

잔류물질분석의 국제공인시험기관 인정 관련 고찰

김미경* · 조병훈 · 김동규 · 윤선종 · 임채미 · 박수정 · 김희진 · 김연희 · 김수연
윤소미 · 권진욱 · 손성완 · 정갑수 · 이주호 · 강문일

국립수의과학검역원
(계제승인: 2006년 12월 1일)

Study on international accreditation for residue analysis laboratory

MeeKyung Kim*, Byung-Hoon cho, Dong-Gyu Kim, Seon Jong Yun, Chae-Mi Lim, Su-Jeong Park,
Heuijin Kim, Yeon Hee Kim, Soo-Yeon Kim, So Mi Yun, Jin-Wook Kwon,
Seong-Wan Son, Gab-Soo Chung, Joo-Ho Lee, Mun-Il Kang

National Veterinary Research and Quarantine Service, Anyang 430-824, Korea

(Accepted: December 1, 2006)

Abstract : Residual materials such as veterinary drugs, environmental contaminants, and pesticides are affecting food safety. High resolution techniques and quality controls are needed to analyze these materials from part per million to part per trillion quantities in food. In order to achieve quality results, standardized methods and techniques are required. Our laboratories were prepared to obtain a certificate of accreditation for ISO/IEC 17025 in the analytical criteria of animal drugs, dioxins, pesticides, and heavy metals. ISO together with IEC has built a strategic partnership with the World Trade Organization with the common goal of promoting a free and fair global trading system. ISO collaborates with the United Nations Organization and its specialized agencies and commissions, particularly those involved in the harmonization of regulations and public policies including the World Health Organization and CODEX Alimentarius for food safety measurement, management and traceability. Our goal was to have high quality analysts, proper analytical methods, good laboratory facilities, and safety systems within guidelines of ISO/IEC 17025. All staff members took requirement exams. We applied proficiency tests in the analysis of veterinary drugs (nitrofurans metabolites, sulfonamide and tetracyclines), dioxins, organophosphorus pesticides, and heavy metals (Cd, Pb, As) to the Food Analysis Performance Assessment Scheme (FAPAS) at Central Science Laboratory, Department for Environment Food and Rural Affairs (DEFRA), England. The results were very satisfactory. All documents were prepared, including system management, laboratory management, standard operational procedures for testing, reporting, and more. The criteria encompassed the requirements of ISO/IEC 17025:1999. Finally, the Korea Laboratory Accreditation Scheme (KOLAS) accredited our testing laboratories in accordance with the provisions of Article 23 of the National Standards Act. The accreditation will give us the benefit of becoming a regional reference laboratory in Asia.

Key words : dioxins, heavy metals, ISO/IEC 17025, pesticides, veterinary drugs

서 론

식품에 잔류할 수 있는 동물용의약품 또는 환경유해
유해물질의 분석은 ppm(part per million)에서 ppt(part per

trillion) 수준의 극미량 농도를 분석하게 되므로, 이들 물
질에 대한 전문 분석기관은 국제적인 인정 프로그램(ISO/
IEC 17025 등)을 통한 실험 데이터의 신뢰성을 확보 할
필요성이 대두되고 있다. 국내에서는 분석실험실의 정

*Corresponding author: MeeKyung Kim
National Veterinary Research and Quarantine Service, Anyang 430-824, Korea
[Tel: +82-31-467-1982, Fax: +82-31-467-1872, E-mail: kimmk@nvrqs.go.kr]

도관리와 인정을 위해 산업자원부 기술표준원의 The Korea Laboratory Accreditation Scheme(KOLAS)에서 시험기관 및 검사기관의 국제공인 인정제도를 운영함으로써, 공인 기관에서 발행한 교정성적서 및 시험/검사 성적서의 국제적 통용, 교정/시험/검사기관의 측정, 시험 및 분석 능력의 제고와 기술적 신뢰성을 보장하고 있다. 국립수의과학검역원에서는 서울지원과 부산지원의 정밀검사과에서 수입축산물의 잔류물질 검사를 담당하고 있고 본원(안양 소재)에서는 필요시 확인검사를 실시하고 있으므로 본원의 표준실험실 기능 강화와 두 지원의 잔류물질 분석의 정도관리를 위하여 국제적 신뢰성의 인정이 필요한 실정이었다. 따라서 국제기준에 부합하는 시험기관의 위상 제고와 국제적 공신력 및 신뢰성 확보로 국제무역환경에 대응하기 위하여 체계적이고 신뢰성 있는 표준실험실 기능을 구축하고, ISO/IEC 17025의 상호인정협체제인 KOLAS로부터 국제공인시험기관으로 인정받고자 본 사업을 수행하게 되었다. 2005년부터 ISO/IEC 17025에 따르는 시험기관 공인이 잔류물질 분석 시험법에 따라 인정하고 있으므로, 본 사업에서는 축산물에 잔류 할 수 있는 동물용의약품, 다이옥신, 농약, 중금속 분석을 위해 현재 국립수의과학검역원에서 사용하고 있는 방법 중 일부에 대하여 인정을 받았고, 추후 지속적으로 확대하여 나아갈 계획이다. 이미 다수의 기관에서 KOLAS 인정을 받은 바 있으나, KOLAS 인정을 받기 위한 접근 방법이 낯설고 그 과정이 복잡하므로, 국립수의과학검역원에서 KOLAS 인정 취득을 위해 수행한 내용을 알려 앞으로 KOLAS 인정 취득을 계획하는 기관들에 도움이 되고자 본 글을 게재한다. 또한 실제적인 분석 능력과 분석결과의 신뢰성에 주요하게 영향을 미치는 불확도(uncertainty)의 산출에 대하여 카드뮴 분석을 예로 들어 간략히 설명하였다.

