

농약 이화학시험 분석기관 정도관리체계

장희라* · 이준엽 · 이영주 · 강혜림 · 김찬섭¹ · 김 균

호서대학교 안전성평가센터, ¹국립농업과학원 농산물안전성부

(2011년 11월 22일 접수, 2011년 12월 19일 수리)

Quality Control System for Analytical Chemistry Laboratory of Pesticide Products

Hee-Ra Chang*, Joon Yeob Lee, Young-Ju Lee, Hye-Rim Kang, Chan Sub Kim¹ and Kyun Kim

Environmental Chemistry, Toxicology Research Center, Hoseo University, 165 Sechul, Baebang, Asan-city, Chungnam, Korea 336-795, ¹Department of Crop Life Safety, National Academy of Agricultural Science, Suwon, Korea 441-707

Abstract

Many international organizations, such as the International Organization for Standardization (ISO) and Collaborative International Pesticide Analytical Council (CIPAC), have published a guide to quality control requirements, proficiency testing and method validation for pesticide formulation. In general, proficiency testing is to determine the performance of individual laboratories from the comparison of test results and to monitor a laboratory's performance abilities. One of quality assurance (QA) scheme would be include the validation of analytical method that implies a performance characteristics, specificity, selectivity, linearity and so on. According to many international organizations, the quantification methods of active substance in formulated pesticide products are required to be reproducible, accurate and precise. This study was conducted to compare the international guidelines for the quality control, proficiency testing and method validation of analytical laboratories and to propose a general guidance for the establishment of quality control system in the analytical chemistry laboratories of pesticide formulation in domestic.

Key words Pesticide formulation, Quality control, Quality assurance, Proficiency test, Method validation

서 론

국내외적으로 분석시험기관의 시험결과에 대한 신뢰성, 분석방법의 국제적 조화 및 상호인정에 대한 중요성이 점차 증대됨에 따라 국제적인 기준과 규범을 준수하여 이를 활용한 검증 절차의 필요성이 요구되면서, 국내에서 농산물 안전성 확보를 위한 관리의 엄격화 및 시험결과의 국제적 활용을 위하여 국제적으로 인증된 시험기관 지정 또는 시험기관 정도관리의 필요성이 증대되고 있다. 농약분석 시험기관에서 발급

한 시험성적서는 농약등록평가 및 농업정책에 반영되므로 시험결과의 신뢰성이 농산물 안전성 평가에 중요한 요소이며, 더 나아가 인체에 대한 안전성 확보에 영향을 미친다.

농약관리 및 분석표준화 관련 국제기구인 ISO(International Organization for Standardization), CIPAC(Collaborative in International Pesticides Analytical Council) / FAO(Food and Agriculture Organization of the United Nations)/ WHO (World Health Organization) 등은 관련지침서 등을 통하여 농약제품분석 시험연구기관 정도보증(quality assurance, QA) 과 관련하여 분석시험기관의 품질관리 및 신뢰성 보증을 위한 요구조건 등을 제시하고 있다(WHO, 2005). 농약분석 시

*연락처 : Tel. +82-41-540-9696, Fax. +82-41-540-9867

E-mail: hrchang@hoseo.edu

시험기관의 분석법 검증절차를 통한 시험결과의 객관적인 신뢰성 확보, 실험실 관리 및 표준작업절차(Standard Operating Procedures, SOPs) 준수에 따른 정도보증(QA) 능력향상, 데이터의 처리방법 등 정보의 문서화를 통한 실험실 정보관리 능력 향상이 요구되므로, 지속적인 정도관리(quality control, QC) 체계의 확립이 필요한 실정이다.

국제표준기관인 AOAC(Association of Official Analytical Chemists), ISO(International Organization for Standard) 및 IUPAC(International Union of Pure and Applied Chemistry) 등은 분석시험기관의 분석능력평가를 위한 숙련도시험 수행에 관한 지침서를 통합하여 제안하고 있으며, 국내의 경우 환경부에서 분석기관 정도관리 관련 법규를 정비하여 정기적으로 숙련도시험 및 현장평가를 수행하여 측정분석기관의 분석능력 평가 및 장비운영 능력을 평가하고 있다(IUPAC, 2006, 국립환경과학원, 2009, ISO/IEC 17043, 2010).

최근에 농약제품 분석법 검증을 통한 분석법 적용성은 시험기기, 분석자 및 시험기관 차이에 따른 재현성(repeatability) 까지도 포함하여 처리농도 수준에 따른 회수율(recovery) 및 변이계수(coefficient of variation) 기준을 자세하게 구분해서 규정하고 있으며, FAO(Food and Agriculture Organization of the United Nations), IAEA(International Atomic Energy Agency), IUPAC(International Union of Pure and Applied Chemistry), AOAC(Association of Official Analytical Chemists), CIPAC(Collaborative in International Pesticides Analytical Council) 등은 관련 지침서에 농약제품의 분석법 검증을 위한 요구조건을 제시하고 있다(CIPAC, 1999, Balayinannis 등 2004).

본 연구에서는 국제적으로 표준화된 지침서에 적합한 구체적이고, 효율적인 농약 이화학시험 분석기관의 농약제품 분석법의 검증절차를 포함하는 시험기관의 정도관리 체계를 제안하여, 농약 이화학시험 분석기관의 시험연구과정 및 결과에 대한 신뢰성 확보를 높일 수 있는 방안을 제시하고자 한다.

