

< Original Article >

돼지고기에서 7종 mycotoxins 잔류실태 조사

김연주* · 김미란 · 최태석 · 김영섭 · 이주형

서울특별시보건환경연구원

Monitoring of 7 mycotoxins in pork

Yoen-Joo Kim*, Mi-Ran Kim, Tae-Suk Choi, Young-Seob Kim, Ju-Hyoung Lee

Seoul Metropolitan Government Research Institute of Public Health and Environment, Gwacheon 427-070, Korea

(Received 30 July 2013; revised 2 December 2013; accepted 10 December 2013)

Abstract

This study was conducted to determine the content of 7 mycotoxins (aflatoxin B₁, B₂, G₁, G₂, M₁, ochratoxin A and zearalenone) using LC-MS/MS in pork available on the Korean markets. The analysis was carried out using following conditions; C₁₈ column (2.1×100 mm, 1.7 μm), mobile phase composed of H₂O (0.1 mM NH₄Ac 0.01% HCOOH) : Methanol (0.1 mM NH₄Ac 0.01% HCOOH), binary pump at a flow rate of 0.5 mL/min and 2 μL of injection volume, MS/MS detector with ESI positive and negative mode. The quantification of mycotoxins was based on matrix-matched calibration curves with a correlation coefficient in excess of 0.99 for the 7 mycotoxins. The detection limits were ranged 0.74~2.13 ng/g, with mean recoveries between 73.10~97.46% except aflatoxin B₁ (61.31%). We also monitored mycotoxin residues in 208 pork samples. The test results, mycotoxins were not found except one sample. Ochratoxin A in one sample of the test samples was detected below the quantification limit.

Key words : Mycotoxin, Pork, Monitoring, LC-MS/MS

서 론

곰팡이독소는 곰팡이가 생산하는 2차 대사산물로 사람과 가축에게 질병을 일으키며, 곡류, 견과류, 사료 및 곰팡이가 번식하기 쉬운 식품에서 주로 생성된다. 지금까지 알려진 곰팡이독소는 300여 종으로 이들 중 대부분은 *Aspergillus*속, *Fusarium*속, *Penicillium*속 곰팡이독소로 분류되며(식품의약품안전청, 2010), 이 물질들은 곰팡이 종류, 식물의 종류, 온도, 습도, 해충과 같은 생태적 조건에 따라 생성요인이 달라진다(Frenich 등, 2011). 이 중 주로 문제가 되는 곰팡이독소로는 아플라톡신, 오크라톡신, 제랄레논 등이 있다. 아플라톡신은 *Aspergillus flavus*, *A. parasiticus*, *A. nomius* 등에 의해 생성되는 독소로 자연독 중 가장 독성이 강한 발암물질로 알려져 있고 International Agency

for Research on Cancer (IARC)에서 Group 1로 분류하고 있으며 주로 간장독을 일으킨다. 아플라톡신 B₁의 대사산물인 아플라톡신 M₁과 *A. ochraceus*, *Penicillium verrucosum*, *A. carbonarius* 등에 의해 생성되는 오크라톡신 A는 Group 2B로 분류하고 있으며 오크라톡신 A는 주로 신장병변을 일으킨다(Songsermsakul과 Razzazi-Fazeli, 2008). *Fusarium graminearum*, *F. culmorum* 등의 곰팡이에 의해 생성되는 제랄레논은 상대적으로 낮은 독성임에도 체내에서 에스트로겐 활성을 나타내어 가축에서 과에스트로겐혈증 등 생식기능에 심각한 영향을 끼치며, Group 3로 분류된다(Songsermsakul과 Razzazi-Fazeli, 2008; Zöllner 등, 1999).

