

## 돼지고기 중 플루벤다졸 잔류분석의 불확도 추정

김미경\* · 박수정 · 임채미 · 조병훈 · 권현정 · 김동규 · 정갑수

국립수의과학검역원  
(게재승인: 2007년 4월 6일)

### Estimation of uncertainty for the determination of residual flubendazole in pork

MeeKyung Kim\*, Su-Jeong Park, Chae-Mi Lim, Byung-Hoon Cho, Hyun-Jeong Kwon, Dong-Gyu Kim, Gab-Soo Chung

National Veterinary Research and Quarantine Service, Anyang 430-824, Korea  
(Accepted: April 6, 2007)

**Abstract** : Measurement uncertainty could play an important role in the assessment of test results in laboratories and industries. We investigated measurement uncertainties possibly included in determination of flubendazole, a benzimidazole anthelmintic, in pork by HPLC. The concentration of flubendazole was 62.69 ng/g in a sample of pork. Uncertainty was estimated in the analytical procedure of flubendazole. A model equation was made for determination of flubendazole in pork. The four uncertainty components such as weight of sample, volume of sample, calibration curve, and recovery were selected to estimate measurement uncertainties. Standard uncertainty was calculated for each component and all the standard uncertainties were combined. The combined standard uncertainty was expanded to a sample population as an expanded uncertainty. The expanded uncertainty was calculated using  $k$  value on Student's  $t$ -table and effective degrees of freedom from Welch-Satterthwaite formula. The expanded uncertainty was calculated as 3.45 with the combined standard uncertainty, 1.584 6 and the  $k$  value, 2.18. The final expression can be  $(62.69 \pm 3.45)$  ng/g (confidence level 95%,  $k=2.18$ ). The uncertainty value might be estimated differently depending on the selection of the uncertainty components. It is difficult to estimate all the uncertainty factors. Therefore, it is better to take several big effecting components instead of many small effecting components.

**Key words** : flubendazole, HPLC, pork, uncertainty, veterinary drugs

### 서 론

가축에 사용하는 동물용의약품은 과다 사용 또는 휴약 기간을 준수하지 않을 경우 축산물에 잔류될 수 있으며, 잔류되어 있는 동물용의약품의 미량분석에는 정밀 분석기기와 숙련된 기술이 요구된다. 분석자가 공인된 방법에 따라 정확한 시험을 실시함에도 불구하고 완벽한 분석결과를 얻기가 쉽지 않으며 시험과정의 각 단계에서 오차가 발생하게 된다. 매우 중요한 적합 또는 부적합의 판정을 필요로 하는 분석에서는 오차의 중요

성이 더욱 커지게 된다. 따라서 분석결과에 신뢰범위를 확인할 수 있도록 분석자와 분석기기, 환경 및 분석의 전 과정에서 발생할 수 있는 오차를 추정하여 불확도(uncertainty)로 표현할 수 있다. 불확도란 측정 대상으로부터 합리적으로 얻어진 분석결과에 영향을 미칠 수 있는 값들의 분포특성을 나타내는 매개변수로 결과값의 불확실한 정도를 나타낸다.

본 연구에서는 벤지미다졸계 구충제의 하나인 플루벤다졸 62.69 ng/g이 들어 있는 돼지고기를 시료로 사용하여 플루벤다졸 분석과정에서 발생할 수 있는 불확도를

\*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]

추정하고자 하였다 [1-3, 6, 8].

## 재료 및 방법

### 시약 및 분석기기

플루벤다졸은 Dr. Ehrenstorfer GmbH사의 제품을, 아세트니트릴과 에틸아세테이트는 J.T. Baker사의 고순도 용매를 사용하였다. 액체크로마토그래프(high performance liquid chromatograph, HPLC)는 Agilent 1100 Series를 사용하였으며, 컬럼은 Waters사의 C<sub>18</sub>이 충전된 XTerra RP18(4.6 mm I.D. 250 mm length, 5 µm particle size)을 사용하였다.