국내·외 정도관리체계 현황

국내

KOLAS(Korea Laboratory Accreditation Scheme)에서는 분석기관의 실험실을 대상으로 국제적 필수 요건인 시험 및 교정기관의 자격에 대한 일반요구사항인 ISO 17025 인증을 실시함으로써 국제적인 신뢰성을 확보하고 있다(KOLAS, 2011). 환경부는 환경분야 분석시험기관 정도관리방안으로

시험연구과정 및 결과에 대한 신뢰성 확보와 품질을 보증하기 위해 환경기술개발 및 지원에 관한 법률에 법적근거로써 ‘측정분석기관 정도관리의 방법 등에 관한 규정’을 정비하여 정기적인 숙련도 시험 및 현장평가를 수행하고 있다(국립환경과학원, 2009). 식품의약품안전청(Korea Food and Drug Administration, KFDA)에서는 2007년 한약재 분석기관 정도관리 표준화 기법연구 등 표준화된 정도관리(QC, Quality Control)체계를 확립하고 신뢰성 있는 분석결과 처리를 위하여 잔류농약분석을 위한 실험실정보관리시스템(LIMS, Laboratory Information Management System)을 도입하는 등 시험분석 업무의 높은 효율성을 고려하고 있다(식약청, 2007). 농촌진흥청은 농약 시험연구기관 지정기준을 통하여 이화학 시험기관의 지정기준으로써 인력, 시설 및 장비 기준 등을 제시하고 있으며, 농촌진흥청장이 고시한 이화학시험의 기준 및 방법을 농약등록 시험담당자에게 정기적으로 교육을 시행하고 있다. 이외에 농업환경분야 정도관리 지침서 작성 등 농업환경 분야에 속해있는 실험실 정도관리 체계 구축을 위한 관련 연구를 수행하였으며, 국내 농약제품 품질관리 향상을 위하여 농약제품분석관련 매뉴얼 및 표준운영지침을 작성하였다(농진청, 2010).

국외

정도관리에 대한 국제적인 동향을 살펴보면 국제연합의 식량농업기구(FAO, Food and Agriculture Organization of the United Nations)와 국제 원자력기구(IAEA, International Atomic Energy Agency)는 농약관리 및 분석표준화관련 잔류분석 시험기관의 품질관리 및 신뢰성 보증에 중점을 둔 워크숍을 개최하여 농약관리와 분석표준화의 중요성을 강조하였다(FAO/IAEA, 2006). CIPAC/FAO/WHO는 분석기관들에 대한 농약제품의 정도관리를 위해 국제적 필수 요건인 시험 및 교정기관 자격에 대한 일반요구사항인 ISO 17025 규정의 주요내용을 포함한 가이드라인을 제시하여 운영하고 있다(CIPAC/FAO/WHO, 2005). 미국 EPA(Environmental Protection Agency)에서도 분석법 검증 및 시험기관의 정도관리에 중요성의 일환으로 적정한 QA/QC protocol과 SOP 작성에 대한 지침들을 구체적으로 제시하고 있으며, 분석법 검증절차 및 적용과 관련하여 기술하도록 권고하고 있는 실정이다(US EPA, 1999). 이외에 CDER(Center for Drug Evaluation and Research) 등은 분석법 검증절차로 정확성(accuracy), 정밀성(precision), 특이성(specification), 검출한계(limit of detection), 정량한계(limit of quantitative), 직선성(linearity),

정량범위(range of quantitative), 재현성(reproducibility) 등의 요소들을 반영하며, 분석법의 적용성 여부에 시험기기, 분석자 및 시험기관 차이에 따른 재현성도 포함하고 있는 지침서를 제시하여 운영하고 있다(CDER, 2001). 또한 ISO 및 EU 등은 서로 다른 각국의 기준들을 조화·통일하여 각국의 품질관련 데이터들에 대하여 상호 인증하려는 노력이 시도되고 있다.

국내·외 현황 비교

국내·외 분석시험기관에 관한 정도관리를 위하여 요구되는 일반사항들을 비교하였다(Table 1). 현재 국내의 정도관리 현황을 살펴보면 국립환경과학원(National Institute of Environmental Research, NIER)에서는 측정대상항목 및 시료의 다양성을 포함한 “환경측정분석기관 정도관리 운영지침 및 품질 매뉴얼”이 ISO 매뉴얼에서 제시하는 형태의 정도관리와

유사하여 전체적인 내용 및 절차가 복잡하다. 농촌진흥청에서 제시하고 있는 “농약시험연구기관 지정기준(이화학), 이화학시험기준과 방법 및 검토기준”은 관리요구사항 중 기록, 인원 시설 및 장비에 관한 최소한의 기준을 요구하고 있어, 전체적인 관리와 기술적 측면에서 다소 미흡하다.

마지막으로, 국립농업과학원(National Academy of Agriculture Science, NAAS)에서는 시험법에 대한 정도관리내용을 위주로 한 “분석정도관리 지침 설정 연구”를 제시하고 있으며, ISO에서 제시하고 있는 내용을 대부분 포함하고 있다(고 등 2005). 국제표준화기구인 ISO의 시험기관 및 교정기관에 대한 일반적 요구사항인 ISO 17025 규정을 보면 내용적인 측면에서 전반적인 시험기관의 개념을 포함하고 있으나 내용이 지나치게 복잡하다. CIPAC, FAO, WHO 에서 제시하는 국제적 시험기관들의 농약제품 정도관리를 위한 가이드라인은 ISO 매뉴얼의 주요내용을 포함하고 있어 농약 이

