J. Fd Hyg. Safety
Vol. 22, No. 4, pp. 353~358 (2007)

Journal of Food Hygiene and Safety
Available online at http://www.foodhygiene.or.kr

국내산 단미사료와 배합사료의 Ochratoxin A 오염도 조사

장한섭[1] · 김동호[1] · 이경은 · 이 찬*
[1]국립농산물품질관리원 시험연구소, 중앙대학교 식품공학과

Survey of the Presence of Ochratoxin A in Compound Feeds and Feed Ingredients distributed in Korea

Han-Sub Jang[1], Dong-Ho Kim[1], Kyung-Eun Lee, and Chan Lee*
[1]*Experiment & Research Institute, National Agricultural Products Quality Management Service*
Food Science & Technology, Chung-Ang University
(Received November 13, 2007/Accepted December 19, 2007)

ABSTRACT – Contamination of ochratoxin A (OTA) was studied in 194 compound feeds and 59 feed ingredients samples distributed in South KOREA in 2006 and 2007. The degree of OTA contamination in feed ingredients was 27%, and its detected levels were ranged from 0.27 to 3.39 ppb. Seventy six percent of compound feeds were contaminated with OTA at concentration between 0.21 and 13.64 ppb. The highest degree of OTA contamination was observed in compound feeds for dairy cattle (96%) followed by for poultry (85%) and swine (79%). Beef cattle exhibited the highest level of OTA contamination (2.2 ppb). Compound feeds for dairy cattle and feed ingredients for vegetable proteins showed relative lower level of contamination at 1.6 and 1.2 ppb, respectively.

Key words: ochratoxin, feed ingredient, compound feed, contamination

곰팡이독소들의 오염은 인류와 동물에게 다양한 급성 및 만성적인 손상을 유발시키기 때문에 식품 및 사료의 안전성 관리에 직면한 현안 중 하나로 인식되고 있다.[1)] 사료는 기후조건, 공동경작, 제조, 이동, 저장 등의 과정에서 곰팡이로부터 오염이 될 수 있으며, 이 과정 중에 곰팡이 독소가 쉽게 생성될 수 있다. 저장온도, 습도가 관리되는 최적 시스템에서도 곰팡이 오염은 지속적으로 문제를 일으키고 있다.[2),3)]

오크라톡신(Ochratoxin, OT)은 자연계에서 널리 존재하는 독성물질로서, 아플라톡신, 퓨모니신등과 더불어 곰팡이독소의 대표적 물질이다. 오크라톡신은 L-β-phenylalanine의 아미노 그룹에 아미드결합으로 연결된 3, 4-dihydromethyl-isocoumarin유도체 형의 구조이다(Fig. 1). 주로 *A. ochraceus*와 *P. verrucosum*등의 곰팡이에 의해 생산되는 오크라톡신은 OTA, OTB, OTC, 4-hydroxyochratoxin A 등 17종의 유사체가 있으며 이 중 독성이 가장 강한 것이 OTA이다.[4)]

오크라톡신은 동물에게 신장독성, 간장독성, 유전독성, 면역억제 작용, 기형 및 암 등을 유발시키며, 특히 신장 및 간장에 치명적인 손상을 주는 것으로 알려졌다.[5,6)] 또한 오크라톡신은 phenylalanyl-tRNA synthetasecatalysed reaction에서 phenylalanine과 결합함으로써 단백질 합성을 저해하기도 한다.[7)] 아플라톡신과 오크라톡신이 동시에 사료에 오염되었을 경우 서로 독성을 증가시키는 상승효과를 나타내며[8)] 생장저하와 사료 섭취 및 효율의 저하를 나타낸다고 보고되었다.