이처럼 곰팡이독소는 종류가 많고, 물리화학적 성질도 다양하며 검출농도가 극소량이기 때문에 분석법에서 민감도, 선택성, 정밀도 등을 개선하며 다양한 방법들을 사용해왔다. Screening method로 enzyme

*Corresponding author: Yoen-Joo Kim, Tel. +82-2-570-3446, Fax. +82-2-570-3043, E-mail. lunar725@seoul.go.kr

linked immunosorbent assay (ELISA)법, thin layer chromatography (TLC)법을 사용해왔고, gas chromatography (GC), high performance liquid chromatography (HPLC)로 정량을 해왔으나 GC-ECD (electron capture detector) 같은 경우 유도체화과정이 필요하였다(Songsermsakul과 Razzazi-Fazeli, 2008). ELISA법 같은 경우는 신속한 screening method이지만 위양성 결과가 나올 경우가 있고, 확인검사가 필요하다는 단점이 있으며, 다양한 검출기를 사용할 수 있는 HPLC는 식품과 사료 내의 곰팡이독소 분석에 있어 중요한 역할을 해왔으나, 곰팡이독소의 화학적 성질에 따라서 검출기를 달리 선택해야 하는 단점이 있어 동시분석에 어려움이 있다. 또한, 시료 전처리방법 중 하나인 고체상추출법(solid phase extraction, SPE)으로 정제과정을 거치는데 주로 immunoaffinity column (IAC)이나 multifunctional cartridge (Mycosep 226) 등이 사용됐다. 최근에는 민감도와 선택성이 높은 질량분석기를 이용하여 다양한 곰팡이독소에 대한 동시분석이 이루어지고 있어 많은 연구자가 정제과정 없이 다양한 분석물질의 용량을 증가시키기 위해 추출액을 그대로 주입하는 방법을 사용하기도 한다(Beltrán 등, 2011).

오염된 식품이나 사료를 통해서 사람과 가축에게 위해를 끼치고 있는 곰팡이독소에 대하여 많은 나라가 오염을 최소화하기 위해 식품에 대한 검사를 하고 있고 허용기준을 정하여 규제하고 있다. 국내 곰팡이독소에 관한 잔류허용기준을 살펴보면 주로 오염도가 높은 곡류, 견과류, 장류, 옥수수, 영유아식품에 대해서 기준이 설정되어 있고, 축산물에 대해서는 aflatoxin M₁만 우유류에 대하여 0.50 µg/kg 이하, 조제분유, 조제우유 등의 조제유류와 영아용 조제식 등 특수용도식품 중 유성분 함유제품에 대하여 0.025 µg/kg 이하로 설정되어 있다(식품의약품안전처, 2013). 이는 아플라톡신 M₁이 아플라톡신 B₁의 대사체로 주로 원유로 배출되기 때문인데 Herzallah (2009)의 연구결과를 보면, 요르단 내에서 유통되는 소고기, 양고기, 염소고기와 수입 소고기에 대한 아플라톡신 분석에서 미량이지만 아플라톡신 M₁이 검출된 결과가 있어 이번 연구에 포함했다.

사람이 곰팡이독소에 노출되는 주 경로는 오염된 곡식이나 말린 과일, 견과류 등이지만, 또 다른 경로로 식육, 우유, 식용란과 같은 동물유래식품의 경우가 있고(Songsermsakul과 Razzazi-Fazeli, 2008) 고온다습한 기후변화와 높은 수입사료 의존도로 인하여 우리나라도 곰팡이독소 오염문제가 대두하고 있다.

일반적으로 반추동물은 곰팡이독소의 영향에 많은 저항성을 가지고 있다고 알려졌으며, 단위동물 중 돼지의 경우는 곰팡이독소에 가장 예민한 동물 중 하나로(Lee 등, 2002) Huff 등(1988)의 연구결과를 보면, 대조구와 비교하여 돼지에 있어서 아플라톡신과 오크라톡신 A에 대한 반응을 평가하였는데 아플라톡신, 오크라톡신 A 및 두 가지 모두 포함된 사료를 섭취했을 때 몸무게가 26, 24 및 52%씩 감소하였다는 결과를 얻었다. 또한, 발간풍토성 신장염의 원인으로 추정되는 오크라톡신 A는 이탈리아, 덴마크, 루마니아 등에서 가이드라인이 정해져 있고(Monaci와 Palmisano, 2004), 루마니아에서 Curtui 등(2001)이 돼지고기, 간, 신장, 혈청에 대하여 오크라톡신 A를 분석한 결과에 의하면 기준치 이상 검출된 건은 없었으나 돼지고기시료 총 52건 중 17%가 평균 0.15 ng/g으로 검출되었다.