Table 1. Comparison of domestic and international quality control

List	No.	ISO17025	CIPAC, FAO, WHO	NIER	RDA	NAAS
Management requirements	1	Organization	○	○		○
	2	Management system	○	○		
	3	Document control	○	○		○
	4	Review of request, tender and contracts	○	○		
	5	Subcontracting of tests		○		
	6	Purchasing services		○		
	7	Service to the customer		○		
	8	Complaints		○		
	9	Control of nonconforming		○		
	10	Improvement		○		
	11	Prevention action		○		
	12	Corrective action		○		
	13	Control of records	○	○	○	
	14	Internal inspection	○			○
	15	Management reviews				
Technical requirements	1	General				
	2	Personnel	○	○	○	○
	3	Accommodation & Environmental conditions	○	○	○	○
	4	Test & calibration methods & method validation	○	○	○	○
	5	Equipment	○	○	○	○
	6	Measurement traceability	○			○
	7	Sampling	○	○	○	○
	8	Handling of test items	○	○	○	○
	9	Assuring the quality of test & calibration results		○		
	10	Reporting the results		○	○	○

화학시험기관 정도관리에 적합하여 해당 가이드라인을 참고로 국내 농약 이화학시험기관의 정도관리 지침(안)을 제안하였다.

숙련도 시험은 시험기관의 분석능력 평가를 위하여 시험기관간 비교시험을 바탕으로 시험기관의 수행능력과 기술능력 정도를 파악하거나, 기관인증을 위한 하나의 요구조건으로 활용하고 있다. 특히 시험결과의 부정확성(*inaccuracy*)을 인지하여 개선하기 위한 시험기관내 내부관리시스템(*self-help system*)으로 시험자간(*inter-experimenter*) 시험수행도 평가로서도 활용가능하다. 국내·외 숙련도시험 관련 지침서의 요구조건을 비교하여 검토한 결과, ILAC은 ISO 17043의 숙련도시험과 동일하며, FAPAS(*Food Examination Performance Assessment Scheme*)는 IUPAC(*International Union of Pure and Applied Chemistry*)에 근거하여 농약잔류분석 중심으로 기술되어 있어 농약제품에 적용하기에는 내용 및 절차가 복잡하고, 국내기관들은 관련기준에 대한 규정으로 정도관리의 일반적 개념을 설명하고 있으나 숙련도시험 수행을 위한 구체적인 방법 및 절차가 기술되어 있지 않다(*Table 2*).

IUPAC에서 국제인증 기관인 ISO 및 AOAC와 상호협력하여 제안한 분석시험기관의 숙련도시험에 관한 지침은 숙련도 시험 수행에 있어 필수적인 항목을 기술하고 있어, 해당 지침서를 근거로 하여 농약이화학분석기관 숙련도시험 지침(안)을 제안하였다. 수행도 평가는 대부분의 국제인증기관들이 *Z-score*에 근거하여 기준값에 대한 정확성 및 비교시험기관들의 결과값 분산정도를 바탕으로 적합성 범위를 평가하고 있다(*Table 3*).

시험기관의 대상약제 분석에 적용된 분석법에 대한 신뢰성 확보를 위해서는 적절한 분석법 검증 절차는 반드시 필요하므로, CIPAC, COPR(*Control of Pesticides Regulations*), IAEA/FAO, IUPAC에서 요구하는 분석법 검증을 비교한 결과, CIPAC은 농약 *formulation*의 분석법 검증을 위한 항목으로 구성되어 있고, 다른 지침서 등에서 요구하고 있는 필수 항목인 특이성, 선택성, 직선성, 정확성 및 정밀성을 모두 포함하고 있다(*Table 4*). 따라서 농약 이화학시험 분석법 검증 절차(안)을 CIPAC 지침서에 제시하고 있는 내용을 검토하여 국내에 적용할 수 있는 수행내용 및 평가기준을 제안하였다.

Table 2. Comparison of domestic and international proficiency testing

No	ISO17043	ILAC	IUPAC/AOAC/ISO	FAPAS	NIER	KFDA
1	General	○				
2	Personnel	○				
3	Equipment, accommodation and environment	○			○	○
	Planning	○	○	○	○	○
	Establishing an technical advisory group	○	○		○	
	Preparation of proficiency test items	○	○	○	○	
4	Homogeneity & stability	○	○	○	○	
	Statical design	○	○	○		
	Assigned values	○	○			
5	Choice of method or procedure	○	○	○		
	Instruction for participants	○	○	○		
6	Proficiency test items handling/storage	○		○		
	Packaging, labelling & distribution of proficiency test	○	○	○		
7	Data analysis & records	○	○	○	○	
	Evaluation of performance	○	○	○	○	
8	Reports	○	○	○	○	○
9	Communication with participants	○	○	○	○	
10	Confidentiality	○	○	○		○

Technical Requirements

Table 3. Assessment of performance and performance criteria for domestic and international proficiency testing

Evaluation method		ISO 17043	ISO 13528	ILAC	IUPAC	FAPAS	NIER	KFDA	Criteria
D%	$\{(x-X)/X\} \times 100$ x : participant's result X : assigned value	○	○				○		D(%) ≤ ± 30 : satisfactory D(%) > ± 30 : unsatisfactory (NIER)
z score	$(x-X)/\delta$ δ : standard deviation	○	○		○	○	○	○	z = 0 : perfect z ≤ 2.0 : satisfactory 2.0 ≤ z < 3.0 : questionable z ≥ 3.0 : unsatisfactory
z' score	modified z score		○		○				Not recommended (IUPAC)
zeta score	$(x-X)/\sqrt{u_{lab}^2 + u_{av}^2}$ u _{lab} : standard uncertainty of a participant's result u _{av} : standard uncertainty of the assign value	○	○		○				based on uncertainty
En	$(x-X)/\sqrt{U_{lab}^2 + U_{ref}^2}$ U _{lab} : expanded uncertainty of participant's result U _{ref} : expanded uncertainty of the reference lab.'s assigned value	○	○						En ≤ 1.0 : satisfactory En > 1.0 : unsatisfactory (ISO17043)
Q score	$(x-X_a)/X_a$ x : result reported by the lab. X _a : best estimate of the 'true' value					○			Not use for assessment of performance (FAPAS)

