

Stofnaam	Deoxynivalenol (DON), Zearalenon (ZEN) en Ochratoxine A (OTA)	
Type methode	HPLC met fluorescentiedetectie (ZEN en OTA) c.q. UV-detectie (DON) of LC/MS-MS; confirmatiemethode	
Te onderzoeken in	Mengvoeders; diervoedergrondstoffen en enkelvoudige diervoeders	
Minimum bepaalbaarheidsgrens	DON: 0,2 mg/kg ZEN: 0,02 mg/kg OTA: 0,01 mg/kg	
Herhaalbaarheid	RSD _r (relatieve standaarddeviatie) DON: ≤ 20% ZEN: ≤ 25% OTA: ≤ 20%	
Reproduceerbaarheid	Binnen-lab	RSD _{RL} DON: ≤ 30% ZEN: ≤ 32,5% OTA: ≤ 25%
	Tussen-lab	RSD _R DON: ≤ 40% ZEN: ≤ 40% OTA: ≤ 30%
Recovery	70-110%	
Categorie	-	
Titel	Bepaling van mycotoxinen in diervoeder(s) (grondstoffen);	

Algemeen:

1. Gebruik geen onbewerkt glas
2. Voorkom schimmelvorming tijdens monsteropslag en –bewaring.

Specifiek:

1. Uitgaan van minimaal 500 gram monstermateriaal. Dit monstermateriaal in zijn geheel malen tot een korrelgrootte van ≤ 1 mm en homogeniseren.
2. 25 gram van het gehomogeniseerde monstermateriaal overbrengen in een blender of in een maatkolf en 100 ml extractiemiddel toevoegen. Voor DON heeft water (afhankelijk van de fabrikant van de IAC kolom al dan niet met PEG) als extractiemiddel de voorkeur, voor ZEN en OTA heeft acetonitril : water (84:16; V:V) de voorkeur. Voor een aantal producten – met name mengvoeders - is geconstateerd dat voor OTA betere recoveries worden verkregen met methanol : water als extractiemiddel. Maatgevend is dat de combinatie van het te onderzoeken product, het extractiemiddel en het type (leverancier, specificaties) IAC kolom minimaal de prestatiekenmerken moet geven zoals beschreven op pagina 1.
Als er problemen zijn met de fasescheiding aan het extractiemiddel 2,5 gram NaCl toevoegen. Bij vetrijke grondstoffen extraheren met chloroform of zure dichloormethaan en terugextraheren met Natriumbicarbonaat.

N.B. Er wordt vanuit gegaan dat het monstermateriaal $< 20\%$ water bevat. Bij brijvoeders moet – indien van toepassing - bij de verhouding organisch oplosmiddel:water rekening worden gehouden met het reeds aanwezige water in het brijvoeder.

3. De suspensie met hoge snelheid blanderen gedurende 2 minuten. Of schudden gedurende tenminste 2 à 3 uren.
4. Filtreer meer dan 10 ml over een bevochtigd filtreerpapier in een erlenmeyer.
5. Voer een Solid Phase Extraction uit (IAC of SPE). Volg hierbij de aanwijzingen van de fabrikant, dit geldt met name voor de eventueel toe te passen verdunning van het filtraat.
6. Indien nodig, verdamp (40-60 graden Celsius) het eluaat tot droog onder een milde stroom stikstof en los het extract op in 2 ml mobiele fase.
7. Voer HPLC uit door injectie van 100 μ l opgelost extract of zoveel minder als noodzakelijk voor het bereiken van een goede detectie en scheiding.
8. Detectie van de mycotoxinen vindt plaats middels LC met fluorescentiedetectie bij voor de desbetreffende mycotoxinen specifieke excitatie en emissie golflengtes (ZEN en OTA) c.q. UV-detectie (DON) of met LC/MS-MS.