이에 본 연구에서는 돼지고기에서의 신속한 시료 전처리법과 7종의 곰팡이독소를 동시에 검출할 수 있는 LC-MS/MS 분석법을 확립하고 곰팡이독소의 잔류실태를 파악하여 축산물의 안전성 확보를 위한 기초 자료로 활용하고자 이 연구를 수행하였다.

재료 및 방법

공시시료

2012년 11월부터 2013년 7월까지 서울 시내에서 유통 중인 돼지고기 208개 제품(등심 23건, 안심 14건, 앞다리 42건, 뒷다리 32건, 사태 26건, 삼겹 22건, 목심 19건, 기타 30건)을 수거하여 검사에 사용하였다.

시약 및 기구

실험에 사용한 표준물질인 aflatoxin B₁ (AFB₁, 2 µg/mL), aflatoxin B₂ (AFB₂, 0.5 µg/mL), aflatoxin G₁ (AFG₁, 2 µg/mL), aflatoxin G₂ (AFG₂, 0.5 µg/mL), aflatoxin M₁ (AFM₁, 0.5 µg/mL), aflatoxin mix (B₁=2 µg/mL, B₂=0.5 µg/mL, G₁=2 µg/mL, G₂=0.5 µg/mL), ochratoxin A (OTA, 10 µg/mL), zearalenone (ZON, 100 µg/mL)은 Sigma-aldrich (USA)사의 acetonitrile에 녹여져 있는 stock solution을 사용하였고, 순도는 99%였다. 추출과 정제에 사용된 methanol, acetonitrile 등은 HPLC용(Merck, Germany)을 사용하였으며, 그 외 ammonium acetate (NH₄Ac) 등의 기타 시약들은 모두 특

급을 사용하였다.

분석기기 및 분석조건

분석기기로는 UPLC-MS/MS (Waters Xevo TQ-S, USA)를, 컬럼은 BEH C₁₈(100×2.1 mm, 1.7 μm, Waters, USA)를 사용하였다. 컬럼온도는 40°C, 주입량은 2 μL로 하였고, 이동상용매조건은 Table 1과 같다. 질량분석기의 capillary voltage는 positive ionization mode일 때 1.0 kV, negative ionization mode일 때 0.5 kV로 설정하였고 source 온도는 150°C, desolvation 온도 400°C로, gas flow는 desolvation 800 L/hr, cone 50 L/hr로 하여 이온화하였다. 물질별 단일 표준물질 0.1 μg/mL의 농도를 직접 MS/MS에 주입하여 precursor ion을 선별하였고, collision energy를 조절하여 물질별로 두 개의 product ion을 선별하였다. 물질별 precursor ion 및 product ion에 대한 cone voltage, collision energy 등 물질별 MRM 분석조건을 Table 2와 같다.

결과 및 고찰

표준검량곡선의 직선성

곰팡이독소 7종의 동시분석 크로마토그램은 Fig. 1과 같았다. 7종의 곰팡이독소는 0.0488~100 ng/mL의 농도에서 표준곡선을 작성한 결과 7종 모두 0.99 이상의 정의 상관관계(r^2)를 보였다. 시료전처리를 최소화할 수 있는 LC-MS/MS 분석법은 matrix effect를 고려할 수밖에 없는데 본 연구에서는 matrix-matched calibration curve를 사용함으로써 matrix effect를 보완하였다.

