	78,1	0,54	36,0	0,83	89,2	0,66
LC16	1.113	0,28	76,8	0,15	122	3,08	27,3	-0,34	64,3	-0,64
LC17	1.261	0,85	81,2	0,39	60,0	-0,52	37,7	1,06	63,0	-0,71
n	16		16		14		15		16	

AV = assigned value, s_r = Robuste Wiederholbarkeit, s_R = Robuste Vergleichspräzision, RSD_R = Relative Vergleichsstandardabweichung;
n.u. = nicht quantitativ untersucht, n = Anzahl der Labore mit quantitativen Resultaten.

II. Auswertung zu Feigen-Probenmaterial P-KM-24-000143

Laborcode	TEA		AOH		ALT		TEN		AME	
	AV [µg/kg]	1.656	AV [µg/kg]	39,9	AV [µg/kg]	38,5	AV [µg/kg]	9,14	AV [µg/kg]	41,5
	s_r [µg/kg]	35,0	s_r [µg/kg]	1,13	s_r [µg/kg]	1,79	s_r [µg/kg]	0,28	s_r [µg/kg]	1,23
	s_R [µg/kg]	277	s_R [µg/kg]	5,51	s_R [µg/kg]	7,48	s_R [µg/kg]	1,64	s_R [µg/kg]	5,24
	RSD_R [%]	16,8	RSD_R [%]	13,8	RSD_R [%]	19,4	RSD_R [%]	18,0	RSD_R [%]	12,6
	Ergebnis [µg/kg]	z-score	Ergebnis [µg/kg]	z-score	Ergebnis [µg/kg]	z-score	Ergebnis [µg/kg]	z-score	Ergebnis [µg/kg]	z-score
LC01	1.617	-0,10	35,8	-0,41	36,7	-0,19	7,49	-0,72	38,1	-0,32
LC02	1.558	-0,24	49,6	0,97	n.u.		n.u.		39,2	-0,22
LC03	1.784	0,31	39,9	0,00	n.u.		9,93	0,35	45,6	0,40
LC05	1.226	-1,04	43,7	0,38	44,2	0,59	< LOQ		43,9	0,24
LC06	1.852	0,47	43,1	0,32	33,7	-0,50	10,7	0,69	44,6	0,31
LC07	1.987	0,80	43,4	0,35	52,2	1,42	9,37	0,10	37,8	-0,36
LC08	1.328	-0,79	32,1	-0,78	36,6	-0,20	7,51	-0,71	68,5	2,60
LC09	1.833	0,43	40,0	0,01	31,7	-0,71	9,63	0,22	45,7	0,41
LC10	1.770	0,27	35,8	-0,42	44,1	0,58	< LOQ		38,3	-0,31
LC11	1.527	-0,31	38,4	-0,15	35,2	-0,34	8,57	-0,25	40,4	-0,10
LC12	1.775	0,29	37,4	-0,26	35,0	-0,37	6,50	-1,15	36,9	-0,44
LC13	1.535	-0,29	39,9	0,00	37,5	-0,10	8,78	-0,16	49,0	0,72
LC14	767	-2,15	3,49	-3,65	20,2	-1,91	9,66	0,23	36,4	-0,49
LC15	1.648	-0,02	37,7	-0,22	42,4	0,40	10,7	0,70	45,2	0,36
LC16	1.736	0,19	44,6	0,47	130	9,53	8,12	-0,44	36,9	-0,44
LC17	2.080	1,02	47,0	0,71	35,5	-0,32	12,9	1,66	36,1	-0,51
N	16		16		14		13		16	

AV = assigned value, s_r = Robuste Wiederholbarkeit, s_R = Robuste Vergleichspräzision, RSD_R = Relative Vergleichsstandardabweichung;
n.u. = nicht quantitativ untersucht, n = Anzahl der Labore mit quantitativen Resultaten.

Anhang 17: Ergebnisse der Untersuchung von rekonstituierten Kontroll-Dünnfilmen

[nach ISO 13528 und EURL-Backgrounddokument[5]]