### 시료 분석방법

#### 1. 시료 전처리

균질화한 돼지고기 시료 1 g을 달아 시험관에 넣고 50% 아세트니트릴 1 ml와 에틸아세테이트 5 ml를 가하여 혼합하였다. 이 액을 3,000 rpm에서 10 분간 원심분리한 후 상층액(I)을 시험관에 취하고, 남은 잔사에 에틸아세테이트 5 ml를 다시 가하여 원심분리 한 후 상층액(II)을 취해 분리해 놓은 상층액(I)과 합하였다. 합해진 상층액을 질소가스로 거의 건조 단계까지 농축시킨 후 증류수 1 ml를 가하여 10 분간 초음파로 재 용해시켰다. 용액을 4°C에서 10 분간 원심분리(15,000 rpm)하고 상층액을 0.2 µm nylon syringe filter로 여과하여 HPLC 분석용 시험용액으로 사용하였다. 이상과 같은 시험 과정을 Fig. 1에 도식으로 나타내었다 [4, 5, 7].

#### 2. 기기분석

플루벤다졸 표준물질과 시험용액은 HPLC의 UV/Visible 검출기( $\lambda = 295 \text{ nm}$ )를 이용하여 분석하였다. 표준물질 분석에서 얻은 크로마토그램과 시험용액 분석에서 얻은 크로마토그램을 비교하여 머무름 시간이 일치되는 플루벤다졸 피크의 면적을 구하여 시험용액의 농도를 계산하였다. 이 농도에 시험용액의 회석배수(건조물에 가한 용매의 부피)를 곱하고 시료 무게로 나누어 최종 시료 중 플루벤다졸의 농도를 산출하였다.

## 결 과

공시한 돼지고기로부터 플루벤다졸을 분석하는 시험 과정에서 불확도가 발생할 수 있는 요인은 분석자에 따라 구분이 달라 질 수 있다. 본 연구에서는 다음과 같은 4종류를 불확도가 발생할 수 있는 주요 요인으로 구분하여 불확도 추정을 실시하였다. 불확도 요인을 찾아내기 위한 방법으로 요인분석도(cause and effect diagram)

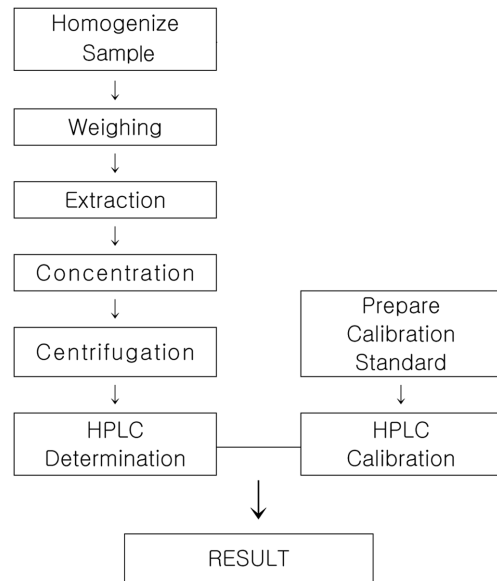


Fig. 1. Flow chart for the determination of flubendazole in pork.

를 만들었으며(Fig. 2) 시료의 무게 측정, 시험용액의 용량 측정, 표준용액의 분석결과로 검량선 작성 및 시료의 회수율 측정과정을 불확도 요인으로 분류하였다. 이에 따라 최종농도 산출을 위한 과정을 측정 모델식으로 만들고, 모델식의 각 항을 얻는 과정에서 발생할 수 있는 각 요인별 표준불확도를 산출하였다. 시료채취량( $S_m$ ), 시험용액의 용량( $v$ ), 표준 검량선( $lin$ ), 회수율( $rec$ ) 등의 각 요인별 표준불확도(standard uncertainty)를 합하여 합성불확도(combined standard uncertainty)를 계산하고 분석대상 시료를 모집단으로 확장한 경우에 대한 확장불확도(expanded uncertainty)를 산출하였다.