Table 1. Mobile phase conditions of UPLC for mycotoxins

| Min | H ₂ O 0.1 mM NH ₄ Ac 0.01% HCOOH (A) | MeOH 0.1 mM NH ₄ Ac 0.01% HCOOH (B) | Flow rate (mL/min) |
|-----|---|---|-----------------------|
| 0.0 | 10 | 90 | 0.5 |
| 0.5 | 20 | 80 | 0.5 |
| 2.5 | 20 | 80 | 0.5 |
| 4.0 | 90 | 10 | 0.5 |
| 4.5 | 90 | 10 | 0.5 |
| 5.0 | 10 | 90 | 0.5 |
| 6.0 | 10 | 90 | 0.5 |

정확도 및 정밀도

돼지고기 시료에 최종농도가 5, 10, 25 ng/g이 되도록 7종의 표준용액 혼합액을 첨가하여 전처리한 후 LC-MS/MS로 분석하여 정확도(평균회수율) 및 정밀도(변이계수)를 조사한 결과, 회수율은 아플라톡신 B₁ (61.3%)을 제외하고는 73.10~97.46%, 정밀도는 4.98~12.84%였다(Table 3). 이는 분석법 validation에 관한 Codex 권장범위가 1~10 ng/g일 때 회수율 60~120%, 변이계수는 30%, 10~100 ng/g일 때 회수율은 70~120%, 변이계수는 20%이므로 아플라톡신 B₁을 제외한 모든 분석물질이 적합하였다.

검출한계 및 정량한계

7종의 곰팡이독소 표준물질을 첨가한 돼지고기 시료를 가지고 검출한계와 정량한계를 구한 결과, 검출한계는 0.74~2.13 ng/g이고, 정량한계는 2.25~6.46 ng/g범위로 나타났다(Table 4).

국내외 축산물에 대한 잔류허용기준은 우유류, 조제유류 및 특수용도 식품 중 유성분 함유제품에 아플라톡신 M₁만 설정되어 있고, 식육, 식용란, 치즈 등과 같은 축산물에 대해서는 기준이 없는데, 이탈리아에서는 돼지고기 및 그 가공품에서 오크라톡신 A에 대하여 1 ng/g이 가이드라인으로 정해져 있다(Saeger 등, 2004). 이번 연구에서 오크라톡신 A의 정량한계는 2.44 ng/g으로 이탈리아의 가이드라인보다는 다소

Table 2. MS/MS parameters of mycotoxins

| Compound | Precursor ion (m/z) | Product ion (m/z) | Dwell time (s) | Cone voltage (V) | Collision Energy (eV) | Polarity type |
|--------------------------|---------------------|-------------------|----------------|------------------|-----------------------|---------------|
| Aflatoxin G ₁ | 329.08 | 243.00* | 0.017 | 30 | 25 | + |
| | | 311.00 | 0.017 | 30 | 20 | |
| Aflatoxin G ₂ | 331.03 | 313.03 | 0.017 | 30 | 23 | + |
| | | 245.02 | 0.017 | 30 | 28 | |
| Aflatoxin M ₁ | 329.05 | 273.00 | 0.017 | 30 | 23 | + |
| | | 259.00 | 0.017 | 30 | 23 | |
| Aflatoxin B ₁ | 313.07 | 285.03 | 0.017 | 30 | 23 | + |
| | | 241.00 | 0.017 | 30 | 35 | |
| Aflatoxin B ₂ | 315.10 | 259.00 | 0.017 | 30 | 30 | + |
| | | 243.00 | 0.017 | 30 | 40 | |
| Ochratoxin A | 404.17 | 221.27 | 0.017 | 30 | 35 | + |
| | | 239.20 | 0.017 | 30 | 25 | |
| Zearalenone | 317.06 | 131.15 | 0.017 | 30 | 28 | - |
| | | 175.17 | 0.017 | 30 | 25 | |

*The bold texts are quantification ions.