Table 4. Comparison of the performance characteristics for method validation

No.	Verification item	CIPAC	COPR	IAEA, FAO	IUPAC
1	Applicability	○		○	○
2	Specificity	○			
3	Selectivity (interference)	○	○	○	○
4	Sensitivity		○	○	○
5	Linearity	○	○	○	○
6	Accuracy	Trueness (Bias)	○	○	○
7	Precision	Repeatability	○	○	○
		Reproducibility	○	○	○
8	Robustness		○		
9	Ruggedness		○	○	○
10	Range			○	○
11	LOD		○	○	○
12	LOQ		○	○	○
13	Practicability			○	

농약의 이화학 시험연구기관 정도관리 지침(안)

본 지침은 국가에서 지정하는 이화학분석 시험연구기관의 정도관리를 강화하여 시험성적서에 대한 신뢰성을 확보하고자 시험기관의 시설 및 운영, 조직, 직원, 시험방법 등에 관하

여 정도보증을 위한 관리 및 기술 요구사항을 기술한 것으로 내용은 다음과 같다(Fig. 1과 2).

관리요구사항

시험성적서에 대한 신뢰성을 확보하기 위하여 시험기관은

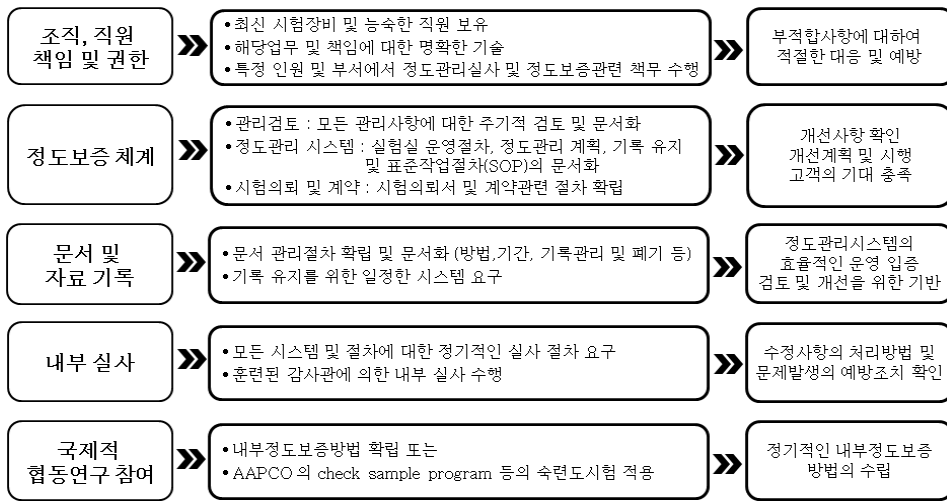


Fig. 1. Management requirements scheme.

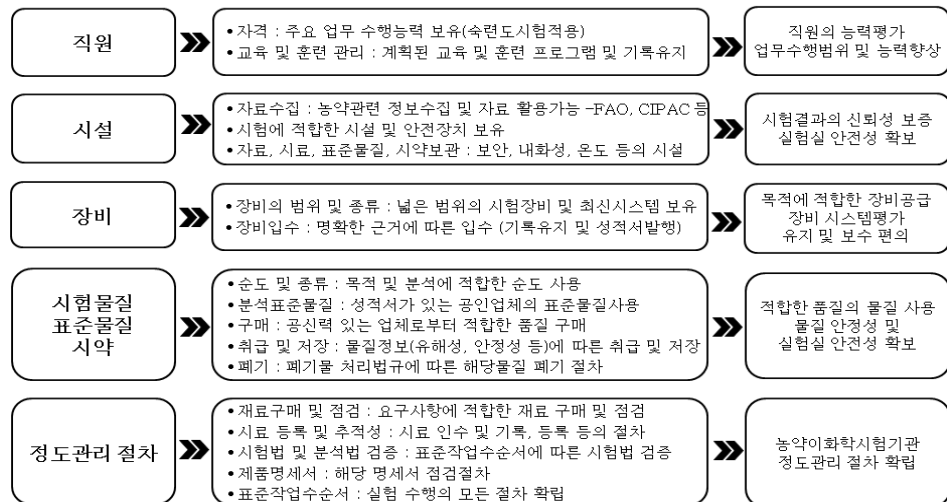


Fig. 2. Technical requirements scheme.

최신 시험장비 및 능숙한 직원을 보유하여 부적합 사항에 대한 적절한 대응 및 예방이 이루어 질 수 있어야 한다. 주기적 인(일반적으로 1년에 1회) 관리검토로 개선사항에 대해 확인 하며, 검토과정을 바탕으로 개선계획 및 시행에 대해 문서화 하여야 하며, 기초자료 및 전자파일 보관을 통하여 결과의 추적이 가능하도록 표준작업절차를 문서화하는 정도관리시스템 구축이 요구된다. 또한 주요 고객에 시험 의뢰서 및 계약 관련 절차가 확립되어야 한다. 정도관리의 효율적인 운영 입증과 검토 및 개선을 위한 기반으로 문서 및 자료기록 등에 대한 절차가 요구된다. 또한 시험기관의 모든 시스템 및 절차에 대한 정기적인 실사가 필요하며 국제적 협동연구에 참여 하여 정기적으로 시험기관의 내부정보보증 방법의 수립이 요구된다.