### 측정 모델식

시료내 잔류하는 플루벤다졸의 농도를 구하는 모델식을 식 (1)과 같이 만들었다. 시료채취량, 플루벤다졸을 유기용매로 추출하여 농축한 시료용액, 농도계산을 위하여 표준용액으로 작성한 검량선 및 시험방법의 적절성을 알 수 있는 회수율 등을 계산하면 시료에 잔류하는 플루벤다졸의 최종 농도를 계산할 수 있다.

$$C_s = \frac{C_o \cdot Sv}{S_m} \cdot f_{lin} \cdot f_{rec} \quad (1)$$

$C_s$  : 시료내 플루벤다졸 잔류농도(ng/g)

$C_o$  : 시험용액 농도(기기분석 농도, ng/ml)

$Sv$  : 시험용액의 용량(ml)

$S_m$  : 시료채취량(g)

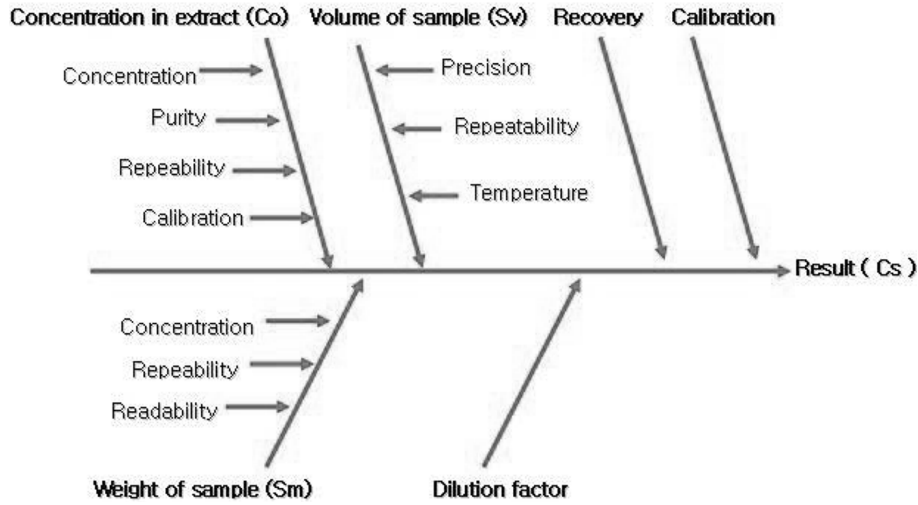


Fig. 2. Cause and effect diagram for the determination of flubendazole in pork.

Table 1. Uncertainty components and type of estimation

Component	Source of uncertainty	Type of estimation
Weight of sample (m)	Calibration report for balance ( $u_{m1}$ )	B
	Readability of balance ( $u_{m2}$ )	A
Volume of sample (v)	Calibration report for 1 mL micropipette ( $u_{cv}$ )	B
	Proficiency of analyst ( $u_{av}$ )	A
Calibration curve (lin)	Calibration report for balance ( $u_{bv}$ )	B
	uncertainty of calibration curve ( $u_{lin}$ )	A
Recovery (rec)	uncertainty of recovery ( $u_{rec}$ )	A

$f_{lin}$  : 표준검량선의 직선성

$f_{rec}$  : 시료전처리 및 기기분석 전 과정의 반복성·재현성(회수율)

**측정 불확도 요인**

모델식의 각 항을 구할 때 발생할 수 있는 불확도 요인을 선정하여 불확도 산출의 평가 방법 중 A형 또는 B형으로 구분하여 계산하였다(Table 1). A형 평가는 본 시험에서 직접 산출할 수 있는 불확도에 적용하였고, B형 평가는 저울 등 교정을 통하여 불확도를 이미 알고 있는 경우에 적용하였다. 저울, 피펫, 유리기구 등은 국가 공인 교정기관에서 교정을 받았다.