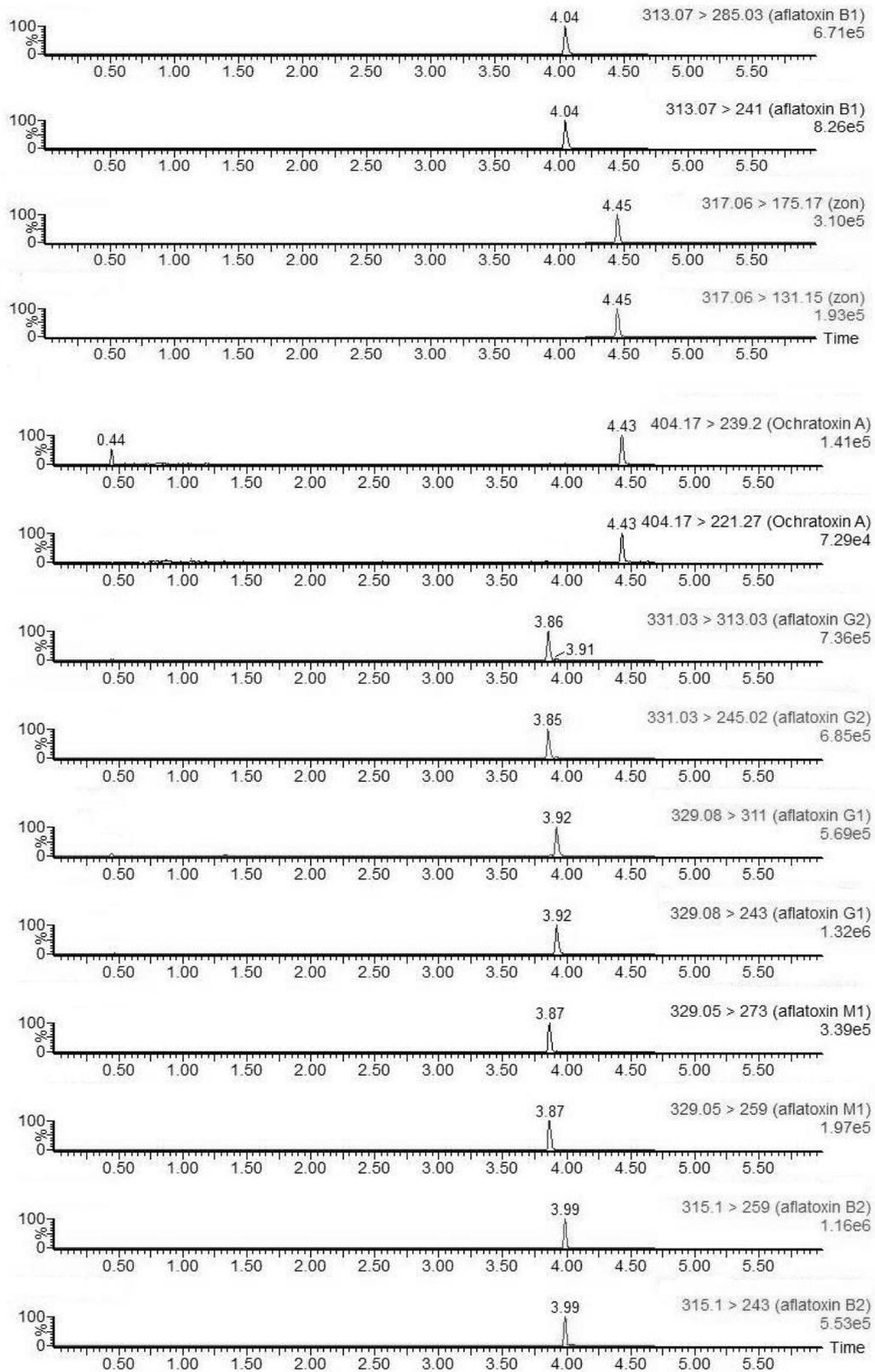


Fig. 1. LC-MS/MS chromatogram of sample extract of pork fortified at 10 ng/g.

