

주류의 오크라톡신 모니터링

이준구 · 강영운 · 정지혜¹ · 노미정¹ · 안은숙¹ · 이광호 · 김미혜*

식품의약품안전평가원 식품위해평가부, ¹경인지방식품의약품안전청 유해물질분석과

Monitoring of Ochratoxin in Alcoholic Beverages

Joongoo Lee, Youngwoon Kang, Jihye Jeong¹, Mijung Noh¹, Ensook Ahn¹, Kwangho Lee, and Meehye Kim*

Food Safety Evaluation Department, National Institute of Food & Drug Safety Evaluation

¹Hazardous Substances Analysis Division, Gyeongin Regional KFDA

Abstract This research was conducted to monitor ochratoxin A in wine, beer, *makgeolli* and fermented alcoholic beverages to estimate the exposure to ochratoxin A in the assorted alcoholic beverages. The analytical method for ochratoxin A was based on immuno-affinity column clean up followed by HPLC-FLD. Ochratoxin A was detected in 30 samples of 177 wine (17%), 25 samples of 106 beer (23.6%), 11 samples of 74 *makgeolli* (14.9%), and 7 samples of 74 fermented alcoholic beverages (9.5%). The average levels of ochratoxin A were 0.039 ng/mL in wine, 0.010 ng/mL in beer, 0.023 ng/mL in *makgeolli*, and 0.014 ng/mL in fermented alcoholic beverages. The daily dietary exposure level of ochratoxin A estimated by using the report on national health and nutrition survey were 0.039 ng/b.w.day from wine, 0.010 ng/b.w.day from beer, 0.023 ng/b.w.day from *makgeolli*, and 0.014 ng/b.w.day from fermented alcoholic beverage.

Keywords: alcoholic beverage, Ochratoxin, monitoring

서 론

오크라톡신 A는 *Aspergillus ochraceus*와 *Penicillium verrucosum*에 의해 주로 생성되는 곰팡이독소로서 L-phenylalanine과 iso-coumarin 카르복실산의 아마이드 결합체이며, 오크라톡신 A, B, C, 4-hydroxy-ochratoxin A등 17종의 동족체가 알려져 있다(1). 이 중 가장 독성이 강한 오크라톡신 A는 동물에게 신경독성, 간독성, 면역독성이 있는 것으로 알려져 있으며, 인간에게 신장암을 유발하는 것으로 알려져 있다(2). 오크라톡신 A의 독성 기전은 Phenylalanine을 포함하고 있는 구조적 특성 때문에 단백질 합성과 관련된 phenylalanyl tRNA 합성효소가 오크라톡신 A를 L-phenylalanine으로 오인하여 기질-효소 복합체를 형성하게 되어 단백질, DNA, RNA 대사에 전반적으로 영향을 미쳐서 발생한다(3). 발칸반도 지역 주민들에게서 자주 나타나는 신장염과 같은 만성 풍토병의 원인물질로 의심받고 있는 오크라톡신 A는 국제 암 연구소(IARC, International Agency for Research on Cancer)로부터 1993년 인체발암가능물질인 Group I으로 분류되었다(4). 오크라톡신 A는 보리, 밀, 귀리, 콩, 땅콩 등의 곡류와 건포도를 포함한 건조과일류, 향신료에서 발견되어지며, 유럽을 중심으로 많은 연구가 이루어져 왔고(5-10), 최근 몇 년 동안 우리나라에서도 식품 중 오크라톡신 A에 관한 연구가 많이 이루어져 왔다(11-13). 또

한 와인 및 맥주, 과실주 및 약주 등에서 오크라톡신 A가 검출된다는 보고가 있으나(14), 아직까지는 그 연구 수준이 미비하여, 이들에 대한 체계적인 오염실태 조사가 필요하다.