**각 요인별 표준불확도 추정**

1. 시료량(m)에 대한 상대표준불확도( $u_m$ )

분석대상 시료의 무게(돼지고기 1 g)에 대한 불확도를 평가하기 위하여, 교정성적서에 표기된 표준불확도( $u_{m1}$ )와 저울의 해독도(readability)에 따른 표준불확도( $u_{m2}$ )를

합하여 사용 저울에 대한 합성표준불확도( $u_{cm}$ )를 계산한 후 시료량에 대한 상대표준불확도로 나타내었다(Table 2).

(1) 사용저울의 교정성적서에 의한 표준불확도

전기식지시저울(CP3202S, Serial No. 15410070; Sartorius, German)의 교정성적서에 나타난 측정불확도는 0.010 g(신뢰수준 약 95%,  $k=2$ )이었다. 따라서 식 (2)와 같이 포함인자(coverage factor)  $k$  값으로 나누면 표준불확도는 0.005 g이 되었다.

$$u_{m1} = \frac{0.010}{2} = 0.005 \text{ g} \tag{2}$$

(2) 저울의 해독도에 따른 표준불확도

시료의 무게 측정에 사용한 저울은 눈금을 읽는 시험자에 따라 차이가 있을 수 있으므로 해독도의 불확도를 계산하였다. 교정성적서상의 해독도가 0.01 g이었으며, B형 불확도로 분류하여 직사각형 분포의 공식에 따라 식 (3)과 같이 계산하였다.

**Table 2.** Uncertainties of sample weighing with balance

Parameter	Description	Standard uncertainty ( $u$ )	Relative standard uncertainty ( $u_r$ )
$u_{rm}$	Relative standard uncertainty of sample weighing		0.005 8
$u_{cm}$	Combined standard uncertainty of balance	0.005 8 g	
$u_{m1}$	Standard uncertainty of balance from calibration report	0.005 g	
$u_{m2}$	Standard uncertainty of readability to balance	0.002 9 g	

**Table 3.** Uncertainties of volume measurement with 1 ml micropipette

Parameter	Description	Standard uncertainty ( $u$ )	Relative standard uncertainty ( $u_r$ )
$u_{rv}$	Relative standard uncertainty of sample volume		0.005 5
$u_{cv}$	Combined standard uncertainty of sample volume	0.005 5 ml	
$u_{cv1}$	Standard uncertainty of 1 ml micropipette from calibration report	0.001 5 ml	
$u_{cv2}$	Combined standard uncertainty of pipetting to analyst's proficiency	0.005 3 g	
$u_{av}$	Standard uncertainty of weighing 1 ml	0.001 6 g	
$u_{bv}$	Standard uncertainty of balance from calibration report	0.005 g	

$$u_{m2} = \frac{0.01}{\sqrt{3}} = 0.002 \text{ 9 g} \quad (3)$$

식 (2)와 식 (3)을 합하여 합성표준불확도를 계산하여 식 (4)에 나타내었다.

$$\begin{aligned} u_{cm} &= \sqrt{u_{m1}^2 + u_{m2}^2} \\ &= \sqrt{(0.005)^2 + (0.002 \text{ 9})^2} \\ &= 0.005 \text{ 8 g} \end{aligned} \quad (4)$$

따라서 시료량에 대한 불확도는 계산상의 편의를 위하여 표준불확도의 단위가 상쇄 되도록 한 상대표준불확도로 식 (5)에 나타내었다.

$$\begin{aligned} u_{rm} &= \frac{u_{cm}}{\text{시료량}} = \frac{0.005 \text{ 8 g}}{1 \text{ g}} \\ &= 0.005 \text{ 8} \end{aligned} \quad (5)$$

2. 시험용액의 용량( $v$ )에 대한 상대표준불확도( $u_{rv}$ )

시험용액의 용량(1 ml)에 대한 불확도를 평가하기 위하여, 1 ml micropipette의 교정성적서의 표준불확도( $u_{cv1}$ )와 micropipette으로 1 ml를 취할 때 시험자의 숙련도에 따른 표준불확도( $u_{cv2}$ )를 구하였다. 두 불확도를 합성하여 시험용액의 용량에 대한 합성표준불확도( $u_{cv}$ )를 계산한 후 상대표준불확도로 나타내었다(Table 3).