곰팡이독소에 오염된 곡물을 가축이 사료로 섭취하는 경우 체내에 축적되어 급성 및 만성장애를 초래할 뿐만 아니라, food chain에 의하여 다시 사람에게 2차 피해를 일으킨다.[9)] 이에 따라 세계 각국에서는 식품과 사료에서 곰팡이독소의 허용기준을 설정해 놓고 있다. 우리나라는 사료에서 OTA 200 ppb로 허용기준치를 설정하여 관리하고 있다.[10)]

국내 사료제조 공장에서 최종 생산된 배합사료 및 단미사료에서 사료에 대한 곰팡이독소들의 오염현황에 대한 조사 실적은 많지 않다.[11)] 즉, 아직까지 우리나라에서는 사료 중 곰팡이독소들의 오염실태에 대한 자료가 미흡하며, 일부 단미사료에 대한 오염도만이 보고되고 있다. 그리고 축종별 배합사료에 대한 오염도 조사 자료는 거의 찾아볼 수 없는 실정이다. 따라서 국내에서 생산된 사료에서 곰팡이독소 중 오크라톡신의 오염도를 조사할 필요가 있으

*Correspondence to: Chan Lee, Department of Food Science and Technology, Chung-Ang University, Ansung 456-756, Korea
Tel: 82-31-670-3035, Fax: 82-31-676-8865
E-mail: chanlee@cau.ac.kr

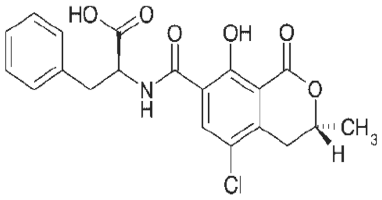

Fig. 1. Structure of ochratoxin A.

며, 오염도 조사결과를 근거로 사료 제조과정 중 곰팡이 독소들의 위해도를 평가해야 한다. 이 같은 배경 하에 현재 우리나라에서 유통되는 사료 중 오크라톡신의 함량을 분석하여 사료와 축산물 및 그 가공품의 안전성을 증대시키고자 오염도 조사를 실시하였다.

재료 및 방법

재료 및 시약

오크라톡신(OTA)의 오염도 조사 시료로 2006년에서 2007년도에 국내 사료 제조공장에서 유통된 배합사료와 단미사료를 사용하였다. 25 kg 지대포장 또는 1톤 백(ton bag) 포장 사료를 대상으로 하였다. 사료관리법상의 시료 채취 요령에 따라 무작위 추출법으로 포대 또는 톤당 1 kg 정도의 분석시료를 채취하여 혼합용지 위에서 골고루 혼합한 후 4분법으로 500 g정도의 시료를 취하여 분석하였다.[10)]

OTA 표준품으로 SUPELCO사의 OTA(50 μg/ml)를 사용하였다. Methanol/glacial acetic acid(98:2 v/v)와 물을 1:1(v/v)로 혼합한 용액으로 표준품을 약 1000배 희석하여 stock solution을 제조한 후 오크라톡신 표준용액으로 사용하였다. PBS-buffer(pH 7.4, SIGMA, U.S.A) 로 시료를 전처리 하였으며, 이동상 및 추출 용매로는 HPLC급 Acetonitrile(Merck, GER), glacial acetic acid(Junsei, Japan)를 사용하였다. 시료 정제용 면역컬럼으로 immunoaffinity column(OCHRAPREP^{R}, R-Biopharm, U.K)을 R-Biopharm으로부터 구입하였다.

기기 및 장치

OTA의 정량분석을 위하여 형광검출기(G1321A fluorescence detector)가 장착된 HPLC(Agilent 1100 series, Agilent Technologies, U.S.A)를 사용하였다. Agilent ZORBAX 80 Å Extend-C_{18} column(reversed-phased column, I.D. 4.6× 150 mm, particle size 5 μm)과 guard column($C_{18,}$ 5 μm)을 사용하여 OTA를 분석하였다. 시료분쇄기, 균질기(OMNI International, Vernon, U.S.A), 화학천칭(Sartorius, GER), 원심분리기, 시험관 교반기, vacuum system, KOBRA cell(R-Biopharm, U.K), Mili-Q RiOs/Elix water purification system(Millipore, Bedford, MA, U.S.A) 등으로 시료를 전처리 하였다.