오크라톡신 A에 대해 대부분의 국가에서 5 ng/mL을 허용농도로 규제하고 있으며, 곡류에서 3-50 ng/mL 및 사료에서 5-300 ng/mL의 기준을 설정하고 있다(15). 우리나라에서는 곡류 및 그 단순가공품에 5 µg/kg, 커피콩 및 볶은 커피에서 5 µg/kg, 인스턴트 커피에서 10 µg/kg, 메주에서 20 µg/kg, 고춧가루에서 7 µg/kg, 포도주스, 포도주에서 2 µg/kg, 건포도에 대해 10 µg/kg의 기준을 설정하여 관리하고 있다. EU에서는 와인에 대해 2.0 ng/mL을 설정하여 관리하고 있다. 특히 제30차 Codex alimentarius commission (2007)에서 와인의 오크라톡신 A 오염을 예방하고 줄이는 규약이 채택되기도 하는 등 국제적으로 와인의 안전 관리에 많은 노력을 기울이고 있다.

재료 및 방법

실험재료 및 시약

본 연구를 위해 와인의 경우 프랑스(72건), 칠레(41건), 미국(30건), 이탈리아(11건) 및 기타 국가에서 생산된 와인을 포함하여 총 177건 수집하였다. 맥주의 경우는 한국 생산맥주 23건, 독일 생산맥주 19건, 미국 생산맥주 9건, 중국 생산맥주 9건 등 20개 국 총 106건을 수집하였다. 막걸리 및 과실주, 약주는 서울, 대전, 대구, 부산, 광주, 강릉, 제주 7개 대도시를 중심으로 한 7개 권역을 중심으로 각각 74건을 수집하였다.

표준품은 오크라톡신 A(Supelco, Bellentoe, PA, USA)를 사용하였으며, 시약은 완충용액을 위한 PBS tablet(Phosphate buffer solution, Supelco, Belleonte, PA, USA), PEG(Supelco, Belleonte, PA, USA), sodium bicarbonate(99.7%, sigma, St. Louis, MO, USA),

*Corresponding author: Meehye Kim, Food Safety Evaluation Department, National Institute of Food & Drug Safety Evaluation, Cheongwon, Chungbuk 363-951, Korea

Tel: 82-43-719-4251

Fax: 82-43-719-4250

E-mail: meehkim@korea.kr

Received June 15, 2011; revised December 30, 2011;

accepted January 1, 2012

acetonitrile(J.T.Baker, HPLC grade, Philipsburg, NJ, USA)과 methanol(J.T.Baker, HPLC grade, Philipsburg, NJ, USA)을 사용하였다. 정제과정 중 사용한 immuno-affinity column은 Vicam(Milford, MA, USA)의 칼럼을 사용하였다. 추출액의 여과지는 Whatman(Maidstone, Kent, UK)의 filter paper #41과 GF/A glass filter를 사용하였다.

표준품 제조 및 검량선 작성

오크라톡신 A 표준품은 benzene-acetic acid(99:1, v/v) 용액에 50 µg/mL로 만들어 냉동보관하며 사용하였으며, 표준용액은 HPLC 이동상으로 희석하여 사용하였다. 검량선은 4개의 농도에 대해 3회씩 측정하여 작성하였다.

Linear Fit ax+b

$$a=0.000205301$$

$$b=0.0866911$$

$$\text{Goodness of fit } (r^2): 0.999792$$

기기분석

주류의 오크라톡신 A 분석을 위해 JP/NANOspace SI-2 HPLC-FL(Shiseido, Tokyo, Japan)을 이용하였으며, 오크라톡신 A의 검출은 표준액과 시료의 머무름 시간을 비교하여 확인하였다. 또한 LC/MS/MS는 US/API4000(Applied Biosystem, Foster City, CA, USA)을 이용하여 최종적으로 확인하였다(Table 1, 2).