재료 및 방법

표준물질 및 분석기기

축산물에 잔류될 수 있는 동물용의약품, 다이옥신, 농약, 중금속 표준물질을 사용하였으며, 분석기기로는 high performance liquid chromatography(HPLC), LC/MS, high resolution gas chromatography/mass spectrometry(HR-GC/MS), gas chromatography(GC), inductively coupled plasma(ICP), ICP/MS 등을 이용하였다.

방법

동물용의약품 분석과 농약 분석은 식품공전, 다이옥신 분석은 US EPA Method 1613B, 그리고 중금속 분석은 국립수의과학검역원 고시 2005-2호 '축산물의 가공

기준 및 성분규격'에 따라 잔류물질 분석시험을 수행하였다 [7-13]. 국가표준 기본법에 따른 KOLAS 인정 신청분야의 요건에 맞도록, 교육, 시험능력, 시설, 문서 등을 갖추었다. KOLAS로부터 공인된 기관에서 제공하는 시험요원에 대한 기본교육과 불확도 추정 교육 등을 이수하였다. 기술표준원 고시 제2002-175호에 정한 숙련도 시험과 KOLAS-R-005:2000에 따른 측정결과의 불확도 산정 및 표현을 위한 신청 항목별 시험 및 비교시험을 수행하였다. 시험설비 및 시설을 보완하였고, 모든 시험방법과 절차, 양식 등이 문서화 되도록 품질매뉴얼, 작업절차서, 작업지침서, 시험규격서(SOP) 등을 작성하였다. 기술 및 정보 습득을 위하여 이미 KOLAS 인정을 받은 실험실을 방문하였으며, 일련의 준비가 완성된 후 내부감사를 수감하였고 기술표준원에서 선임한 평가사들에 의해 문서평가 및 현장평가를 받은 후, 인정위원회에 참석하여 마지막 심사를 받았다.

결 과

시험요원의 공인기관교육

공인된 교육기관으로부터, 품질책임자, 기술책임자, 시험요원이 KOLAS 인정에 필수요건 중 하나인 KS A 17025A 기본교육을 이수하였고, 기술책임자는 불확도 추정 교육을 이수하였다.

숙련도 시험

공식적인 비교숙련도 시험을 수행하기에 앞서, 자체 숙련도 시험으로, 미국 국립표준기술연구원(National Institute of Standards and Technology, NIST)의 인증물질(reference material, RM)을 사용하여 중금속 분석을 하였으며, 동물용의약품, 다이옥신, 농약의 잔류분석은 서로 다른 실험자가 조제한 시료로 반복 시험하여 숙련도를 향상시켰다. 중금속 분석결과는 Table 1에 나타내었으며, NIST에서 제시한 값에 매우 근접한 수준이었다.

KOLAS 인정 평가시 제출한 비교숙련도 시험은 영국 환경식품농업부(Department for Environment, Food and Rural Affairs, DEFRA) 산하 Central Science Laboratory의 Food Analysis Performance Assessment Scheme (FAPAS)에서 실시하는 국제비교숙련도시험에 응시하여 동물용의약품(nitrofurans metabolites, sulfonamide and tetracyclines), 다이옥신, 농약(organophosphate pesticides), 중금속(Cd, Pb, As)의 잔류분석을 완료하였다. 예로서, 동물용의약품을 분석한 결과에 대한 FAPAS로부터 받은 성적을 Fig. 1과 Table 2에 나타내었다. Fig. 1에서 가로축은 비교숙련도시험에 응시한 각 실험실 번호이며 국립수의과학검역원의 응시번호는 14번이었다. Sulfadimidine의 분석결

Table 1. Concentration of heavy metals in whole milk powder with National Institute of Standards and Technology reference material

Reference Material	Certified value (mg/kg)	Measured value (mg/kg)	Replication
NIST 8435 (whole milk powder)	Pb	0.11 ± 0.05*	0.093 ± 0.004 [†]
NIST 2711 (Motana soil)	Pb	1,162 ± 31*	1,168 ± 28 [†]
	As	105 ± 8*	106 ± 12 [†]

*uncertainty, [†]standard deviation

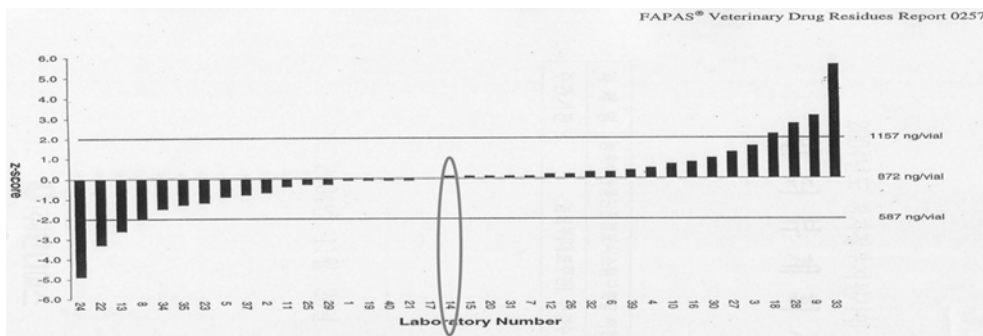


Fig. 1. Proficiency test for determination of sulfadimidine.