시료의 전처리

OTA를 추출하기 위하여 500 g의 시료를 잘 혼합하고 약 250 g의 시료를 입자크기 600 μm 정도가 되도록 시료분쇄기로 분쇄하였다. 이 시료 중 25 g을 칭량하여 Acetonitrile/water(60:40 v/v) 추출용액 100 ml를 넣고 균질기로 10,000 rpm에서 2분간 추출하였다. 추출액을 여과지(Whatman No.4)로 여과한 후 상등액 4 ml를 취하여 50 ml conical tube에 옮겨 담았다. 여기에 PBS-buffer(pH 7.4, SIGMA) 44 ml를 추가하여 넣고 교반기에서 혼합한 후 원심분리기로 10,000 rpm에서 2분간 원심분리 하였다. 이 시료용액 전량을 Immunoaffinity column에 유속이 2-3 ml/min되도록 통과 시켰다. 20 ml PBS-buffer(pH 7.4, SIGMA)로 column을 세척한 후 1.5 ml methanol/glacial acetic acid(98:2 v/v)로 backflushing을 3회 실시하면서 중력에 의해 OTA를 유출시켰고 1.5 ml의 물로 Immunoaffinity column을 통과시켜 vial에 담아서 총 3 ml로 만들었다.[12)] 이 시료용액을 교반기에서 혼합한 후 0.22 μm syringe filter로 여과하여 시료액으로 사용하였다. 전처리 과정을 요약하여 Fig. 2에 나타내었다.

기기분석 조건

OTA를 분석하기 위하여 Agilent ZORBAX 80Å Extend-

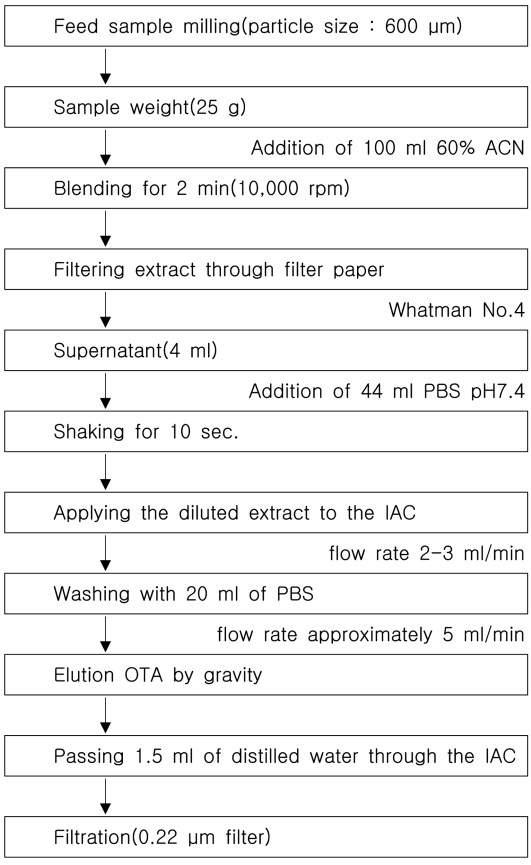

Fig. 2. Process for purification of ochratoxin A.

C_{18} column (reversed-phased column I.D. 4.6×150 mm, particle size 5 μm)과 guard column(C_{18}, 5 μl)을 사용하였고, 40°C에서 10분간 분석하였다. Acetonitrile : water : acetic acid(51:47:2 v/v/v)를 제조하여 이동상으로 사용하였고 유속은 1.0 ml/min로 설정하였다. 주입량으로 50 μl로 하였고, 형광검출기의 검출파장을 excitation wavelength 333 nm, emission wavelength 443 nm로 설정하였다. API 3000 분석기(Applied Biosystems, U.S.A)로 LC/MS/MS 분석을 시행하였다. ESI Positive ion mode로 분석하였으며, 5500 V로 Ion Spray Voltage를 설정하였다.

회수율 실험

OTA에 오염되지 않은 소 사료와 대두박에 OTA 표준용액을 0.88 μgkg^{-1}, 4.42 μgkg^{-1}의 농도로 첨가하고 24시간 동안 건조시킨 후 위에 언급한 실험방법으로 3회 반복하여 회수율을 측정하였다. Signal/noise 비율이 3:1일 때를 기준으로 OTA의 검출한계를 측정하였고, 정량한계는 signal/noise비율이 10:1일 때를 기준으로 측정하였다. OTA 표준용액을 HPLC column에 주입하여 피크의 면적을 계산하였고 각 표준품의 양에 대한 각 피크의 면적을 그래프로 계산함으로써 검량선을 작성하였다.

결과 및 고찰

오크라톡신의 분석

표준품인 OTA의 HPLC 분석결과는 Fig. 3과 같다. OTA의 표준품으로 0.055, 0.110, 0.276, 0.552, 1.104, 2.760, 5.520 μgkg^{-1}의 범위에서 desorption solution : D.W (1:1) 용액으로 희석하여 사용하였으며 OTA양에 대한 peak의 면적으로 검량선을 작성하였다. 상관계수는 0.9999 이상으로 나타났다.