조직, 직원 책임 및 권한

시험기관은 최신 시험장비를 갖추고, 훈련된 능숙한 직원을 보유하며, 모든 직원은 시험자료의 신뢰성에 영향을 주기 때문에 해당 업무 및 책임에 대하여 명확하게 기술되어야 한다. 시험기관의 조직도상에 각각의 업무, 핵심 분야의 책임자들을 명확하게 기재하여 전반적으로 확인 가능하게 함으로써, 부적합한 사항에 대한 적절한 대응 및 예방이 이루어 질 수 있어야 한다. 특정 인원 또는 부서에서 정도관리 실사 및 시험시설에 대한 정보보증관련 책무를 수행한다.

정보보증 체계

모든 시스템 및 절차 등 관리사항에 대하여 주기적(일반적으로 1년에 1회)으로 검토하여, 조직, 훈련, 특정절차 및 분석

방법 변경 등의 개선사항을 확인하도록 권장한다. 이러한 검토과정을 통하여 합의된 개선 계획은 시행일을 포함하여 문서화한다. 관리검토를 위한 주요사항은 다음과 같다.

- 인력, 공간 및 시험수용 능력 등의 기존 자원
- 검·교정 계획서 유지
- 관리 프로그램 유지
- 숙련도시험 프로그램 결과(선택사항)
- 시험능력평가 프로그램(collaborative testing programmes) 결과

시험기관의 정도관리지침서는 실험실 운영 주요절차, 정도관리계획, 기록 유지 등의 주요 요소들을 포함하여야한다. 정도관리계획은 모든 시설, 장비, 인력, 기술, 절차 등의 활용 및 개선 사항으로 고객의 요구사항의 변경 등에 대한 대응함으로써 고객의 기대를 충족시킬 수 있어야 한다. 정도관리시스템은 기초자료 및 전자 파일의 보관을 통하여 결과의 추적 가능성과 대조물질 및 기기 등을 포함한 표준작업절차(SOP; Standard Operation Procedure)를 문서화가 중요하다.

주요 고객에 시험 의뢰서 및 계약관련 절차를 확립하여야 하며, 다음의 내용을 포함한다.

- 시험의뢰 전에 고객의 요구사항을 확인하는 절차의 적절성 및 명확성
- 계약 변경 절차
- 시료 수령, 저장 및 폐기관련 절차
- 시험의뢰 및 계약 기록 체계 및 보관

문서 및 자료 기록

모든 주요 문서, 실험 결과 및 기타자료 관리방법과 보관기간 등을 정의하는 절차가 요구되며, 문서에 다음과 같은 내용을 포함한다.

- 모든 분석 및 물리성 시험방법
- 모든 제품 설명서
- 모든 실험실 운영절차
- 모든 건강 및 환경 안전 관리 절차

모든 문서는 개정사항, 배부처, 교체 및 폐기관련 사항 등을 포함하고 기재된 시험 방법이 시험 수행시 쉽게 적용할 수 있는 간단명료한 문서체계가 요구된다. 모든 문서는 출력된 자료 또는 전자파일로 보관할 수 있다. 특히, 운영절차 및 방법의 개선 및 변경은 자격이 있는 직원에 의한 적절한 승인절차가 반드시 요구된다. 기록 유지를 위한 일정한 시스템이 요구되며, 다음과 같은 내용을 포함한다.

- 모든 시험결과
- 시료

- 검·교정 및 유지관리 기록
- 훈련기록
- 분석성적서
- 시험의뢰서

정도관리시스템의 효율적인 운영을 입증하기위하여 기록이 유지되어야하며, 유지된 기록은 검토 및 개선을 위한 기반으로 사용한다. 해당 절차는 기록의 보관방법, 기간, 기록의 관리 및 폐기에 대한 사항을 나타내야 하며, 모든 기록은 명확하게 확인 가능해야 하며, 파손 및 분실을 최소화 할 수 있도록 보관한다. 정도관리관련 기록내용은 다음과 같다.

- 경영검토 및 감사 기록
- 시험 계약서 및 의뢰서
- 공급업체 목록
- 공급업체 추적 기록
- 분석 및 시험결과
- 교정 및 관리 기록
- 부적합 및 승인 기록
- 고객 불만
- 교육훈련 기록 및 계획
- 감사 기록 및 계획

내부 실사

시험기관의 모든 시스템 및 절차에 대한 정기적인 실사 절차가 요구되며, 이는 훈련된 감사관으로 구성된 팀에 의해 수행되어야한다. 감사절차는 다음과 같은 내용을 포함한다.

- 실사일정에 대한 계획
- 실사항목을 포함한 개별감사 계획
- 실사수행
- 결과의 문서화
- 실험실 책임자에 대한 수정 및 보완 확인
- 시정 조치 확인을 위한 재실사 수행

이러한 실사과정을 통하여 수정사항의 처리방법 및 문제 발생에 대한 예방조치 확인이 가능하고, 다음의 내용을 보완할 수 있다.

- 고객 불만에 대한 효율적인 대응
- 부적합 절차에 대한 효율적인 조사
- 시정조치 수행에 대한 관리
- 주요 정도측정 요인 분석(예, 오차, 승인, 실사 결과, 정도 관리 기록, 고객 불만 등)
- 부적합 예방 조치
- 관리 검토시 지적사항

국제적 협동연구 참여

시험기관은 정기적으로 내부정보보증 방법을 수립하도록 권장한다. 농약제제는 일반적으로 표준물질로 사용할 수 없으므로, 내부정보보증방법으로 별도의 표준용액 사용(별도의 표준물질을 사용하여 조제한 표준용액사용), 제제에 유효성분 표준용액을 일정농도로 처리하여 분석하는 방법을 강력하게 권고한다.