주류의 오크라톡신 분석법

와인의 경우 AOAC(15)의 분석법을 이용하였다. 시료 10 mL을 100 mL 정용 flask에 넣고 10 mL 희석용액(1% PEG+5% NaHCO₃, pH 8.3)으로 희석하고 30분간 shaking한 후, glass filter로 여과하였다. 여과액 중 10 mL을 immuno-affinity column에 10 mL loading 하였으며, washing 용액(2.5% NaCl+0.5% NaHCO₃, pH 8.1)과 중류수 각각 5 mL로 세척하고, 메탄올 2 mL로 용출하였다. 이후 감압 농축하고 1 mL 이동상으로 녹인 후 0.2 µm filter로 여과

하여 시험용액으로 하였다. 회수율은 92%였으며, 검출한계(LOD)와 정량한계(LOQ)는 각각 0.0024, 0.0048 ng/mL 이었다.

맥주의 경우 AOAC(16)의 분석법을 이용하여 시료 20 mL을 100 mL 정용 flask에 넣고 20 mL 희석용액으로 희석하였으며, 와인과 같은 방법으로 여과한 후 immuno-affinity column에 30 mL을 loading 하였다. 이후 와인과 같은 방법으로 시험용액을 조제하였다. 회수율은 95%였으며, 검출한계(LOD), 정량한계(LOQ)는 각각 0.0085, 0.017 ng/mL이었다.

막걸리의 경우 문헌에 보고된 분석법(17)을 사용하였다. 시료 10 mL을 500 mL 정용 flask에 넣고 3% sodium bicarbonate 90 mL을 첨가하여 3분간 균질화하고 Whatman #41 여과지로 여과한 후(흔탁 시 Whatman GF/A로 재여과) immuno-affinity column에 40 mL을 loading 하였다. PBS(Phosphate buffer solution)와 중류수 각각 10 mL로 세척하고 메탄올 2 mL로 용출한 후 김암농축하고 1 mL 이동상으로 녹여 0.2 µm filter로 여과하여 시험용액으로 하였다. 회수율은 97%였으며, LOD, LOQ는 각각 0.023, 0.048 ng/mL이었다.

과실주 및 약주의 경우 문헌에 보고된 분석법(17)을 사용하였으며, 시료 10 mL을 PBS 90 mL로 희석하고 정제 시 immuno-affinity column에 40 mL을 loading 하였으며, 이후 과정은 막걸리의 방법으로 하였다. 회수율은 89%였으며, LOD, LOQ는 각각 0.047, 0.094 ng/mL이었다.

안전성 평가

주류의 오크라톡신 A의 안전성을 평가하기 위해 주류의 종류별 오크라톡신 A 평균 오염량을 산출하고, 2005년 한국 국민건강영양조사의 주류별 1인 1일 섭취량을 통해 주류별 1인 오크라톡신 A의 일일섭취추정량(EDI: estimated daily intake)을 계산하였으며, 주류의 연령별 섭취량을 근거로 연령에 따른 주류 섭취 특징을 파악하고, 제외국의 일일섭취한계량(TDI: tolerable daily intake)을 통해 안전성 평가를 하였다.

결과 및 고찰

분석법 개선

AOAC를 비롯한 공인분석법 및 각종 문헌에 보고된 분석방법에 의하면 표준용액의 조제시 Toluene-Acetic acid(99+1,v/v) 또는 Benzene-Acetic acid(99+1, v/v) 용액으로 표준원액을 조제하고, 표준원액을 2-10 µg/mL의 농도로 희석한 후 질소농축 후 HPLC 이동상으로 다시 녹여 용매치환의 과정을 거치게 되어있다. 하지만 이런 용매의 치환과정에 번거로움이 있어, 두 용매가 모두 잘 섞이는 Acetonitrile을 이용하여 표준원액을 바로 희석하여 사용하면 더욱 편리하게 표준용액을 만들 수 있었다.

주류별 모니터링 결과

와인 177건을 모니터링 한 결과 30건에서 오크라톡신 A가 0.0091-0.91 ng/mL, 평균 0.21 ng/mL로 검출되었으며, 국가별 검출량은 프랑스산 와인이 0.24 ng/mL, 이탈리아산 와인이 0.091 ng/mL, 칠레산 와인이 0.46 ng/mL의 평균 검출량을 보였다(Table 3).