OTA의 회수율 실험을 위하여 소 사료와 대두박을 사용하였고 OTA 표준용액을 첨가하여 분석한 결과 회수율이 82.0-110.9% 범위를 보였다(Table 2). 이하 실험에서 결과 값에 회수율 보정은 하지 않았다. 1997년 영국에서 보고된 바에 의하면 OTA의 회수율은 80-130%로 나타났으며[13], 2006년 프랑스에서 Castegnaro 등이 보고한 바에 의하면 OTA의 회수율이 60.9-90.0%로 나타났다.[14] 본 실험의 OTA 회수율은 국외 자료와 비교해 볼 때 비슷하거나 높은 것으로 나타났다.

단미사료에서의 오크라톡신의 오염도

오크라톡신의 분석에 사용된 총 253점의 사료 내역을 Table 1에 나타내었다. 배합사료가 194점 분석되었으며, 단미사료도 59 종류가 조사되었다.

단미사료 시료 중 OTA의 분석 결과를 Table 3에 나타내었다. 강피류 24점 중 4점(17%)의 사료가 OTA에 오염되었고, 평균농도는 0.76 ppb 수준이었다. 강피류 중 소맥피는 평균농도 1.24 ppb 수준으로 오염되었으며, 농도범위는 0.33 ppb-2.14 ppb로 강피류 중 가장 높은 오염정도를 보였다. 곡물류 3점 중 1점에서 0.64 ppb 농도수준의 OTA가 검출되었다. 박류 32점 중 11점(34%)의 사료가 OTA에 오염되었으며, 평균농도는 1.24 ppb 였고, 농도범위는 0.37 ppb-3.39 ppb 수준이었다. 또한 대두박 12점 중 4이 오염되었고, 평균농도는 1.44 ppb 였다. OTA에 오염된 대두박의 최고농도는 3.39 ppb 수준으로 전체 단미사료 중 가장 높은 오염정도를 보였다. 옥수수글루텐에서는 4점이 오염되었으며 평균농도는 0.84 ppb 수준이었다. 옥수수배아박 2점에서는 OTA가 평균농도 1.49 ppb의 수준으로 검출되었고, 최고농도는 2.61 ppb 로 대두박 다음으로 높은 오염정도를 보였다. 기타 식물성 박류 6점 중 커피박 1점에서는 1.52 ppb 농도의 OTA가 검출되었다. 오염된 OTA의 평균농도가 높은 순서는 옥수수배아박 > 대두박 > 소맥피 > 옥수수글루텐 순으로 나타났으며 단백피, 옥수수피, 대맥에서는 OTA가 검출되지 않았다.

2004년에 스페인의 Jaimez 등이 조사한 바에 의하면 단

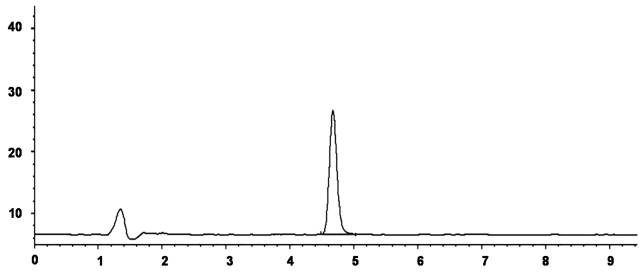

Fig. 3. Chromatogram of ochratoxin A standard solution.

Table 1. Samples for ochratoxin A analysis

Compound Feeds	Number of samples	Feed ingredients	Number of samples
Cattle feeds	39	By-products of grains	24
Swine feeds	58	Grains	3
Poultry feeds	41	Vegetable proteins	32
Dog feeds	28		
Aqua culture feeds	24		
Duck feeds	3		
Rabbit feeds	1		

Table 2. Recoveries and relative standard deviations(RSD) from blank feed spiked with ochratoxin A at different levels

Type	Spiking level (μgkg^{-1})	Recovery (%) ± SD[a]	RSD(%)
Cattle	0.88	84.2 ± 2.84	3.37
	4.42	82.0 ± 3.00	3.66
Soybeen meal	0.88	110.9 ± 0.44	0.39
	4.42	98.9 ± 0.50	0.51