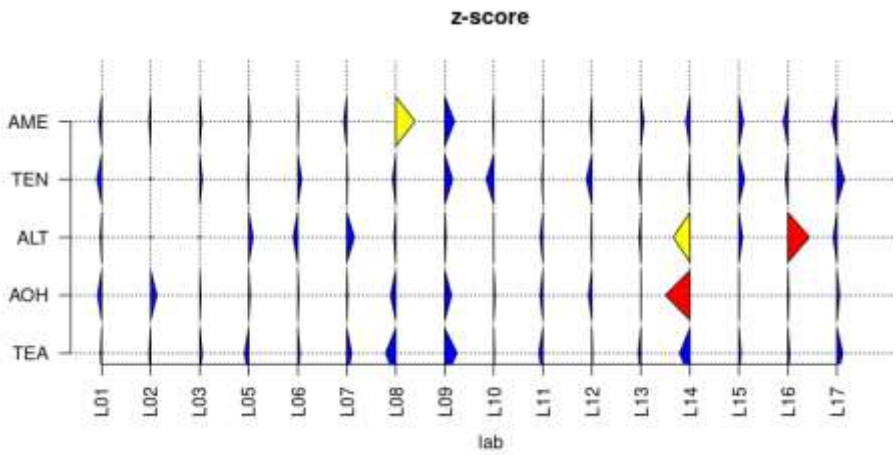
Laborcode	TEA		AOH*		ALT*		TEN		AME*	
	AV [ng/ml]	44,7	AV [ng/ml]	25,7	AV [ng/ml]	31,6	AV [ng/ml]	31,5	AV [ng/ml]	18,8
	s_r [ng/ml]	1,21	s_r [ng/ml]	0,82	s_r [ng/ml]	0,53	s_r [ng/ml]	0,71	s_r [ng/ml]	0,38
	s_R [ng/ml]	6,75	s_R [ng/ml]	7,79	s_R [ng/ml]	7,32	s_R [ng/ml]	4,84	s_R [ng/ml]	7,91
	RSD_R [%]	15,09	RSD_R [%]	30,32	RSD_R [%]	23,20	RSD_R [%]	15,38	RSD_R [%]	42,09
	Ergebnis [ng/ml]	z-score	Ergebnis [ng/ml]	z'-score	Ergebnis [ng/ml]	z'-score	Ergebnis [ng/ml]	z-score	Ergebnis [ng/ml]	z'-score
LC01	45,0	0,03	29,0	0,48	31,6	0,01	28,1	-0,43	22,1	0,62
LC02	47,7	0,27	34,7	1,31	n. u.		n. u.		18,3	-0,09
LC03	46,0	0,12	32,3	0,95	31,3	-0,03	34,1	0,33	21,7	0,55
LC05	39,9	-0,43	24,5	-0,18	38,0	0,78	37,3	0,74	16,5	-0,44
LC06	49,7	0,45	12,4	-1,93	37,0	0,66	31,7	0,03	8,55	-1,91
LC07	255	18,8	139	16,4	174	17,3	164	16,9	113	17,6
LC08	38,6	-0,55	26,2	0,07	29,3	-0,27	33,1	0,21	39,5	3,87
LC09	35,9	-0,78	14,1	-1,69	18,2	-1,62	23,1	-1,06	5,67	-2,45
LC10	43,4	-0,12	26,5	0,12	27,6	-0,48	33,1	0,20	24,8	1,12
LC11	53,8	0,81	25,8	0,01	39,6	0,98	26,6	-0,62	14,8	-0,75
LC12	53,2	0,76	35,9	1,48	46,2	1,77	36,7	0,67	30,9	2,26
LC13	46,8	0,19	28,4	0,39	30,6	-0,11	33,8	0,29	17,2	-0,30
LC14	15,7	-2,60	12,9	-1,85	14,6	-2,05	16,0	-1,97	10,5	-1,54
LC15	48,0	0,29	26,8	0,17	34,6	0,37	35,2	0,47	21,4	0,49
LC16	48,7	0,36	27,5	0,26	28,6	-0,36	29,9	-0,20	18,5	-0,06
LC17	39,1	-0,50	25,9	0,03	29,8	-0,22	32,8	0,17	19,3	0,10
n	16		16		15		15		16	

*Für AOH, TEN und AME wurden z'-scores aufgrund einer nicht zu vernachlässigenden Unsicherheit des assigned values berechnet ($0{,}3\ \sigma_{LVU} < u_{AV} \leq 0{,}7\ \sigma_{LVU}$).
AV = assigned value, s_r = Robuste Wiederholbarkeit, s_R = Robuste Vergleichspräzision, RSD_R = Relative Vergleichsstandardabweichung,
n. u. = nicht quantitativ untersucht, n = Anzahl der Labore mit quantitativen Resultaten.