Table 2. Concentration of sulfonamides and tetracyclines in mixture

Veterinary drugs	Concentration (ng/vial)	
	NVRQS*	FAPAS
Sulfamethazine	883.485	872
Sulfamonomethoxine	881.592	945
Chlortetracycline	454.545	no assigned value

*NVRQS : National Veterinary Research & Quarantine Service (국립수의과학검역원)

과는 신뢰구간(z-score = ±2.0) 내에 존재하였으며 비교 실험된 기관 중 매우 우수함을 보여 주었다.

측정불확도 추정

측정 대상으로부터 합리적으로 추정된 값에 영향을 미칠 수 있는 값들의 분포 특성을 나타내는 매개변수를 측정불확도라 한다. 실험의 전 과정에서, 오차가 발생할 수 있는 각 단계의 불확도를 계산하여 전 과정의 불확도, 즉 불확실한 정도를 나타낸다. 시료 중 각종 분석대상 성분에 대하여 시험자가 공인된 방법에 따라 정확한 시험을 실시함에도 불구하고 완벽하게 동일한 분석결과를 얻기가 어렵다. 따라서 분석 결과에 대한 신뢰성을 향상시키기 위하여 표준물질과 시료의 조제 과정에서 발생하거나 포함될 수 있는 불확도로 저울 등의 분석기구, 시험환경, 시험자 불확도, 표준용액 조제시 불확도,

분석시의 재현성과 반복성 그리고 검량선의 불확도 등을 각각 계산한 불확도를 합성하여 전체 시험에 대한 측정불확도를 추정하였다 [1-5].

카드뮴이 존재하는 시료에 산을 가하고 microwave에서 용해시킨 후 유도결합플라즈마(ICP) 또는 질량분석기가 부착된 ICP/MS로 정량 분석하여 농도를 구하는 과정을 (1)과 같이 측정 모델식으로 만들고, 모델식의 각 항을 얻는 과정에서 발생 할 수 있는 각 요인별 표준불확도(standard uncertainty)를 산출하였다. 시료무게 측정 불확도: u(SW), 표준물질 불확도: u(STDP), 표준물질 회석 불확도: u(STDD), 전처리시 시료 회석에 대한 불확도: u(SD), 검량선 불확도: u(Cal) 등을 계산하여 합한 합성표준불확도(combined uncertainty)를 계산하고 시료를 모집단으로 확장한 확장불확도(expanded uncertainty)를 산출하였다. 여기서는 독자의 이해와 사용의 편리를 위해 ISO/IEC 17025에서 사용하는 국제단위계의 표기법 중 숫자의 띄어쓰기는 따르지 않음을 밝혀둔다.

$$C_s = \frac{V_L}{V_m} \cdot C_o \cdot f_{in} \cdot f_t \tag{1}$$

C_s: 시료 중 카드뮴 잔류농도(mg/kg)

C_o: 시험용액 농도(기기분석 농도, µg/mL)

V_L: 시험용액의 용량(mL)

V_m: 시료채취량(g)

f_{in}: 표준검량선의 직선성

f_t: 시료전처리 및 기기분석 전 과정의 효율

시료무게 불확도 [u(SW)]

표준물질 무게 측정시 사용한 저울의 불확도는 저울을 교정한 교정 성적서에 의해 신뢰수준 95%, $k=2$ 에서 0.0070 g이므로 표준불확도는 $0.0035(=0.0070 \div 2)$ g이었다.

표준물질 불확도 [u(STDP)]

표준물질의 순도에 대한 불확도는 제조사의 규격(ICP multi STD CertiPUR)에서 표준물질 순도 표시가 $1,001 \pm 10$ mg/L이므로 표준불확도는 직사각형 분포로 간주하여 $\sqrt{3}$ 으로 나누면 5.774 mg/L이었다. 계산의 편의를 위해 단위가 상쇄되도록 하는 상대표준불확도를 계산하면 $0.006(=5.774 \div 1001)$ 이었다. 표준용액의 분자량에 의한 불확도를 구하면, Cd의 분자량은 112.411이고 IUPAC에서 발표된 불확도는 0.008이다. 따라서 B형 직사각형 분포를 가정하여 $\sqrt{3}$ 으로 나누면 표준불확도는 0.006이며 상대표준불확도는 $0.00005(=0.006 \div 112.411)$ 이었다. 표준물질 순도에 대한 상대표준불확도는 각 상대표준불확도에 대한 제곱합의 제곱근으로 0.006이며 유효자유도는 무한대이었다.