Table 3. Presence of ochratoxin A in feed ingredients

	Samples		No.(%) of contaminated samples[b]		No. of smaples with OTA concn of			OTA concn[a] (μgkg^{-1})	
	Type	Total no.			ND[c]	LOD[d]-LOQ[e]	>LOQ	Mean±SD	Range
Bran	Danbeak-pi	7	-		7	-	-	-	-
	Wheat bran	5	2	(40)	3	1	1	1.24±0.90	0.33-2.14
	Corn bran	4	-		4	-	-	-	-
	Others	8	2	(25)	6	2[f]	-	0.29±0.02	0.27-0.30
Grains	Barley	1	-		1	-	-	-	-
	Wheat	2	1	(50)	1	1		0.64	-
Vegetable proteins	Soybean meal	12	4	(33)	8	2	2	1.44±1.15	0.56-3.39
	Corn gluten	10	4	(40)	6	3	1	0.84±0.47	0.42-1.63
	Corn germ meal	4	2	(50)	2	1	1	1.49±1.12	0.37-2.61
	Others	6	1	(17)	5	-	1[g]	1.52	-

[a] Samples with OTA concentrations ≥ LOD were used for analyses.
[b] Samples with OTA concentrations ≥ LOD.
[c] ND, Not detected (OTA concentration in sample < 0.200 μgkg^{-1}).
[d] LOD, limit of detection.
[e] LOQ, limit of quantification (OTA concentration in sample = 0.750μ gkg^{-1}).
[f] Soybean hull, Barley bran.
[g] Coffee meal.

Table 4. Presence of ochratoxin A in compound feeds

Type	Usage	Samples		No.(%) of contaminated samples[b]		No. of smaples with OTA concn of			OTA concn[a] (μgkg^{-1})	
		Stage	Total no.			ND[c]	LOD[d]-LOQ[e]	>LOQ	Mean±SD	Range
Beef cattle	Breeding	Pregnancy	4	2	(50)	2	-	2	1.51±0.43	1.08-1.94
		Lactation	1	1	(100)	-	-	1	1.29	
	Fatting	Calves	3	3	(100)	-	-	3	1.51±0.43	0.95-1.98
		Finishing	7	3	(43)	4	1	2	3.78±3.70	0.63-8.96
Dairy cattle	Breeding	Calves	14	14	(100)	-	-	14	1.66±0.75	0.82-3.57
	Lactation	Drying-off	4	4	(100)	-	-	4	1.56±0.88	0.96-3.07
		Lactation	6	5	(83)	1	1	4	1.62±0.83	1.01-2.83
Swine		Piglets	10	7	(70)	3	5	2	0.53±0.30	0.23-1.08
		Piglets over 5kg	4	4	(100)	-	4	-	0.37±0.13	0.24-0.57
	Beeding	Pregnancy	10	9	(90)	1	7	2	0.46±0.23	0.26-0.84
		Lactations	10	7	(70)	3	5	2	0.61±0.56	0.24-1.70
	Fatting	Growing	24	19	(79)	5	16	3	0.60±0.56	0.25-2.81
Poultry	Layer	Chicken	7	4	(57)	3	2	2	0.79±0.35	0.46-1.34
		Laying	15	13	(87)	2	7	6	0.82±0.56	0.21-2.02
	Broiler	Broiler	18	17	(94)	1	5	12	1.38±0.97	0.27-3.80
	Parents stock	Breeder	1	1	(100)	-	1	-	0.51	-
Dog		Young	9	5	(56)	4	4	1	0.54±0.31	0.29-1.12
		Growing	12	8	(67)	4	3	5	0.90±0.45	0.33-1.68
		Mature	7	5	(71)	2	2	3	1.33±1.20	0.37-3.66
Aqua culture		Aquarium	3	1	(33)	2	1	-	0.53	0.24-2.59
		Cultivation	21	14	(67)	7	10	4	0.67±0.80	0.79-2.59
Others		Duck	3	1	(33)	2	1	-	0.46	-
		Rabbit	1	1	(100)	-	-	1	13.64	-

[a] Samples with OTA concentrations ≥ LOD were used for analyses.
[b] Samples with OTA concentrations ≥ LOD.
[c] ND, Not detected (OTA concentration in sample < 0.200 μgkg^{-1}).
[d] LOD, limit of detection.
[e] LOQ, limit of quantification (OTA concentration in sample = 0.750 μgkg^{-1}).