(1) 1 ml micropipette의 교정성적서에 의한 표준불확도 1 ml micropipette(1000  $\mu$ l, Serial No. MV20101; Biohit, USA)을 교정한 교정성적서상의 측정불확도는 0.003 ml (신뢰수준 약 95%,  $k=2$ )이었다. 따라서 식 (6)과 같이  $k$  값 2로 나누면 0.001 5 ml가 되었다.

$$u_{cv1} = \frac{0.003}{2} = 0.001 \text{ 5 ml} \quad (6)$$

(2) 1 ml pipetting시 시험자 숙련도에 따른 합성표준 불확도

용량 측정시 발생 할 수 있는 불확도를 구하기 위하여 1 ml micropipette을 이용하여 1 ml 취할때 시험자에 대한 표준불확도  $u_{cv2}$ 를 평가하였다. 증류수를 1 ml 씩 10회 반복 측정 한 무게의 표준불확도( $u_{av}$ )를 구하고, 저울의 교정성적서상에 나타난 표준불확도( $u_{bv}$ )와 합성하였다.

① 증류수 1 ml의 무게를 10회 반복 측정하였을 때의 표준편차(SD)를 이용하여 식 (7)과 같이 표준불확도를 계산하였다(Table 4).

$$u_{av} = \frac{SD}{\sqrt{n}} = \frac{0.005}{\sqrt{10}} = 0.001 \text{ 6 g} \quad (7)$$

② 사용저울의 교정성적서에 의한 표준불확도( $u_{bv}$ )는 전기식지시저울 교정성적서의 측정불확도 0.010 g(신뢰 수준 약 95%,  $k=2$ )이므로 식 (8)과 같으며 앞에서 계산한 식 (2)와 같다.

**Table 4.** Measurements of weight with 1 ml distilled water

Description	Weight (g)	Description	Weight (g)
Replicate 1	1.00	Replicate 6	1.00
Replicate 2	1.00	Replicate 7	0.99
Replicate 3	1.00	Replicate 8	1.00
Replicate 4	1.00	Replicate 9	1.01
Replicate 5	1.00	Replicate 10	1.00
		n	10
		Average	1.00
		SD	0.005

n: number of replicates.  
SD: standard deviation.

$$u_{bv} = \frac{0.010}{2} = 0.005 \text{ g} \quad (8)$$

식 (7)과 식 (8)을 합하여 용량 측정시 시험자의 숙련도에 따른 합성표준불확도를 구하여 식 (9)에 나타내었으며, 식 (6)과 식 (9)를 합하여 시험용액의 용량에 대한 합성표준불확도를 구하여 식 (10)에 나타내었다.

$$\begin{aligned} u_{cv2} &= \sqrt{u_{av}^2 + u_{bv}^2} \\ &= \sqrt{(0.0016)^2 + (0.005)^2} \\ &= 0.0053 \text{ g} \end{aligned} \quad (9)$$

$$\begin{aligned} u_{cv} &= \sqrt{u_{cv1}^2 + u_{cv2}^2} \\ &= \sqrt{(0.0015)^2 + (0.0053)^2} \\ &= 0.0055 \text{ ml} \end{aligned} \quad (10)$$

식 (10)의 시험용액에 대한 합성표준불확도의 단위를 상쇄시킨 상대표준불확도를 식 (11)에 나타내었다.

$$\begin{aligned} u_{rv} &= \frac{u_{cv}}{\text{측정부피}} = \frac{0.0055 \text{ ml}}{1 \text{ ml}} \\ &= 0.0055 \end{aligned} \quad (11)$$