표준물질 희석 불확도 [u(STDD)]

표준물질 1 mL를 희석용 volumetric flask에 옮기는 과정에서 1 mL 부피 측정에 대한 불확도는 교정성적서에서 신뢰수준 약 95%, $k=2$ 에서 ± 3 μ L의 불확도를 가지고 있으므로 이 값을 k 값 2로 나누어 표준불확도는 1.5 μ L가 되었다. 그러므로 상대표준불확도는 $0.0015(=1.5 \div 1,000)$ 이었다. 표준물질 1 mL를 옮기는 과정에 따른 시험자의 숙련도에 대한 불확도는 물 1 mL를 10회 피펫팅하여 이에 대한 무게를 측정(Table 3) 함으로써 표준편차 0.005119 mL를 구하였고 이를 불확도로 사용하였으며 상대표준불확도는 $0.005119(=0.005119 \div 1)$ 이었다.

1,001 mg/L 농도의 표준물질을 1 mg/L로 희석하기 위하여 1,000 mL volumetric flask를 사용하였다. 1,000 mL volumetric flask의 교정성적서에 나타난 불확도는 신뢰수준 95%, $k=2$ 에서 ± 0.129 mL의 불확도를 가지고 있으므로 이 값을 2로 나누어 표준불확도는 0.06 mL가 되었다. 상대표준불확도는 0.0003이었다.

500 mL volumetric flask의 교정성적서에 나타난 불확도는 신뢰수준 95%, $k=2$ 에서 ± 0.065 mL의 불확도를 가지고 있으므로 이 값을 2로 나누어 표준불확도는 0.0325 mL가 되었다. 상대표준불확도는 0.000065이었다.

100 mL volumetric flask의 교정성적서에 나타난 불확도는 신뢰수준 95%, $k=2$ 에서 ± 0.081 mL의 불확도를 가지고 있으므로 이 값을 2로 나누어 표준불확도는

Table 3. Measurements of weight with 1 mL of distilled water

Description	Weight (g)	Description	Weight (g)
Replicate 1	1.0009	Replicate 6	1.0015
Replicate 2	1.0000	Replicate 7	1.0000
Replicate 3	0.9963	Replicate 8	0.9962
Replicate 4	1.0118	Replicate 9	0.9989
Replicate 5	1.0007	Replicate 10	1.0094
Average			1.00157 g
Degree of freedom			9
Standard deviation			0.005119

0.0405 mL가 되었다. 상대표준불확도는 0.000405이었다.

100 mL volumetric flask의 눈금 맞추기에 따른 시험원의 반복 측정에 대한 불확도는 10회 반복 시험으로 측정하였고, 이에 대한 부피 측정시 표준편차 0.0075 mL를 불확도로 사용하였다. 상대표준불확도는 0.000405 (0.0405/100)이었다.

시료 희석 불확도 [u(SD)]

전처리를 마친 시료는 100 mL volumetric flask를 사용하여 희석하였다. 100 mL volumetric flask의 교정성적서상의 불확도는 신뢰수준 약 95%, $k=2$ 에서 0.065 mL의 불확도를 가지고 있으므로 이 값을 2로 나누어 표준불확도는 0.0325 mL가 되었다. 상대표준불확도는 0.000325이었다. 100 mL volumetric flask의 눈금 맞추기에 따른 시험원의 반복 측정에 대한 불확도는 10회 반복 시험으로 측정하였고, 이에 대한 부피 측정시 표준편차 0.0075 mL를 불확도로 사용하였다. 상대표준불확도는 0.000075이었다.

검량선 불확도 [u(Cal)]

표준용액으로부터 희석된 3개의 표준용액 농도를 3회 반복 측정하였으며(Table 4), 상관성은 0.999 이상의 양호한 상관성을 나타내었다. 검량선에 대한 불확도는 측정된 결과를 식 (2)와 같이 최소자승법에 의한 회귀분석(linear least square fitting)에 의해 산출하였다. 회귀분석은 엑셀 프로그램에서 수행하였다. 검량선 작성에서 불확도는 0.045이었으며 이때 상대표준불확도는 $0.017(=0.045 \div 2.510)$ 이었고 자유도는 측정횟수가 9회 이므로 2를 뺀 7이었다.

$$u(c_o) = \frac{S}{B_1} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(c_o - C_{\text{평균}})^2}{S_{xx}}} \quad (2)$$

Table 4. Analysis of Cd standard solutions by inductively coupled plasma for calibration curve

Concentration (µg/L) of standard solution	Peak area		
	Replicate 1	Replicate 2	Replicate 3
10	3010	2898	2967
20	6040	6004	5527
40	11245	11245	11100

- C_o : 최종결과 값
- C : 표준물질 입력량의 평균값
- S : 표준편차
- B_1 : 회귀분석의 입력량 (기울기)
- p : 최종결과 값을 얻기 위한 반복 측정 횟수
- n : 표준물질의 총 측정 횟수
- S_{xx} : 표준물질 입력량들의 변동 값

합성표준불확도

각 불확도 인자들의 상대표준불확도 값을 불확도 전파의 법칙(law of propagation of uncertainty)에 따라 제곱합의 제곱근으로 합성하여 전체에 대한 합성표준불확도를 산출하였다. 즉 합성표준불확도는 0.020으로 계산되었다.