미사료의 26.4%에서 오크라톡신이 검출되었으며 0.14-12.24 ppb 수준으로 오염된 것으로 조사되었다.[2] 또한 1999년에 영국의 Scudamore 등이 보고한 바에 의하면 사료용 곡물로서 오크라톡신의 오염도는 옥수수글루텐 5%, 밀 17%, 보리 29%, 오트밀 28%이었으며 오염농도범위는 0.15-2.0 ppb 수준으로 조사되었다.[15] 본 연구결과를 국외 조사 자료와 비교해 볼 때 단미사료의 오염농도의 경우 비슷하거나 낮은 수준으로 나타났다.

배합사료에서의 오크라톡신의 오염도

배합사료 시료 중 OTA의 분석 결과를 Table 4에 나타내었다. 고기소 사료 15점 중 9점(60%)의 사료가 OTA에 오염되었고 평균농도는 2.24 ppb 수준이었다. 고기소 번식용 사료의 경우는 평균 1.44 ppb의 오염을 나타내었으며, 비육용의 경우는 2.64 ppb 수준으로 OTA이 오염되어 있었다. 큰소비육전기 사료 1점에서는 최고농도 8.96 ppb의 OTA가 검출되어 평균값이 높게 나타났다.

젖소 사료 24점 중 23점(96%)의 사료에서 1.63 ppb 수준의 OTA가 검출되었다. 젖소 번식용 사료는 평균농도 1.66 ppb 수준으로 오염된 것으로 분석되었으며, 비육용의 경우 오염률이 1.59 ppb로 번식용 사료보다 약간 낮은 수준이었다. 한편, 젖소중송아지 사료에서는 3.57 ppb의 OTA가 검출되어 젖소 사료 중 가장 높은 오염정도를 보였다.

돼지 사료를 분석한 결과는 다음과 같다. 58점 중 46점(79%)의 사료에서 평균농도 0.54 ppb 수준의 OTA가 검출되었으며, 0.23 ppb-2.81 ppb의 오염을 나타내었다. 육성돈전기 사료에서는 2.81 ppb 수준의 OTA가 검출되어 돼지 사료 중 최고농도를 나타내었다. 소 사료와 OTA 평균농도를 비교해볼 때 돼지 사료가 상대적으로 적은양이 오염되어 있었다. 2001년 네덜란드에서 Stoev 등이 보고한 바에 의하면 3개월간 180 ppb의 OTA이 오염된 사료를 섭취한 돼지의 신장에서 반점이 형성되는 등의 신장독성이 보고되었다.[16] 본 오염도 조사결과 오염된 사료의 OTA 평균농도는 낮은 수준이지만 79%의 오염률을 나타내어 낮은 농도수준으로 높은 오염률을 보였다.

닭 사료 41점을 분석한 결과 35점(85%)의 사료가 OTA에 오염되어 있는 것으로 나타났다. 오염의 평균농도는 1.08 ppb 수준이었으며 0.21 ppb-3.80 ppb의 넓은 범위의 오염률을 나타내었다. 그리고 산란용 사료 22점 중 17점에서는 평균농도가 0.81 ppb 수준으로 오염되었으며 육계용 사료 18점 중 17점에서는 1.38 ppb의 농도로 OTA가 검출되었다. 특히, 육계후기 사료에서 3.80 ppb 농도의 OTA가 검출되어 닭 사료 중 최고농도를 나타내었다. 종계 사료 1점에서는 0.51 ppb 농도수준의 OTA가 검출되었다.

한편, 개 사료 28점 중 18점(64%)의 사료에서 평균 0.92 ppb 수준의 OTA가 검출되었으며, 오염된 사료의 농도범위는 0.29 ppb-3.66 ppb 이었다. 개 사료 중 최고농도는 큰개 사료에서 3.66 ppb 수준이었다.

관상어를 포함한 어류용 사료 24점 중 15점(63%)의 사료가 OTA이 오염되어 있었으며, 평균오염농도는 0.66 ppb 수준이었다. 그리고 양어용 사료는 평균농도 0.67 ppb 수준으로 오염되었으며 오염된 사료의 농도범위는 0.79 ppb-2.59 ppb 이었다.