Table 3. Recovery of the mycotoxins in pork

| Compound | Recovery rate (% , mean ± SD, n=9) | | | | Coefficient of variation (%) | | | |
|--------------------------|------------------------------------|------------|------------|------------|------------------------------|-----------|-----------|-------|
| | 5 (ng/g) | 10 (ng/g) | 25 (ng/g) | Mean | 5 (ng/g) | 10 (ng/g) | 25 (ng/g) | Mean |
| Aflatoxin G ₁ | 79.11±0.10 | 85.61±0.18 | 85.13±0.37 | 83.28±0.22 | 12.30 | 10.39 | 8.65 | 10.45 |
| Aflatoxin G ₂ | 83.22±0.07 | 88.89±0.06 | 86.04±0.17 | 86.05±0.10 | 8.00 | 3.10 | 3.85 | 4.98 |
| Aflatoxin M ₁ | 95.33±0.12 | 97.22±0.28 | 93.56±0.55 | 95.37±0.32 | 12.14 | 14.56 | 11.67 | 12.79 |
| Aflatoxin B ₁ | 59.11±0.08 | 62.61±0.14 | 62.22±0.34 | 61.31±0.19 | 13.28 | 11.45 | 11.08 | 11.94 |
| Aflatoxin B ₂ | 96.67±0.11 | 99.17±0.20 | 96.53±0.44 | 97.46±0.25 | 11.13 | 9.89 | 9.16 | 10.06 |
| Ochratoxin A | 73.89±0.10 | 73.72±0.18 | 71.69±0.44 | 73.10±0.24 | 14.20 | 12.09 | 12.24 | 12.84 |
| Zearalenone | 87.00±0.06 | 84.28±0.06 | 81.91±0.27 | 84.40±0.13 | 6.80 | 3.65 | 6.50 | 5.65 |

Table 4. Limit of detection (LOD) and limit of quantification (LOQ) of mycotoxins

| Compound | LOD* (ng/g) | LOQ [†] (ng/g) |
|--------------------------|-------------|-------------------------|
| Aflatoxin G ₁ | 0.90 | 2.72 |
| Aflatoxin G ₂ | 1.33 | 4.04 |
| Aflatoxin M ₁ | 2.13 | 6.46 |
| Aflatoxin B ₁ | 0.84 | 2.55 |
| Aflatoxin B ₂ | 0.74 | 2.25 |
| Ochratoxin A | 0.81 | 2.44 |
| Zearalenone | 1.74 | 5.28 |

*LOD=3.3 (σ/S). †LOQ=10 (σ/S). σ: standard deviation of the response, S: slope of the calibration curve.

높지만, 검출한계는 0.81 ng/g로 낮은 것으로 나타났다.

유통 돼지고기에서의 mycotoxins 함량

2012년 11월~2013년 7월 서울지역에 유통되는 식육 중 돼지고기 208건을 대상으로 아플라톡신 B₁, 아플라톡신 B₂, 아플라톡신 G₁, 아플라톡신 G₂, 아플라톡신 M₁, 오크라톡신 A, 제랄레논의 잔류실태를 조사한 결과, 오크라톡신 A가 1건(목심) Codex의 규정에 따른 상대이온강도를 확인해보니 20~50%일 때 LC-MS/MS의 경우 25% 범위 안에 들어가면 되는데 이에 만족하여 그 물질임을 확인하였으나 정량한계 미만이었고 (Fig. 2), 그 외 검출내역은 없었다.

국내에서 식육에 대한 곰팡이독소 분석에 대한 자료는 없었으며, 루마니아에서 Curtui 등(2001)이 돼지고기, 간, 신장, 혈청에 대하여 오크라톡신 A를 분석한 결과를 보면 기준치 이상 검출된 건은 없었으나, 돼지고기 시료 총 52건 중 17%가 검출되었고, Matrella 등(2006)은 이탈리아에서 돼지고기 시료 총 54건을 검사하였는데 77.8%에서 오크라톡신 A가 미량 검출되었

다. 또한, Herzallah (2009)는 요르단에서 유통되는 소고기, 양고기 등에 대하여 봄과 겨울로 계절을 나눠서 아플라톡신 분석을 진행하였는데, 겨울에 아플라톡신의 농도가 더 높게 나타났고, 이는 봄, 여름과 비교할 때 상대적으로 겨울철에 저급한 사료를 공급받아 일어난 결과로 보고 있다.