확장불확도

표준시료에 대하여 산출된 합성표준불확도를 모집단으로 확장하는 확장불확도를 계산하기 위하여 포함인자(coverage factor) k 를 이용한다. k 를 구하기 위해서는 합성표준불확도의 유효자유도를 추정해야 하는데 이 유효자유도를 V_{eff} 라 표현하며, 구하는 방법은 Welch-Satterthwait 공식을 이용하여 추정하였다. 요인별 입력 표준편차의 자유도와 상대표준불확도를 가지고 유효자유도를 산출하여보면 10.618로서, 이에 따른 신뢰수준

Table 5. 축산물의 카드뮴 분석에서 추정되는 측정불확도

시험항목	카드뮴 (Cd)	환경조건	21°C, 15%
시험방법	축산물에 잔류하는 중금속을 분석하기 위하여 microwave 분해법을 이용하여 시료 중 유기물을 분해하고 분석대상원소를 희석용액에 용해시켜 ICP 또는 ICP/MS로 측정한다.		
측정 모델식	$C_s = \frac{V_L}{V_m} \cdot C_o \cdot f_{lin} \cdot f_t$		
	C_s : 시료내 카드뮴 잔류농도 (mg/kg)		
	C_o : 시험용액 농도 (기기분석 농도, µg/mL)		
	V_L : 시험용액의 용량 (mL)		
	V_m : 시료채취량 (g)		
	f_{lin} : 표준검량선의 직선성		
	f_t : 시료전처리 및 기기분석 전 과정의 효율		
요인 별 불확도 추정			
요인	불확도		
u(SW)	시료 무게를 측정시 불확도		
u(STDP)	표준용액 순도에 대한 불확도		
u(STDD)	표준용액 희석에 대한 불확도		
u(SD)	시료 전처리시 발생하는 불확도		
u(Cal)	검량선에 대한 불확도		
측정값	2.510 mg/kg		
합성표준불확도	0.020		
확장불확도	0.045		
불확도 표현	(2.51 ± 0.05) mg/kg (신뢰수준 약 95%, $k = 2.28$)		
특기사항	-		

약 95%에서 t 값은 2.28이므로 포함인자 k 는 2.28이었다. 그리고 확장불확도는 0.045 mg/kg이었다. 이상의 결과로서 불확도의 표현은 측정 농도에 추정된 불확도와 신뢰수준을 포함하여 2.51 ± 0.05 mg/kg(신뢰수준 약

95%, $k=2.28$)으로 표현한다.

이상에서 얻은 결과들을 정리하여 Table 5에 나타내었다.

Table 6. Scope of accreditation in National Veterinary Research and Quarantine Service: Chemical test-Agricultural Livestock Products

Test method	Standard designation
US EPA 1613:1994	US EPA Method 1613, Revision B
	Korea Food Code
	7. General Method
	12. Detection Method for Provisional Limit of Radioactivity
	1) Sample Preparation
	(1) Direct Method
	(2) Method for Radionuclides
	(3) Method for Radioactivity
	15. Analytical Method of Residues in Food
	2) Antibiotics
	(2) Quantitative Method
	① Instrumental analysis (MA)Tetracyclines
	3) Synthetic Antimicrobials
	(2) Quantitative Method
	④ Sulfonamides
	⑩ Benzimidazoles
	⑮ Fluoroquinolones
	⑳ Nitrofurans
	5) Pesticide Residues
	Processing Standards and Ingredient Specifications for Livestock Products
	3. Analytical Methods for Livestock Products
	III. General Method
	3. Vitamins
	GA. Vitamin A
	RA. Vitamin C
	JA. Microbiological Method for Vitamins
	(4) Pantothenic Acid
	4. Analytical Method for Color Additives and Preservatives
	5. Analytical Method for Antioxidant
	7. Test Method of Heavy Metals
	V. Analytical Method for Processed Meat Products
	2. Processed Meat Products and Unprocessed Packing Meats
	(1) Nitrites
Notification of Korea Food & Drug Administration No. 2005-48	
Notification of National Veterinary Research & Quarantine Service No. 2005-2	

시험 기자재 및 시설보완

저울, 마이크로피펫 등을 공인기관에서 검·교정을 받았다. 표준물질 및 시료 보관 냉장고, 배기시설, 폐기물처리, 전기, 화재 등 재난대비 시설의 보완하였으며 응급사위기와 눈 세척기를 설치하였다.

KOLAS 인정 신청을 위한 문서 작성

ISO/IEC 17025의 요구사항에 부합하는 품질시스템 중 품질매뉴얼 29조항, 품질 절차서 24종을 국가 기관인 국립수의과학검역원 특성에 맞게 품질매뉴얼(NVRQS-QM)과 품질절차서(NVRQS-QP)를 작성하였다. 그리고 품질지침서(NVRQS-QI) 12종과 시험분석장비의 운영 및 유지관리를 위한 지침서 및 시험규격서(SOP) 또한 작성 완료 하였다.