육성오리 사료에서는 3점 중 1점에서 0.46 ppb 수준의

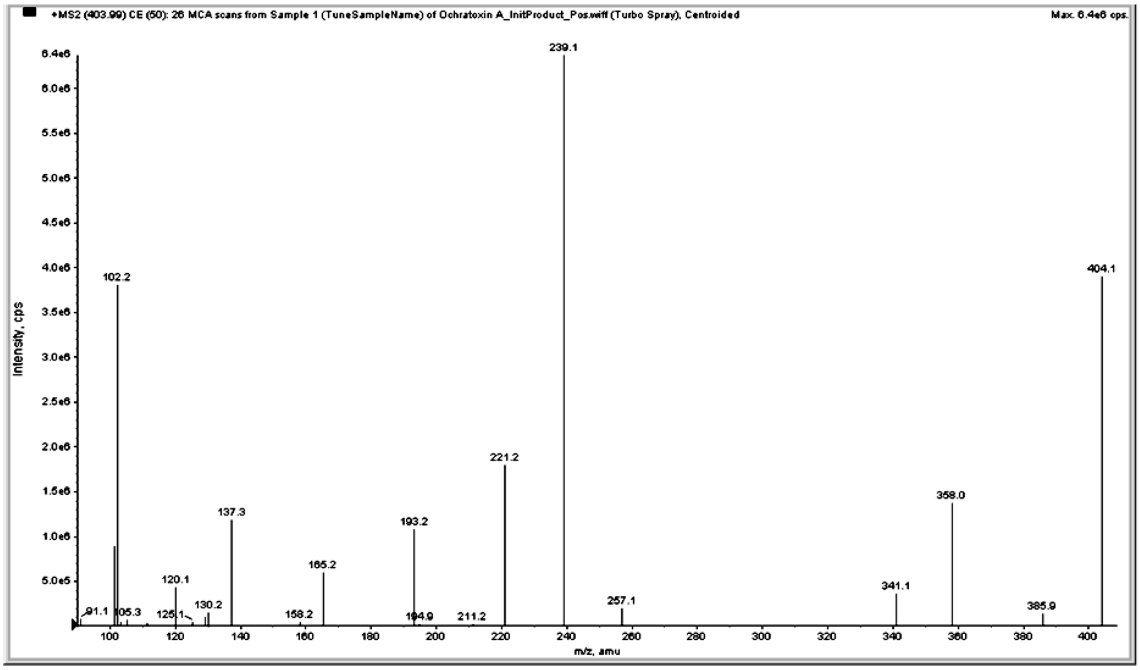

Fig. 4. Fragment ion mass spectrum from the $[M+H]^+$ ion(m/z 404) of ochratoxin A.

OTA가 검출되었고, 특히 육성토끼 사료 1점은 13.64 ppb의 수준으로 오염되었는데 이는 OTA검사 사료 중 가장 높은 오염수준이었다.

한편 OTA의 경우 스페인에서 2004년에 Jaimez 등이 조사한 바에 의하면 배합사료에서 33.3%의 오염률을 보였고 검출범위는 0.42-1.89 ppb 수준으로 조사되었다.[2)]

검출된 오크라톡신의 LC/MS/MS의 확인

검출된 OTA의 MS/MS mass spectrum을 Fig. 4에 나타내었다.

OTA은 *m/z* 404을 나타내었으며 이 이온화한 분자를 MS/MS 모드에서 CID를 수행하였다. 최적의 collision energy(7 eV)를 주었을 때 조각이온(*m/z* 239)이 나타났고 이 조각이온과 OTA(*m/z* 404)을 이용하여 MRM(Multiple Reaction Monitoring) 모드로 분석한 결과 동일한 피크가 나타났다. 이 결과로부터 시료에서 검출된 물질이 OTA와 동일한 물질임을 확인할 수 있었다.