국내에서 유통되는 돼지사료에 대한 곰팡이독소 오염도를 살펴보면, 배합사료 98점에 대한 아플라톡신 분석에서 22점의 사료에서 평균 1.01 ng/g 수준의 아플라톡신 B₁이 검출되었고(Jang 등, 2007a), 오크라톡신 A의 경우는 58점 중 46점의 사료에서 평균 0.54 ng/g수준으로 검출되었다(Jang 등, 2007b)는 보고가 있다. 또한, 국내에 기준이 설정되어 있지 않은 Fusarium 속의 곰팡이독소에 대한 분석결과를 보면 사료 60점에서 니발레놀과 T-2 독신이 5.3~16.7 ng/g과 1.0~3.9 ng/g의 평균 오염수준을 각각 나타내었고, 데옥시니발레놀과 제랄레논은 140~365 ng/g과 24~57 ng/g의 평균오염도를 보였으며, 검사한 모든 사료에서 데옥시니발레놀과 제랄레논은 100% 오염률을 보였다(Kim 등, 2011).

본 연구 결과와 사료에 대한 분석결과를 볼 때 향후에는 사료에 기준이 설정되어 있지 않은 Fusarium 속의 곰팡이독에 대한 모니터링이 필요하다고 생각한다.

결론

돼지고기에서 7종의 곰팡이독소(아플라톡신 B₁, 아플라톡신 B₂, 아플라톡신 G₁, 아플라톡신 G₂, 오크라톡신 A, 제랄레논)에 대하여 LC-MS/MS로 동시정량 분석하였으며 분석조건으로 측정된 곰팡이독소 표준품의 표준곡선식에서 모두 상관계수 0.99 이상의 양

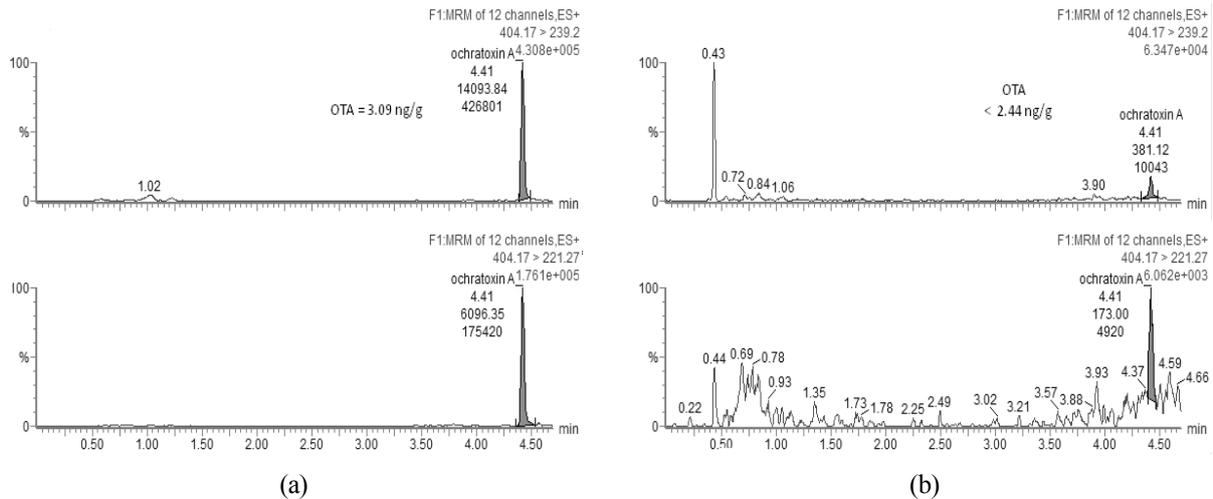


Fig. 2. Confirmation of the detected sample. (a) OTA 3.09 ng/g reference standard, (b) the detected sample below the quantification limit.

호한 직선성을 보였다. 5~25 ng/g으로 첨가한 시료에서 평균 회수율은 아플라톡신 B₁ (61.3%)을 제외하고는 73.10~97.46%이고, 검출한계는 0.74~2.13 ng/g, 정량한계는 2.25~6.46 ng/g 수준이었다. 서울시 관내에서 유통되고 있는 돼지고기 208 시료에 대한 곰팡이독소 7종에 대한 잔류실태를 조사한 결과, 정량한계 미만으로 1건이 검출되었다.