와인의 종류에 따른 검출율을 살펴보면 red 와인은 143건 중 26건이 검출되어 18.2%의 검출율로서, 평균 0.26 ng/mL의 검출량을 보였다. 반면 white 와인은 34건 중 4건이 검출되어 11.8%의 검출율로서, 평균 0.012 ng/mL의 검출량을 보였다(Table 4).

와인의 포도 품종별 검출율을 살펴보면 총 18종의 품종 중 Cabernet sauvignon 품종으로 만든 와인에서 37건 중 6건(16%),

Table 1. Analytic conditions of LC/MS/MS

	Q1	Q3	DP	CE	CXP
	239.10	61	35	4	
404.2	261.00	61	21	8	
	358.10	61	27	6	

Table 2. Analytic conditions of instruments

		Parameter	Value
HPLC-FL	injection volume	20 µL	
	detector	FLUoroscence	
	column	Shiseido Capcell-pak C18, MGII	
	flow rate	1 mL/min	
	mobile phase	ACN:D.W.:acetic acid 99 : 99 : 2	
LC/MS/MS	Ionize mode	ESI positive	
	IS	4500 eV	
	Mobile Phase	ACN:D.W.:Formic acid 95 : 95 : 1	
	EP	10 eV	
	operation mode	MRM	

Table 3. Analytical results of wine

Country	Analyzed sample	Positive sample	Range (ng/mL) (mean)	
			LOD-LOQ	LOQ 이상
France	72	25	-	0.0091-0.91 (0.24)
Chile	41	1	-	0.46
USA	30	0	-	-
Italy	11	4	-	0.010-0.27 (0.091)
Australia	8	0	-	-
Korea	4	0	-	-
South Africa	4	0	-	-
Argentina	5	0	-	-
Morocco	2	0	-	-
Total	177	30	-	0.0091-0.91 (0.21)

Table 4. Occurrence of ochratoxin A in wine by color

Color	Analyzed sample	Positive sample	Percent (%)	Mean (ng/mL)
Red	143	26	18.2	0.26
White	34	4	11.8	0.012

Table 5. Occurrence of ochratoxin A in wine by grape

Grape	Analyzed sample	Positive sample	Percent (%)
Cabernet Sauvignon	37	6	16
Malbec	3	1	23
Merlot	25	5	20
Chardonnay	13	1	8
Montepuiciano/Moscato	1/1	1/1	100
Unlabeled wine	55	25	45

Malbec 품종의 와인이 3건 중 1건(33%), Merlot 품종의 와인이 25건 중 5건(20%)의 검출율을 보였다. 그리고 포도품종이 표시되지 않은 와인에서 55건 중 25건(45%)의 검출율을 보였다(Table 5).

이미 알려진 바와 같이 red wine의 white wine 보다 높은 검출율과 검출량을 보였으며, 특히 검출국가를 볼 때 유럽의 지중해 연안국의 수입와인에서 오크라톡신 A의 검출이 높은 것을 알 수 있었다(18).

맥주의 경우 20개국 106건을 모니터링 하였으며, 0.017-0.052 ng/mL, 평균 0.028 ng/mL 검출량을 보였다. 국내산 맥주는 검출율 4% 이었고, 국가별 검출율을 살펴보면 네덜란드, 미국, 독일이 각각 66.7%, 44.4%, 36.8%의 검출율을 보였으며, 평균 검출량은 0.024, 0.023, 0.024 ng/mL이었다(Table 6).