3. 표준용액의 검량선(calibration curve)에 의한 상대표준불확도( $u_{lin}$ )

플루벤다졸 표준용액으로 50, 100 및 200 ng/ml 농도를 각각 3회 반복 측정된 결과로 엑셀 프로그램에서 최소자승법을 이용한 선형 회귀분석(linear least square fit)을 수행하였다. 식 (12), (13) 및 (14)에 따라 표준불확도( $u_{lin}$ )를 구한 결과 2.0314 ng/ml이었으며, 상대표준불확도는 0.0174로 산출되었다.

$$u(c_0) = \frac{S}{B_1} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(C_0 - C_{\text{평균}})^2}{S_{xx}}} \quad (12)$$

$C_0$ : 최종 결과값  
 $C$ : 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 변동값

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n [A_j - (B_0 + B_1 C_j)]^2}{n-2}} \quad (13)$$

$C_j$  및  $A_j$ 는 검량선을 구하기 위한 표준 용액 각각의 농도와 HPLC 농도이며, n은 총 측정 횟수이다.

$$S_{xx} = \sum_{j=1}^n (C_j - C_{\text{평균}})^2 \quad (14)$$

$C_{\text{평균}}$ 은 검량선을 구하기 위해 사용한 농도의 평균값이다.

4. 회수율에 대한 상대표준불확도( $u_{rec}$ )

균질한 시료 5개를 분석하여 평균회수율과 불확도를 구하였다. 돼지고기 1g씩 5개 시료에 대해 플루벤다졸 100 ng/g 농도를 각각 첨가하여 전처리하고 정량 분석하였다(Table 5). 시료 5개에 대한 평균회수율은 91.35 ng/g이었으며 표준편차는 3.364이었다. 회수율에 대한 표준불확도는 식 (15)와 같이 계산하여 1.5044를 얻었으며 이 값을 평균회수율로 나누어 식 (16)과 같이 상대표준불확도로 나타내었다.

$$u_{rec} = \frac{SD}{\sqrt{n}} = \frac{3.364}{\sqrt{5}} = 1.5044 \quad (15)$$

Sp: 공통실험표준편차  
n: 측정 횟수

$$U_{rec} = \frac{U_{rec}}{\text{평균회수율}} = \frac{1.5044\%}{91.35\%} = 0.0165 \quad (16)$$

합성표준불확도( $u_c(C_s)$ )의 계산

측정의 각 요인별로 구하여진 불확도를 Table 6에 정리하였다. 첨가시료의 플루벤다졸 농도가 측정량이며,

그 값은 62.69 ng/g이었다. 측정 모델식과 같이 모든 입력량의 변수는 곱과 나누기 형태로 이루어져 있으므로 상대표준불확도 제곱의 합으로 전체에 대한 합성표준불확도를 식(17)과 같이 구하였다.

$$\begin{aligned}
 u_c(C_s) &= \sqrt{(u_{rm}^2 + u_{rv}^2 + u_{rlin}^2 + u_{rrec}^2) \times C_s^2} \\
 &= \sqrt{((0.0058)^2 + (0.0055)^2 + (0.0174)^2 + (0.0165)^2) \times (62.69)^2} \\
 &= 1.5846 \text{ ng/g} \quad (17)
 \end{aligned}$$

**Table 5.** Recoveries of spiked flubendazole in pork

Description	Recovery (%)
Round	
1	85.46
2	93.39
3	92.62
4	93.49
5	91.79
n	5
Average	91.35
SD	3.364

n: number of determinations.

SD: standard deviation.