참고 문헌

- 식품의약품안전청. 2010. 곰팡이독소. pp. 3-78. In: 식품의약품안전청 위해예방정책과. 유해물질총서.
- 식품의약품안전청. 2013. 식품공전. 식품의약품안전청 고시 제2013-14호.
- 정수현. 2003. 주요 곰팡이 독소의 국내 식품 중 오염현황. 한국식품위생안전성학회 2003년도 춘계학술발표대회 및 심포지움: 식품유래 위해물질의 안전성. pp. 3-7.
- Beltrán E, Ibáñez M, Portolés T, Ripollés C, Sancho JV, Yusá V, Marín S, Hernández F. 2013. Development of sensitive and rapid analytical methodology for food analysis of 18 mycotoxins included in a total diet study. *Anal Chim Acta* 783: 39-48.
- Beltrán E, Ibáñez M, Sancho JV, Cortés MÁ, Yusá V, Hernández F. 2011. UHPLC-MS/MS highly sensitive determination of aflatoxins, the aflatoxin metabolite M1 and ochratoxin A in baby food and milk. *Food Chem* 126: 737-744.
- Curtui VG, Gareis M, Usleber E, Märklbauer E. 2001. Survey of Romanian slaughtered pigs for the occurrence of mycotoxins ochratoxins A and B, and zearalenone. *Food Addit Contam* 18: 730-738.
- Frenich AG, Romero-González R, Gómez-Pérez ML, Vidal JLM. 2011. Multi-mycotoxin analysis in eggs using a QuEChERS-based extraction procedure and ultra-high-pressure liquid chromatography coupled to triple quadrupole mass spectrometry. *J Chromatogr A* 1218: 4349-4356.
- Herzallah SM. 2009. Determination of aflatoxins in eggs, milk, meat and meat products using HPLC fluorescent and UV detectors. *Food Chem* 114: 1141-1146.
- Huff WE, Kubena LF, Harvey RB, Doerr JA. 1988. Mycotoxin interactions in poultry and swine. *J Anim Sci* 66: 2351-2355.
- ICH. 1996. Q2B validation of analytical procedures: Methodology <http://www.fda.gov/downloads/Regulatory/20yInformation/Guidances/UCM128049.pdf>
- Jang HS, Jo HJ, Lee KE, Lee C. 2007a. Survey of the presence of aflatoxins in compound feeds and feed ingredients. *J Fd Hyg Safety* 22: 346-352.
- Jang HS, Kim DH, Lee KE, Lee C. 2007b. Survey of the presence of ochratoxin A in compound feeds and feed ingredients distributed in Korea. *J Fd Hyg Safety* 22: 353-358.
- Kim DH, Kim HJ, Jang HS, Kim YM, Choi HB, Ahn JS. 2011. Simultaneous analysis and survey for contamination of nivalenol, deoxynivalenol, T-2 toxin and zearalenone in feed. *J Fd Hyg Safety* 26: 1-11.
- Lee HK, Hwang YH, Kim MJ, Kim MK, Lee SE, Lee HS. 2002. Toxicity and metabolism of mycotoxins occurring in foods and feeds. *J Korean Soc Agric Chem Biotechnol* 45: 1-10.
- Matrella R, Monaci L, Milillo MA, Palmisano F, Tantillo MG. 2006. Ochratoxin A determination in paired kidneys and muscle samples from swines slaughtered in southern Italy. *Food Control* 17: 114-117.
- Monaci L, Palmisano F. 2004. Determination of ochratoxin A in foods: state-of-the-art and analytical challenges. *Anal Bioanal Chem* 378: 96-103.

- Saeger SD, Dumoulin F, Peteghem CV. 2004. Quantitative determination of ochratoxin A in kidneys by liquid chromatography/mass spectrometry. *Rapid Commun. Mass Spectrom* 18: 2661-2668.
- Songsermsakul P, Razzazi-Fazeli E. 2008. A review of recent trends in applications of liquid chromatography-mass spectrometry for determination of mycotoxins. *J Liq Chromatogr Related Technol* 31: 1641-1686.
- Zöllner P, Jodlbauer J, Lindner W. 1999. Determination of zearalenone in grains by high-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry after solid-phase extraction with RP-18 columns of immunoaffinity columns. *J Chromatogr A* 858: 167-174.