막걸리의 경우 제주도지역 생산에서 2건 중 2건 모두 검출되었으며, 부산/경남, 대전/충청, 광주/전라지역 생산에서 각각 29.4, 16.7, 15.4%의 검출율을 보였다. 또한 검출량은 각각 0.19-0.22, 0.05-0.21, 0.08, 0.07-0.57 ng/mL의 검출수준을 보였다. 과실/약주의 경우는 광주/전라지역 생산에서 26.3%, 대전/충청, 대구/경북 지역 생산에서 각각 8.3, 7.7%의 검출율을 보였으며, 검출량은 0.11-0.19L, 0.21, 0.27 ng/mL의 검출수준을 보였다(Table 7). 오크라톡신 A의 경우 막걸리와 과실/약주의 검출현황을 살펴볼 때 제주도, 광주/전라, 부산/경남 지역의 주류에서 많이 검출되는 등 남쪽지역에서 생산된 주류에서 오크라톡신 A가 상대적으로 많이

Table 6. Analytical results of beer

Country	Analyzed sample	Positive sample	Range (ng/mL) (mean)	
			LOD-LOQ	LOQ 이상
Korea	23	3	1	0.017, 0.019
China	7	1	-	0.037
Belgium	6	0	-	-
Germany	19	7	3	0.017-0.29 (0.024)
Mexico	3	0	-	-
Czech	2	0	-	-
USA	9	4	2	0.021, 0.024 (0.023)
Holland	6	4	1	0.018-0.028 (0.024)
Australia	6	0	-	-
Ireland	1	0	-	-
Philippines	3	1	-	0.028
Austria	3	1	-	0.038
Canada	5	2	1	0.052
India	1	-	-	-
Singapore	2	-	-	-
Japan	6	2	2	-
North Korea	1	-	-	-
Italy	1	-	-	-
France	1	-	-	-
Argentina	1	-	-	-
Total	106	25	10	0.017-0.052 (0.028)

Table 7. Analytical results of makgeolli

City	Analyzed sample	Positive sample	Range (ng/mL) (mean)	
			LOD-LOQ	LOQ 이상
Seoul	13	0	-	-
Daejeon	12	2	1	0.081
Daegu	13	0	-	-
Busan	17	5	1	0.054-0.21 (0.12)
Gwangju	13	2	-	0.069-0.57
Gangneung	4	0	-	-
Jeju	2	2	-	0.19-0.22
Total	74	11	2	0.054-0.57 (0.18)

검출된 것을 볼 수 있다. 이는 고온 다습한 지역에서 오크라톡신 A가 잘 생성되는 특징을 볼 수 있으며, 특히 한국의 경우 기후적으로 여름에 장마철이 있어, 고온다습한 환경이 만들어지므로, 이를 지역에 대한 지속적인 모니터링을 통해 오염수준을 파악할 필요가 있다.

주류의 오크라톡신 1일 섭취추정량

한국보건사회연구원에서 수행한 제3기 국민건강영양조사(2005)를 통해 주류의 1인 1일 평균 섭취량을 살펴보면 와인의 경우 한국에서 0.4 mL의 평균섭취량을 보였으며, 남자와 여자의 경우 각각 0.3, 0.5 mL의 평균섭취량을 보였다. 맥주의 경우는 전국 30.3 mL의 평균섭취량을 보였으며, 남자, 여자의 경우 각각 41.3, 19.2 mL의 섭취량을 보였다. 맥주의 경우 남자와 여자의 섭취량

Table 8. Analytical results of fermented alcoholic beverages

city	Analyzed sample	Positive sample	Range (ng/mL) (mean)	
			LOD-LOQ	LOQ 이상
Seoul	4	0	-	-
Daejeon	12	1	-	0.21
Daegu	13	1	-	0.27
Busan	9	0	-	-
Kwangju	19	5	2 (0.14)	0.11-0.19
Kangreng	11	0	-	-
Jeju	6	0	-	-
Total	74	7	2 (0.18)	0.11-0.27

Table 9. Average intake of alcoholic beverages per day

Alcoholic beverages	Intake (mL)		
	Total	Men	Women
Wine	0.4	0.3	0.5
Beer	30.3	41.3	19.2
<i>Makgeolli</i>	8.1	15.5	0.8
Fermented alcoholic beverage	0.3	0.4	0.2