**Table 6.** Estimated uncertainties of flubendazole in pork

Description	Source of uncertainty	Standard uncertainty	Relative standard uncertainty	Degree of freedom
Weight of sample (m)	Relative standard uncertainty ( $u_{rm}$ )		0.0058	
	Combined standard uncertainty of balance ( $u_{cm}$ )	0.0058 g		
	Standard uncertainty on calibration report for balance ( $u_{m1}$ )	0.005 g		$\infty$
	Standard uncertainty of readability from balance ( $u_{m2}$ )	0.0029 g		$\infty$
Volume of sample (v)	Relative standard uncertainty of sample volume ( $u_{rv}$ )		0.0055	
	Combined standard uncertainty of sample volume 1 ml ( $u_{cv}$ )	0.0071 ml		
	Uncertainty of calibration of 1 ml micropipette ( $u_{cv1}$ )	0.0015 ml		$\infty$
	Combined standard uncertainty of analyst's proficiency from pipetting 1 ml ( $u_{cv2}$ )	0.0069 g		
	Standard uncertainty of weighing 1 ml ( $u_{av}$ )	0.005 g		9
	Uncertainty of balance from calibration report ( $u_{bv}$ )	0.005 g		$\infty$
Calibration curve (lin)	Relative uncertainty of calibration curve ( $u_{rlin}$ )		0.0174	
	Standard uncertainty of calibration curve ( $u_{lin}$ )	2.0314 ng/ml		7*
Recovery (rec)	Relative standard uncertainty of recovery ( $u_{rrec}$ )		0.00165	
	Standard uncertainty of recovery ( $u_{rec}$ )	1.5044 ng/g		4

\* Degree of freedom for standard uncertainty of an intercept and slope is (n-2) where n is the number of results used to estimate.

#### 확장불확도( $U(C_s)$ )의 계산

시료의 표준불확도를 모집단으로 확장하기 위하여 포함인자  $k$ 를 통계의  $t$ -분포표에서 찾아 사용하는데, 적절한  $k$ 를 선정하기 위하여 다음의 식 (18)의 Welch-Satterthwaite 공식을 이용하여 합성표준불확도의 유효자유도를 계산하였다.

$$v_{eff} = \frac{u_c^4(C_s)}{\sum_{i=1}^N \frac{[c_i u(x_i)]^4}{v_i}} \quad (18)$$

$v_i$ :  $u(x_i)$ 의 자유도

각 입력량에 대하여  $\frac{[c_i u(x_i)]^4}{v_i}$  와,

이들의 합을 구하여 유효자유도를 계산한 결과  $v_{eff} = 12.9$  이었다.  $t$ -분포표에서 약 95% 신뢰수준의 포함인자  $k$ 는 2.18이었다. 따라서 확장불확도는 식(19)과 같이 계산되어 3.4525 ng/g 으로 추정되었다.

$$\begin{aligned}
 U(C_s) \times k &= 1.5846 \times 2.18 \\
 &= 3.4525 \text{ ng/g} \quad (19)
 \end{aligned}$$

따라서 공시된 시료인 돼지고기 중 플루벤다졸 분석에서 검출된 농도와 추정된 측정불확도는  $62.69 \pm 3.45$  ng/g(신뢰수준 약 95%,  $k = 2.18$ )이었다.