품질매뉴얼

총칙, 조직 및 운영, 품질시스템, 문서관리, 내부감사, 직원, 시험환경, 시료채취를 포함한 시험방법, 시험설비, 측정의 소급성 및 교정, 시험대상 품목의 취급, 시험결과 품질보증, 결과의 보고, 안전관리 등을 기술하였다.

품질절차서

독립성 및 공정성유지, 위임전결, 문서관리, 내부감사, 교육/훈련, 시험방법, 측정불확도, 유효화검증, 시료채취, 설비관리, 측정의 소급성 및 교정, 시험대상 품목의 취급, 결과의 보고, 안전관리 등을 설명하였다.

품질지침서

시험성적서 분류, 문서분류 및 보관, 프로그램 사용지침, 물품분류, 기기사용법, 시험설비 분류, 기기의 교정, 통계처리 등을 나타내었다.

시험규격서(SOP)

신청분야별 시험방법의 세부 SOP를 작성하였다. 예로서 축산물의 동물용의약품 분석법, 축산물의 다이옥신 분석법, 축산물의 농약 분석법, 축산물의 중금속 분석법 등이다.

국제공인시험기관 인정서 취득

2005년 12월 29일 산업자원부 기술표준원으로부터 축산물의 동물용의약품, 다이옥신, 농약, 중금속, 잔류분석

Table 7. Scope of accreditation in National Veterinary Research and Quarantine Service: Biological test-Microbiological Test

Test method	Standard designation
Notification of National Veterinary Research & Quarantine Service No. 2005-2	Processing Standards and Ingredient Specifications for Livestock Products
	3. Analytical Methods for Livestock Products
	III. General Method
	9. Microbiological Methods
	DA. Enumeration of Bacteria
	(1) Enumeration of Aerobic Bacteria
	(NA) Petrifilm Method
	MA. Enumeration of Coliforms
	(4) Analytical Method
	(NA) Enumerative Method
	3)Petrifilm Method
	BA. Enumeration of E.coli
	(3) Analytical Method (DA)Petrifilm Method
	TA. Pathogenic coliforms
	(3)Analytical Method (GA)E.coli O157:H7
	PA. <i>Salmonella</i>
HA. <i>Listeria monocytogenes</i>	
NEO. <i>Staphylococcus aureus</i>	
(3) Analytical Method (NA)Isolation	

분야에서 국제공인시험기관으로 인정(인정번호 :KT 275)을 받았다. Table 6에 화학시험에서, Table 7에 생물학시험에서 인정 받은 분야를 각각 나타내었다.

고 찰

KOLAS 인정제도란 “국제기준(ISO/IEC)에 정해진 규정에 따라 조직, 품질시스템(업무절차 등), 시설 및 환경 조건, 기술인력 등에 대하여 시험검사기관을 평가하여, 시험기관에서 생산하는 시험결과의 공신력을 인정해 주는 제도”이다. 이를 뒷받침 하고 있는 법적 근거로는 시험검사기관의 선진화 조치와 중앙행정기관의 국제공인 인정기구(KOLAS) 활용 등의 내용을 담고 있는 “국가표준기본법” 제23조(시험검사기관인정)와 인정기구, 운영 기관 지정 등 절차에 관한 사항 등을 포함하고 있는 같은 법 시행령 제16조(시험검사기관인정)이다. 이러한 의미와 제도에서 시험결과의 대외 신뢰성 확보와 국제화 시대에 부합되는 국제공인시험기관 인정을 받기 위해서는 품질시스템 구축에 전문가의 컨설팅이 필요하며 이를 위해 용역을 체결하였다. 컨설팅은 시험업무체계에 대한 진단 및 분석, 시험 품질시스템의 보완, 실행점검 등 국제공인시험기관 인정을 위한 제반 사항에 대하여 받았다.

숙련도시험

영국 환경식품농업부 산하 Central Science Laboratory의 FAPAS가 주관하는 국제비교숙련도시험에 참여하여 동물용의약품, 다이옥신, 농약, 중금속 부분에서 양호한 결과를 얻었으며 이를 바탕으로 국제공인시험기관 인정을 위한 현장평가시 모든 인정신청 분야에 있어서 우수한 시험(분석) 결과를 제출할 수 있었다.

측정불확도 추정

기술표준원에서 운영하고 있는 KOLAS에서는 시험·검사기관 공인 및 사후관리를 실시하고 있으며 이 과정에서의 측정/분석의 불확도 계산을 의무화하고 있다. 이러한 이유로 지금까지 국제공인시험기관 인정서를 취득한 모든 기관에서는 불확도를 산출하고 있다. 본 사업에서도 동물용의약품, 다이옥신, 농약, 중금속 분야에서의 불확도를 각각 산출 하였다. 우리나라에서는 1999년 한국표준과학연구원에서 발행한 지침서(측정불확도 표현 지침; KRIS-99-070-SP)를 많이 활용하고 있다. 이 지침서는 1993년 ISO(International Organization for Standardization)가 BIPM(International Bureau of Weights and Measures), IEC(International Electro-technical Commission), CIPM(International Committee of Weights and Measures),

IFCC(International Federation of Clinical Chemistry), IUPAC(International Union of Pure and Applied Chemistry), IUPAP(International Union of Pure and Applied Physics), OIML(International Organization of Legal Metrology) 등의 국제기구와 합동으로 발행한 측정불확도 표현 지침서(Guide the Expression of Uncertainty in Measurement, GUM)로서 측정 및 분석 분야에서 중요한 참고 문서로 많이 이용되고 있다. 또한 “국제규범(GUM)에 맞는 불확도 산출 및 표현”이라는 주제로 분석과학자들이 불확도를 산출함에 있어서 보다 알기 쉽고 간단히 접근할 수 있으며 계산과정에서는 PUMA(Program for Uncertainty Calculation in Measurement and Analysis)를 이용한 계산방법을 제시하여 설명한 보고도 있다.