Table 10. EDI of ochratoxin A in alcoholic beverages

Alcoholic beverages	Mean (ng/mL)	Ochratoxin A PDI (ng/b.w.kg/day)		
		Total	Men	Women
Wine	0.039	0.00025	0.00018	0.00034
Beer	0.010	0.0049	0.0062	0.0034
<i>Makgeolli</i>	0.023	0.0030	0.0053	0.00032
Fermented alcoholic beverage	0.014	0.000068	0.000084	0.000049

에서 많은 차이를 보였으며, 특히 맥주의 경우 총 1인 1일 섭취 식품 중 4위를 차지하였으며, 20대의 경우 섭취량이 102.6 mL로 섭취량 2위를 보였다. 막걸리의 경우 전국 8.1 mL, 남자 15.5 mL, 여자 0.8 mL의 평균 섭취량을 보였으며, 과실주, 약주의 경우 전국 0.3 mL, 남자 0.4 mL, 여자 0.2 mL의 평균 섭취량을 보였다 (Table 9).

주류를 통한 오크라톡신 A의 일일 섭취 추정량(EDI)은 평균 오크라톡신 A 함량(ng/mL)을 1인 1일 주류 섭취량(mL)으로 곱한 후 평균 몸무게(b.w. kg)로 나누어서 계산하였으며, 평균 몸무개는 한국산업자원부 기술표준원 한국인 인체치수 조사자료(2004)를 참고하여, 평균 62 kg, 남자 67 kg, 여자 57 kg을 사용하였다. 이렇게 계산된 값에 의한 주류에 의한 오크라톡신 A 일일 섭취 추정량(EDI)은 0.0082 ng/b.w.kg/day로서 와인이 0.00025 ng/b.w.kg/day, 맥주 0.0049 ng/b.w.kg/day, 곡주(막걸리) 0.0030 ng/b.w.kg/day, 과실/약주 0.000068 ng/b.w.kg/day였다 (Table 10).

주류의 오크라톡신 A 안전성 평가

한국인의 식품에 의한 오크라톡신 A 일일 섭취 추정량이 0.397 ng/b.w.kg/day(14)임을 감안하면 주류를 통한 오크라톡신 A 노출량은 0.2%이며, 주류의 종류별로 와인, 맥주, 곡주(막걸리), 과실주 및 약주는 각각 0.06, 1.2, 0.8, 0.02%의 노출량임을 알 수 있다. EU에서 권고하는 오크라톡신 A 1일 섭취 한계량(TDI)가 5 ng/b.w.day 임을 감안하면 식품 중 주류가 차지하는 비율이 4.5%

임을 감안하면 주류를 통해 섭취하는 오크라톡신 A의 양이 EU 권고 TDI값의 4.5%인 0.2 ng/b.w.day에 비하여 훨씬 적은 양으로 나타나 안전한 것으로 판단된다.

요약

본 연구를 통해 주류 중 와인, 맥주, 곡주(막걸리), 과실주 및 약주의 오크라톡신 A 오염 실태를 조사하였으며, 와인은 0.21 ng/mL, 맥주는 0.028 ng/mL, 곡주(막걸리)는 0.18 ng/mL, 과실주 및 약주는 0.18 ng/mL의 평균 검출량을 보였으며, EU에서 설정하고 있는 기준인 2.0 ng/mL보다 훨씬 낮은 수준이었다. 하지만 우리나라의 기후와 지역의 특성을 고려하여 고온 다습한 남쪽 지역에서 생산되는 주류의 오크라톡신 A에 대한 오염 실태 조사가 조금 더 이루어져야 할 것으로 생각된다. 또한 주류를 통한 오크라톡신 A의 섭취 추정량 0.0008 ng/b.w.day는 EU에서 권고하는 오크라톡신 A 일일 섭취 한계량(TDI) 중 주류를 통해 섭취하는 오크라톡신 A의 TDI값의 4.5%인 0.2 ng/b.w.day에 비하여 훨씬 적은 양으로 우리나라 주류에 의한 오크라톡신 A에 대하여 안전하다고 판단된다.