AAPCO(Association of American Pesticide Control Officials)의 Check Sample Program과 같은 시험기관의 숙련도시험 적용을 적극 권장한다.

기술요구사항

신뢰성 있는 시험성적서 확보를 위한 기술요구사항에는 주요 업무 수행능력을 보유한 직원과 모든 수행업무에 대한 충분한 교육·훈련 프로그램이 요구되며, 이는 기술적인 내용 이외에 자기개발 및 경영 기술까지 포함한다. 시설에 있어서는 국제자료 수집 및 자료 활용이 가능하여야 하며 시험에 적합한 시설 및 안전장치가 보유되어 있어야 한다. 실험실 장비에 있어서는 목적에 적합한 장비가 공급되어야 하며, 유지 및 보수가 바로 수행 가능한 공급업체가 선정되어야 한다. 마지막으로 농약이화학시험기관 정도관리 절차 구축을 위해 재료 구매 및 점검, 시료 등록 및 추적성, 시험법 및 분석법 검증, 제품명세서 그리고 표준작업수순서에 대한 확립이 요구되어 진다.

직원

직원은 업무해설서상의 주요 업무를 수행할 수 있는 자격을 갖추어야 한다. 업무 수행 자격에 대한 평가는 자격증, 경력 및 개인 특성을 고려한다. 분석담당 직원은 분석능력 평가 및 분석절차의 재현성에 대한 정보를 제공하는 숙련도시험과정의 일부를 적용한다. 직원은 모든 수행업무에 대하여 충분한 교육·훈련이 요구되며, 교육·훈련 내용은 지속적으로 기록되어야 한다. 직원의 업무수행 범위 및 능력 향상을 위해 계획된 교육·훈련 프로그램이 있어야 한다. 교육·훈련 프로그램은 기술적인 내용 이외에 자기개발 및 경영 기술까지 포함한다.

정도관리 업무를 수행하는 모든 직원은 능력 평가를 위하여 교육·훈련 프로그램이 요구된다. 교육·훈련은 실습, 공인 교육과정 및 학위과정 등으로, 다음과 같은 절차가 요구된다.

- 교육·훈련 계획서 작성(필요성 및 예정일자)
- 교육·훈련 요청에 대한 정기적인 검토
- 적합성에 대한 실사

농약관리시험기관에 근무하는 직원들은 자연과학에 대한 풍부한 지식과 적합한 과학적 교육과정을 이수하도록 한다. 이외에도, 직원의 문제해결 능력, 분석적 및 논리적 사고, 업무영향 평가, 창의적 사고 및 세부사항 처리 능력 등을 구분하여 직원 평가에 도움을 줄 수 있는 체계로 활용한다.

적합한 실험실 안전절차를 위하여 직원들은 모든 안전, 건강 및 환경요건에 대하여 충분히 숙지하여야 하며, 정기적인 평가 및 훈련을 통하여 확인한다. 교육·훈련프로그램 및 기록을 포함한 관리시스템의 모든 사항과 관련절차는 정기적으로 실사를 실시하고, 실사는 수행 업무에 대하여 숙련된 직원에 의하여 수행되어야 한다.

시설

FAO 및 WHO에서 기술하고 있는 농약관련 정보 수집과 농약 제조회사에서 제공받은 정보 및 “Pesticide Manual”에 있는 기본정보, CIPAC, AOAC 및 ASTM 방법 등을 접속하여 활용할 수 있는 시설이 있어야 한다. 시험결과의 신뢰성을 위하여 시험시설은 중요한 요소로서 요구조건은 다음과 같다.

- 청결 유지가 가능한 계단 및 표면으로 된 현대식 건물
- 진동 영향 없는 위치
- 전기 공급 양호
- 에어컨
- 가스라인 시설(Gas chromatography 사용을 위한 질소, 헬륨, 수소 등 공급)
- 배수 및 폐수 처리시설
- 시료 전처리 수행 및 장비를 위한 적절한 공간
- 휘발성, 먼지발생 및 독성 물질 취급을 위한 흡 후드 장치
- 수집자료, 결과자료, 보고서 등의 자료보관 시설
- 안전시스템(화재감지 및 진압, 가스경보, 보안경 착용, 보호장갑 및 실험복 착용)

자료의 정리 및 보관은 분리된 보안시설이 요구되며, 중요한 자료는 내화성 보관고에 백업 화일과 함께 보관되어야 한다. 제품시료는 밀봉용기에 환기 및 온도조절이 가능한 장소에서 최소 3년간 보관한다. 화학물질 및 시약도 환기 및 온도조절이 가능한 장소에 보관하고, 화염성이 있는 용매들은 내화성 보관고를 사용한다. 물질은 선입선출법에 근거하여 사용가능하게 저장하고, 유통기한이 지난 물질의 폐기가 가능해야 한다.

장비

실험실은 다음과 같은 넓은 범위의 분석 및 물리적 시험

장비를 포함하는 최신시스템을 갖추어야 한다.