조제분유 중 칼슘함량을 AAS와 ICP-AES를 이용하여 분석하는 과정에서 발생하는 측정불확도를 산출한 보고도 있다 [6]. 본 연구에서와 마찬가지로 분석 결과에 영향을 미칠 수 있는 다양한 측정 가능한 불확실성의 요인을 불확도 인자로 선정하여 불확도를 산출하였는데 여기에서는 매질(matrix)에 의한 불확도를 별도로 산출함으로써 본 연구보다는 좀 더 구체적으로 불확도 산정을 시도하였다. 그리고 주요 불확도 요인에 대하여서는 AAS와 ICP-AES를 비교하여 두 분석법에 대한 불확도의 차이를 알아보고자 시도하기도 하였다. 본 연구에서는 불확도에 대한 분석기기별 불확도 산출값의 비교 및 각 불확도 인자별 산출값의 순위를 보고자 하는 것 보다 국제공인시험기관 인정 취득을 위한 불확도 산출과 시험과정중의 분석오차 발생인자를 파악하고 시험결과에 미치는 영향정도를 산출하여 그 인자들을 최소화하고자 하였다.

시험 기자재 및 시설 보완

저울, 마이크로피펫 등을 공인기관에서 검·교정 받았고, 표준물질 및 시료 보관, 실험실 안전관리 등을 위한 시설을 보완하였다. 시험자의 안전을 최우선으로 하는 실험실 구조를 조성하기 위하여 노력하였고, 위험한 시약은 격리 보관하거나 안전장치를 마련하였으며 정밀성을 요하는 표준물질 관련 시약 또한 항온시설에 보관하며 안전장치를 마련하였다. 비상시 사용 할 수 있는 샤워기와 눈 세척용 시설을 실험실 공간 단위로 설치하였다.

문서 작성

산류물질 분석 시설 및 결과에 대한 국제적 공신력과 표준화를 위해 ISO/IEC 17025의 시스템 도입과 인정 취득에 필요한 KOLAS 국제공인시험기관 인정 신청 요구자료인 품질 매뉴얼, 품질 절차서, 품질 지침서 시험규

격서(SOP) 등을 작성하였다. 두 차례의 내부감사와 현장평가에서 지적된 사항 및 권고사항 등을 통하여 작성된 문서를 수정·보완하여 국제공인시험기관 인정에 부합하는 문서의 작성을 완료하였다.

내부감사 및 현장평가 수감

필수요건인 내부감사를 수감하였고 국제공인시험기관 인정서 취득을 위한 현장평가에 대비하였다. 국립수의과학검역원에는 내부감사자 자격증 소지자가 없었으므로 외부인사에 의해 감사를 받았다. 그동안 준비하였던 문서작성과 시설보완, 시험요원들의 법정교육 이수 및 시험방법 적용의 적정성과 정확성 그리고 시험자의 숙련도 등을 중점적으로 점검하였으며 점검결과 KOLAS A 17025 요구사항에 따라 구축한 품질시스템에 대한 이해 부족으로부터 발생한 부적합사항과 권고사항을 확인하였다. 지적사항은 항목별로 즉시 시정하여 조치하였다.

2005년 12월 12일부터 14일까지, KOLAS 평가위원 6명으로부터 문서작성, 시험설비 및 시설, 관련요원 교육, 분석의 숙련도, 불확도 추정 등 KOLAS A 17025 요구사항에 따르는 국제공인시험기관 인정을 위한 전반적인 사항에 대하여 평가를 받았다. “내부감사 부적합사항에 대한 시정조치 이행 기록 미흡”과 “표준시험절차(SOP) 관리 미흡” 두 가지 사항에 대하여 부적합 판정을 받았으며, 시험분석을 위한 기술직원의 전문적인 훈련이 주기적으로 반드시 실시 또는 관리되어야 하는 등의 14개 사항에 대해서는 권고사항 판정을 받았다. 부적합과 권고사항에 대해서는 즉시 시정조치 후 조치결과를 기술표준원에 제출하였다. 그 결과, 2005년 12월 22일 “국제공인시험기관 인정위원회”에서는 국제공인시험기관 인정여부 심의를 위한 인정위원회를 통하여 부적합 사항 시정조치가 신속하고 정확히 잘 수행되었고 국제공인시험기관으로서의 제반사항을 잘 준수하고 있다는 결정에 따라 국제공인시험기관으로 인정키로 합의되었다.