## 고 찰

HPLC를 이용한 플루벤다졸의 분석은 표준물질에 대한 비교분석이므로 분석기기인 HPLC 자체의 변화는 무시하였고, 검량선 작성과 회수율 측정의 불확도를 주요 요인으로 산출하였다. 공시한 돼지고기에 들어있는 플루벤다졸의 농도는 62.69 ng/g이었으며, 추정된 4종류의 불확도 발생요인으로부터 산출한 불확도는 3.45 ng/g으로 신뢰수준 약 95%,  $k=2.18$ 이었다. 측정된 불확도는 측정값(농도)의 5.5%이었으며, 측정값은 매 측정시 59.24 ng/g에서 66.14 ng/g의 범위에 놓여 질 수 있음을 의미한다. 각 단계에서 불확도 요인이 많이 분류 될수록 보다 정확한 불확도 추정이 이루어 질 수 있으나 불확도 추정 후 결과에 미치는 영향이 미미한 불확도는 무시하며 영향력이 큰 불확도를 간과하지 말아야 함이 중요할 것으로 생각되는 바이다. 본 연구에서는 HPLC를 이용한 동물용의약품의 분석에서 일반적으로 발생할 수 있는 불확도를 추정하고자 하였으며, 사용하는 실험기구에 따라 저울이나 피펫 등의 불확도 추정이 불필요하고 다른 요인이 추정 될 수도 있을 것이다. 회수율의 의미로 보아 회수율의 불확도가 계산되어지면 시험 과정 전체에서 발생된 오차가 포함되므로 다른 불확도 요인의 추정이 필요 없을 것으로 생각 할 수도 있으나, 매 시험마다 회수율 자체가 달라 질 수 있으므로 불확도 요인에 포함하였다. 한 번 계산한 회수율의 불확도를 다음 시험에서 B type 불확도로 이용하여 전체 불확도 계산에 포함시킬 수도 있을 것이다. 반복시험을 수행하는 경우에는 주요 요인에 대한 불확도 추정식을 엑셀 프로그램에 저장하여 검량선 작성이나 회수율 등의 변화하는 값을 넣어 불확도가 계산되도록 하면 매우 편리하다.

검사, 제품의 성능측정, 분석시험 등에서 발생할 수 있는 불확도는 산업사회에서 매우 중요시 되고 있다. 제품 명세서나 시험 성적서에 불확도를 표기함으로써 신뢰수준이 명확해지며, 적합과 부적합의 범위를 보다 명확히 할 수 있다. 그러나 다수의 사람들이 이해하며 받아들일 수 있는 불확도를 산출하기는 쉽지 않다. 결과를 산출하는 사람의 주관에 따라 불확도 추정의 모델식과 주요 요인이 달라질 수 있기 때문이다. 불확도 추정의 표준방법은 설정 될 수 없으며 항상 변화할 수 있으나, 국제표준화기구(International Organization for Standardi-

zation, ISO)가 국제순수응용화학연합회(International Union of Pure and Applied Chemistry, IUPAC) 등의 국제기구들과 합동으로 발행한 측정불확도 표현지침서(Guide the Expression of Uncertainty in Measurement, GUM)를 측정 및 분석 분야에서 중요한 참고문서로 많이 이용하고 있다. 또한 EURACHEM guide가 널리 쓰이기도 하며 우리나라에서는 1999년 한국표준과학연구원서 발행한 지침서(측정불확도 표현지침; KRISS-99-070-SP)를 활용하기도 한다 [6].

## 참고문헌

1. 김영준, 김현위. 야채음료 중 비타민 C 분석에 있어서의 측정불확도 추정. *Korean J Food Sci Technol* 2003, **35**, 1053-1059.
2. 우진춘. 측정 및 분석결과의 불확도(III) : 국제규범(GUM)에 맞는 불확도 산출 및 표현. *Anal Sci Technol* 2000, **13**, 57A-87.
3. Díaz A, Vázquez L, Ventura F, Galceran MT. Estimation of measurement uncertainty for the determination of nonylphenol in water using solid-phase extraction and solid-phase microextraction procedures. *Anal Chimica Acta* 2004, **506**, 71-80.
4. Dowling G, Cantwell H, O'Keefe M, Smyth MR. Multi-residue method for the determination of benzimidazoles in bovine liver. *Anal Chem Acta* 2005, **529**, 285-292.
5. Dusi G, Gamba V, Faggionato E. Rapid determination of the antiparasitic drugs flubendazole and febantel in feeds by HPLC with ultraviolet detection. *J Pharm Biomed Anal* 2005, **38**, 375-379.
6. EURACHEM/CITAC Guide. Quantifying uncertainty in analytical measurement. 2nd ed, 2000-2006. Available from: URL: <http://www.measurementuncertainty.org/mu/guide/>
7. 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.
8. Ratola N, Martins L, Alves A. Ochratoxin A in wines-assessing global uncertainty associated with the results. *Anal Chimica Acta* 2004, **513**, 319-324.