- Split/Splitless 모드 가능 GC-FID
- Packed column 사용 가능 GC-FID
- UV 검출기 및 column oven 포함 HPLC
- GC/MS
- Chromatography 결과처리 시스템 또는 최신 실험실 자료처리 시스템
- Chromatography 장비에 연결되어 사용되는 모든 부품
- UV 및 IR spectrophotometer
- 실험실 저울(0.1 mg 감도)
- 다양한 범위의 실험실용 부피측정 초자류
- 시료 및 표준물질의 건조 및 보관을 위한 건조기, 데시케이터, 냉장고
- 현탁액 및 유탁액 농약의 현수성 및 유화안정성시험을 위한 향운수조, 현수성 용기, Crow receivers
- 비중 및 밀도 측정을 위한 비중계 및 비중병
- 입자크기의 측정을 위한 실험용 체
- 용매제거를 위한 감압농축기
- 실험실 온도계
- pH 측정 장치 및 적정장치
- 시료 용해를 위한 초음파 수조
- 부피밀도 및 가공밀도 측정장치

분석장비는 목적에 적합한 장비 공급 여부를 확인할 수 있는 기록이 증명가능한 주요 공급업체로부터 구매한다. 장비의 주요품목들은 요구조건에 적합한 명확한 근거에 따라 구매하며, 가능하면 시스템평가에 대한 성적서가 필요하다. 특히 컴퓨터로 통제하는 장비는 유지 및 보수가 바로 수행 가능한 공급업체를 선정하며, 이는 공급업체 선정평가에 주요사항이다.

시험물질, 표준물질 및 시약

모든 화학물질 및 시약들은 잘 알려진 실험용 화학물질 공급업체로부터 구매하며 사용목적에 적합한 것을 사용한다. 특히 크로마토그래피에 사용되는 실험실 가스 및 용매는 기기 및 컬럼에 적합한 고순도를 사용한다. 분석법에서 제시하는 화학물질 순도 관련 기술내용에 주의한다.

분석표준물질은 성적서가 있는 표준물질(CRM; Certified Reference materials)을 사용해야 한다. 분석표준물질은 우선 CIPAC/AOAC 방법에서 명시된 바와 같이 제공받거나 또는 농약 제조회사나 공인된 국내외 표준물질 업체 및 일반 표준물질 업체에서 구입한다. 시험기관은 논란의 여지를 피하기 위하여 같은 batch의 표준물질을 사용하도록 권장한다.

분석표준물질의 보관은 냉장, 밀봉, 제습 등 취급설명서에 따라 보관하거나, 제조업자 또는 공급업자로부터 제공되는 정보에 따라 보관해야 한다. 화학물질 및 시약들은 공신력 있는 공급업체로부터 구매하고 품질기준 적합성을 확인한다. 구매 절차는 재료구입 및 점검 부분에서 명시된 모든 사항에 대해 적용되어야 한다.

화학물질 취급은 해당물질에 대한 명확한 유해성 정보를 갖고 이루어져야 하며, 특히 독성물질 취급은 실험실에서 규정된 방법에 따라 수행되어야 한다. 독성 및 휘발성이 있는 물질은 반드시 흡후드에서 취급하며, 실험실 장갑, 보안경, 실험복 등의 보호장비를 착용해야 하고, 신발은 앞을 덮어주는 모양을 착용한다. 모든 화학물질은 관련정보에 기술된 조건 및 안전규제기준에 따라 조명조건 및 환기시설이 있으며, 온도조절이 가능하고 보안이 되는 장소에 보관한다. 화염성물질은 실험실 및 일반 보관장소의 내화성 보관고에 보관한다.

모든 실험실직원들은 폐기물 처리법규에 대한 지식을 갖추고 있어야하며 해당 절차에 따라 엄격하게 수행한다. 용매 및 유기물질을 포함한 폐기물은 적합한 용기에 수거하여 보관하고 안전한 폐기 및 처리소로 보낸다. 유기염소계 용매를 포함한 액체 폐기물들은 발열반응 가능성을 방지위하여 반드시 분리 보관하여, 분리폐기 및 소각 처리가 가능하게 한다. 실험실 폐수는 적절한 폐수처리시스템 시설을 유지한다.

정도관리 절차

재료구매 및 점검은 실험실의 전반적인 요구사항에 적합하도록 다음의 내용을 포함한다.

- 기존 공급업체 최근 목록
- 신규 공급업체 승인 절차
- 적합성 또는 분석에 대한 인증서 수령 절차
- 불량 물품 처리 또는 점검 시스템

재료에는 시약, 실험장비 및 소모품, 라벨, 소프트웨어 등이 포함되며, 점검은 외부 검/교정, 청소업체 등을 포함한다. 시료등록과 추적성 확보를 위하여 시료등록 입수시료의 인수 및 기록하는 장소가 필요하며, 반드시 정확하게 표지를 하고 해당 번호를 부여한다.

부여된 고유번호는 시험수행과정에서 시료에 대한 구분이 가능한 중요한 사항이며 시료 추적이 가능하다. 해당기록 정리 및 결과 처리 등의 시험완료 후, 시료는 자료 검토를 위한 검색이 용이하게 부여된 번호순으로 보관한다. 시험기관은 시료코드화 시스템, 모든 분석과정에 대한 자료, 최종 결과기록 및 보고서에 전산 정보관리시스템을 적용할 수 있다.

시험법 및 분석법 검증

시험기관은 표준작업수순에 따라 시험법 검증을 위한 모든 과정이 수행되어야 한다. 해당 시험법은 시험기관에서 개발하여 검증할 수도 있으나, 최소한 CIPAC 또는 AOAC 방법에 근거하여 적용한다. 적용 시험법에 대한 재현성이 입증되어 심사목적에 적합함을 기술해야 한다.

시험기관에서 시험법 개발이 필요한 경우, 시험시료에 적용하기 전에 일반적으로 적용되고 있는 절차에 따라 시험법 검증을 수행한다. 시험기관에서 처음 적용하는 시험법 및 실험자가 해당절차에 대한 경험이 부족한 경우, 기존시료를 이용하여 재현성, 정확성, 정밀성 등을 확인해야 한다. 원제의 불순물 프로파일 확인시, 방해물질 확인을 위하여 무처리 및 처리시료 사용 및 회수율 수준 등을 구체적으로 기술한다. 이러한 확인은 분석 전에 수행되어야 하며, 회수율 및 다른 기준이 모두 적합해야 한다.