결 론

2005년 12월 29일 산업자원부 기술표준원의 KOLAS로부터 동물용의약품, 다이옥신, 농약, 중금속 분야에 대하여 국제공인시험기관 인정서를 취득하였다. 시험요원의 교육과 시험설비 및 시설 보완 등을 통하여 표준 실험실의 요건을 갖추었으며, 품질시스템의 관리를 위한 조직도를 구축하였고, 품질 매뉴얼, 품질 절차서, 품질 지침서, 시험규격서(SOP) 등을 문서화 하여 시스템 전반이 체계적으로 운용되도록 정비하였다. 국제공인시험기관 인정으로 동물용의약품, 다이옥신, 농약, 중금속 시

험분야에 있어서는 국제수준(ISO/IEC 17025)의 실험실과 분석 능력을 갖추게 되었고, 축산물 안전성 시험 분야에 있어서는 향후 국제식품규격위원회(CODEX) 등 국제기구가 인정하는 아시아지역 국제 표준 실험실로서 중추적 역할이 가능할 것으로 사료되는 바이다. 국제간의 상호인정협정체제에 따라, 인정받은 분야에 대하여 국립수의과학검역원에서 생산한 시험결과는 수출입시 상대국으로부터 인정받을 수 있게 되어 대내외적인 공신력을 갖추는 계기가 되었고 축산물의 안전성을 확보함에 기여할 것으로 기대된다. 국제공인시험기관으로서 인정 자격을 지속적으로 유지 관리하기 위해서는 각 인정 분야별 품질시스템의 향상과 국제적 수준의 기술능력을 갖출 수 있도록 숙련도시험을 꾸준히 실시하여야 하며, 각 해당 분야 실험실은 정기적으로 정기 감사와 내부 감사를 받도록 하여 내실화 하여야 할 것으로 사료된다.

감사의 글

국제 공인시험기관 인정을 취득하는 과정에서 많은 도움을 주신 한국건자재시험연구원 품질경영부 컨설팅팀, 김상명 신뢰성평가센터장님, 특히 불확도 관련하여 귀한 자문을 하여 주신 김종상 박사님께 감사드립니다. 또한 국제인정 관련한 국외 정보 등을 제공하여주신 제주대학교 수의과대학 박진홍 교수님께 감사드립니다.

참고문헌

1. 김영준, 김현위. 야채음료 중 비타민 C 분석에 있어서의 측정불확도 추정. 한국식품과학회지 2003, **35**, 1053-1059.
2. 우진춘. 측정 및 분석 결과의 불확도(I) : 국제 규범(GUM)에 맞는 불확도 산출 및 표현. 분석과학 2000, **13**, 19A-26A.
3. 우진춘. 측정 및 분석 결과의 불확도(II) : 국제 규범(GUM)에 맞는 불확도 산출 및 표현. 분석과학 2000, **13**, 49A-56A.
4. 우진춘. 측정 및 분석 결과의 불확도(III) : 국제 규범(GUM)에 맞는 불확도 산출 및 표현. 분석과학 2000, **13**, 57A-87A.
5. 우진춘. 측정 및 분석 결과의 불확도(IV) : 국제 규범(GUM)에 맞는 불확도 산출 및 표현. 분석과학 2000, **13**, 79A-69A.
6. 전장영, 광병만, 안장혁, 공운영. AAS 및 ICP-AES에 의한 조제분유 중 칼슘 함량 분석의 측정불확도 산정. 한국식품과학회지 2004, **36**, 701-710.
7. **Becher G, Haug LS, Thomsen C.** World-wide comparison on the quality of analytical determinations of PCDDs/PCDFs and dioxin-like PCBs in food.

- Talanta 2004, **63**, 1115-1122.
8. **Crews HM, Baxter MJ, Bigwood T, Burrell JA, Owen LM, Robinson C, Wright C, Massey RC.** Lead in feed incident-multi-element analysis of cattle feed and tissues by inductively coupled plasma-mass spectrometry and co-operative quality assurance scheme for lead analysis of milk. *Food Addit Contam* 1992, **9**, 365-378.
 9. **De Ruyck H, De Ridder H, Van Renterghem R, Van Wambeke F.** Validation of HPLC method of analysis of tetracycline residues in eggs and broiler meat its application to a feeding trial. *Food Addit Contam* 1999, **16**, 47-56.
 10. **Kao YM, Chang MH, Cheng CC, Chou SS.** Multiresidue determination of veterinary drugs in chicken and swine muscles by high performance liquid chromatography. *J Food Drug Anal* 2001, **9**, 84-95.
 11. **Lindig C.** Proficiency testing for dioxin laboratories determination of polychlorinated dibenzo-p-dioxins and dibenzofurans in sewage sludge. *Chemosphere* 1998, **37**, 405-420.
 12. **United States Department of Agriculture Food Safety and Inspection Service, Office of Public Health and Science.** Determination of Cadmium and Lead by ICP-MS. pp. 1-15, 2003.
 13. **Zrostliková J, Lehotay SJ, Hajšlová J.** Simultaneous analysis of organophosphorus and organochlorine pesticides in animal fat by gas chromatography with pulsed flame photometric and micro-electron capture detectors. *J Sep Sci* 2002, **25**, 527-537.