요 약

국내에서 생산된 사료(2006-2007) 중 253점(배합사료 194, 단미사료 59)의 사료에서 오크라톡신의 오염도를 조사하였다. 단미사료 중 OTA오염도는 27%이었고 오염농도는 OTA 0.27-3.39 ppb 수준이었다. 배합사료에서 OTA 오염도가 76%로 나타났으며, 평균 0.21-13.64 ppb 수준의 검출농도로 분석되었다. 모든 사료 중 젖소사료(96%)> 닭사료(85%) > 돼지사료(79%) 순으로 OTA이 오염되어 있는 것으로 나타났으며, OTA평균오염농도는 고기소 사료(2.2 ppb)에서 가장 높았으며, 젖소사료(1.6 ppb), 박류(1.2 ppb) 순으로 감소되는 것으로 나타났다.

감사의 글

이 논문은 2007년도 중앙대학교 우수연구자연구비 지원에 의한 것임.

참고문헌

1. Sofrza, S., Dall'Asta, C., and Marchelli, R.: Recent advances in mycotoxin determination in food and feed by hyphenated chromatographic techniques/mass spectrometry. *Mass Spectrometry* Reviews. **25**, 54-76 (2006).
2. Jaimez, J., Fente, C.A., Franco, C.M., Cepeda, A., and Vazquez, B.I.: A survey of the fungal contamination and presence of ochratoxin A and zearalenone on Spanish feed and raw materials. *J. Sci Food Agric.* **87**, 832-840 (2004).
3. Yiannikouris, A. and Jouany, J.P.: Mycotoxins in feeds and their fate in animals: *Review. Anim. Res*. **51**, 81-99 (2002).
4. 박성국, 권기성, 김미애, 정소영, 장귀현, 남태희, 이종옥, 김명철: HPLC를 이용한 전통식품 중 오크라톡신 A 오염도 조사. *Korean J. Food Sci. Technol.* **36**,158-161 (2004).
5. Marquardt, R.R. and Frohlich, A.A.: A review of recent advances in understanding ochratoxicosis. *J. Anim. Sci*. **70**, 3968-3988 (1992).
6. Hohler, D.: Ochratoxin A in food and feed occurrence, legislation and mode of action. *Z. Ernahrungswiss.* **37**, 2-8 (1998).
7. Betina, V.: Ochratoxins and related dihydroisocoumarins. In *Mycotoxins, Chemical, Biological and Environmental Aspects*, fifth Ed. Elsevier, Amsterdam-Oxford-New York-Tokyo. pp 161-163 (1989).
8. Verma, J., Johri, T.S., Swain, B.K., and Ameena, S.: Effect of graded levels of aflatoxin, ochratoxin and their combinations on the performance and immune response of broilers. *British Poultry Science.* **45**, 512-518 (2004).
9. Rizzo, A., Eskola, M., and Atroshi, F. Ochratoxin A in cereals, foodstuffs and human plasma. *Eur. J. of Plant Patholoy.* **108**, 631-637 (2002).
10. 농림부: 사료관리법령집. pp. 222-231 (2005).
11. 이홍구: 월간 사료산업. **4**, 113 (2004)
12. Entwisle, A.C., Williams, A.C., Mann, P.J., Russell, J., and Slack, P.T.: Combined phenyl silane and immunoaffinity column cleanup with liquid chromatography for determination of ochratoxin A in roasted coffee : collaborative study. *J. AOAC int.* **84**, 2 (2001).
13. Ministry of Agriculture, Fisheries and Food (MAFF): Survey of aflatoxins and ochratoxin a in cereals and retail products. MAFF UK Food Surveillance Information Sheet. No.130 (1997)
14. Castegnaro, M., Tozlovanu, M., Wild, C., Molinie, A., Sylla, A., and Pfohl-Leszkowicz, A.: Advantages and drawbacks of immunoaffinity columns in analysis of mycotoxins in food. *Mol. Nutr. Food Res*. **50**, 480-487 (2006).
15. Scudamore, K.A., Hetmanski, M.T., Nawaz, S., Naylor, J., and Rainbird, S.: Determination of mycotoxins in pet foods sold for domestic pets and wild birds using linked-column immunoassay clean-up and HPLC. Food Add Contam. **14**, 175-186 (1997).
16. Stoev, S.D., Vitanov, S., Anguelov, G., Petkova-Bocharova, T., and Creppy, E.E.: Experimental Mycotoxic Nephropathy in Pigs Provoked by a Diet Containing Ochratoxin A and Penicillic Acid. *Veterinary Research Communications.* **25**, 205-223 (2001).