Anhang 18: Graphische Darstellung der z- und z'-scores

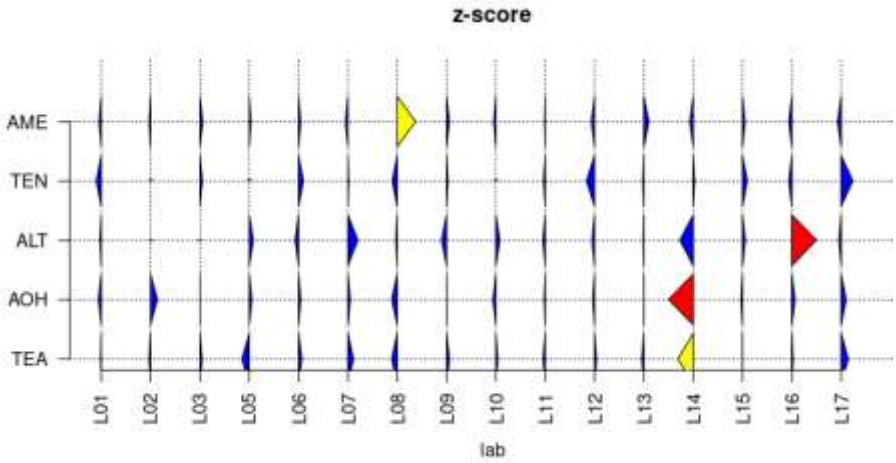
Feigen-Probenmaterial

P-KM-24-000142

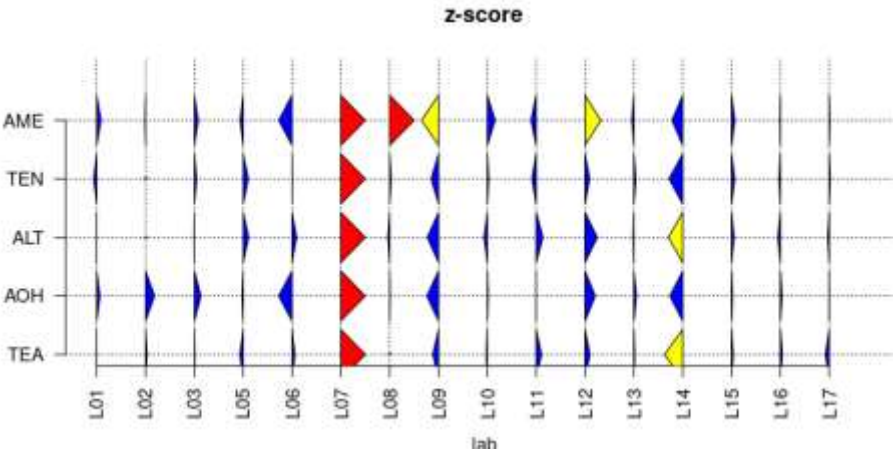


Feigen-Probenmaterial

P-KM-24-000143



rekonstituierter Kontroll-Dünnfilm



*Für AOH, ALT und AME wurden z'-scores aufgrund einer nicht zu vernachlässigenden Unsicherheit des assigned values berechnet (0,3 σ_{LVU} < uAV ≤ 0,7 σ_{LVU}).

Über das BfR

Das Bundesinstitut für Risikobewertung (BfR) ist eine wissenschaftlich unabhängige Einrichtung im Geschäftsbereich des Bundesministeriums für Landwirtschaft, Ernährung und Heimat (BMLEH). Es berät die Bundesregierung und die Bundesländer zu Fragen der Lebensmittel-, Chemikalien- und Produktsicherheit. Das BfR betreibt eigene Forschung zu Themen, die in engem Zusammenhang mit seinen Bewertungsaufgaben stehen.

Impressum

Herausgeber:
Bundesinstitut für Risikobewertung
Max-Dohrn-Straße 8-10
10589 Berlin
T +49 30 18412-0
F +49 30 18412-99099
bfr@bfr.bund.de
bfr.bund.de

BfR-Autor/innen: Dr. Cindy Schöne, Dr. Arnold Bahlmann, Dr. Patrick Esch, Dr. Michael Weiß
Anzahl Tabellen: 4
Anzahl Seiten: 45

Anstalt des öffentlichen Rechts
Vertreten durch den Präsidenten Professor Dr. Dr. Dr. h.c. Andreas Hensel
Aufsichtsbehörde: Bundesministeriums für Landwirtschaft, Ernährung und Heimat (BMLEH)
USt-IdNr: DE 165 893 448
V.i.S.d.P: Dr. Suzan Fiack

gültig für Texte, die vom BfR erstellt wurden
Bilder/Fotos/Grafiken sind ausgenommen, wenn nicht anders gekennzeichnet

BfR | Risiken erkennen –
Gesundheit schützen