문헌

- Van der Merwe KJ, Steyn PS, Fourje S, Scott DB, Theron JJ. Ochratoxin A, a toxic metabolite produced by *Aspergillus ochraceus* Wilh. Nature 205: 1112-1113 (1965)
- Lau BPY, Scott PM, Lewis DA, Kanhere SR. Quantitative determination of ochratoxin A in by liquid chromatography/electrospray tandem mass spectrometry. J. Mass Spectrom. 35: 23-32 (2000)
- Krogh. Role of ochratoxin A in disease causation. Food Chem. Toxicol. 10: 213-244 (1992)
- Casegnaro M, Wild CP. IARC activities in mycotoxin research. Nat. Toxins 3: 327-331 (1995)
- Park JW, Choi SY, Hwang HJ, Kim YB. Fungal mycoflora and mycotoxins in Korean polished rice destined to humans. Int. J. Food Microbiol. 103: 305-314 (2005)
- Yoshiko SK, Masahiro N, Setsuko T, Eiichi I, Toshitsugu T, Hiroko N, Yoshinori I, Koji A, Kazuhiro F, Shigeni K, Susumu K. Occurrence of aflatoxins, ochratoxin A, and fumonisins in retail foods in Japan. J. Food Protect. 69: 1365-1370 (2006)
- Sangare TB, Bem AA, Kouadio HJ, Betbeder AM, Dano DS, Moukha S, Creppy EE. Preliminary survey of ochratoxin A in millet, maize, rice and peanuts in Coted'Ivoire from 1988 to 2002. Hum. Exp. Toxicol. 25: 211-216 (2006)
- Czerwiechi L, Czajkowska D, Witkowska GA. On ochratoxin A and fungal flora in polish cereals from conventional and ecological farms. Part 2: Occurrence of ochratoxin A and fungi in cereals in 1998. Food Addit. Contam. 19: 1051-1057 (2002)
- Birzele B, Prange A, Kramer J. Deoxynivalenol and ochratoxin A in German wheat and changes of level in relation to storage parameters. Food Addit. Contam. 17: 1027-1035 (2000)
- Fazekas B, Tar AK, Zomborszky KM. Ochratoxin A contamination of cereal grains and coffee in hungary in the year 2001. Acta Vet. Hung. 50: 177-188 (2001)
- Park JW, Kim EK, Shon DH, Kim YB. Natural co-occurrence of aflatoxin B1, fumonisin B1, and ochratoxin A in barley and corn foods from Korea. Food Addit. Contam. 19: 1073-1080 (2002)
- Park SK, Kwon KS, Kim MH, Jeong SY, Jang GH, Nam TH, Lee JO, Kim MC. Survey of ochratoxin A in cereal-based Korean traditional foods by HPLC. Korean J. Food Sci. Technol. 36: 158-161 (2004)
- Park JW, Chung SH, Kim YB. Ochratoxin A in Korean food commodities: Occurrence and safety evaluation. J. Agr. Food Chem. 53: 4637-4642 (2005)
- Chung SH, Lee KH. Occurrence of mycotoxins in food. The annual report of KFDA. 10: 673-674 (2006)

15. Keith AS, Susan P, Victor B. Surveillance of stored grain from the 1997 harvest in United Kingdom for ochratoxin A. *Food Addit. Contam.* 16: 281-290 (1999)
16. Angelo V, Michelangelo P, Gianluca C. Determination of ochratoxin A in wine and beer by immunoaffinity column cleanup and liquid chromatographic analysis with fluorometric detection. Colaborative study. *J. AOAC Int.* 84: 1818-1827 (2001)
17. Park JW. Revision of the analysis of *makgeolli* for ochratoxin A. *Korean J. Food Sci. Technol.* 38: 140-142 (2006)
18. Rousseau J. Ochratxin A in wines: Current knowledge. *Vinidea.net Wine Internet Tech. J.* 5: 1-5 (2004)