표준작업수순서

시험기관은 실험을 수행하는데 있어 표준작업수순서(SOP)가 필요하며, 다음의 내용들이 포함되어야 한다.

- 시료 인수, 취급 및 저장, 유통기한
- 기기 정도관리 및 특정기기에 대한 점검
- 분석표준물질 및 기타 보정물질 입수, 저장 및 사용
- 시약 및 시험용액의 유효기간, 저장, 사용 및 폐기
- 시험장비 관리 계획
- 장비 및 공급업체 선정

- 시험자료 처리절차 및 전자화일의 보관
 - 정도관리내용 및 절차
 - 모든 실험실장비에 대한 표준작업수순서
- 모든 시료 및 저장용액에 대하여 정확한 표지 및 유효기간의 준수 등 신중한 관리가 중요하다.

농약의 이화학 시험연구기관 숙련도시험(안)

농약 이화학시험 분석기관의 수행능력 평가 및 향상을 위하여 숙련도시험 수행이 요구되며, 분석자에게 보다 효율적, 과학적 및 전문적인 방법을 통하여 분석시험기관에서 신뢰성 있는 결과를 생산하는데 있어 적절한 정도보증 및 시험수행에 대한 점검절차 등이 요구되는데, 이러한 방법의 일환으로 숙련도시험을 시행하게 된다(Fig. 3). 일반적으로 숙련도시험에 참여한 분석기관은 배포된 미지시료에 대한 결과값을 제출하며, 참여기관들이 제출한 결과들은 적절한 통계적 방법에 따라 평가되어야 한다(Fig. 4). 또한 숙련도시험 시행기관은 숙련도시험 수행 시 계획서를 참여기관에 배포하여야 하며, 시험수행을 위한 시험시료 배포 시 시료관련 정보, 시험목적에 적합한 적용 기준 등 분석법 선정에 사용 가능한 정보내용 및 분석수행 방법, 결과처리 및 보고서 작성 등 시행되는 숙련도시험에 관한 전반적인 내용을 포함하고 있어야 한다(Fig 5).

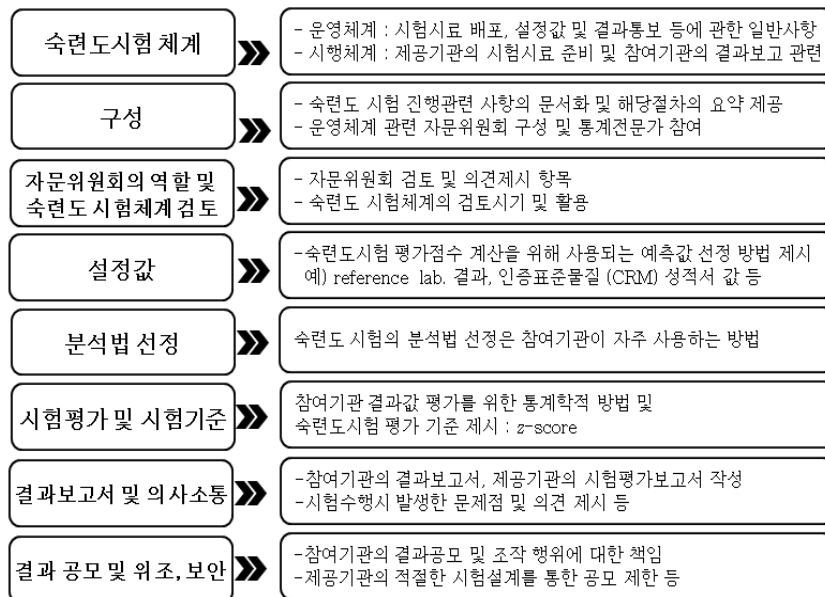


Fig. 3. Procedure scheme for proficiency testing.

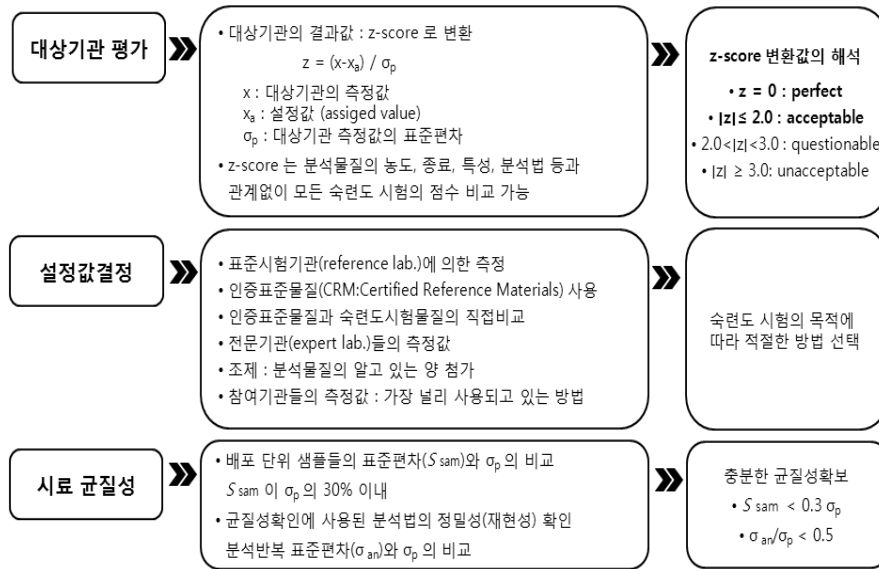


Fig. 4. Performance criteria for the assessment of proficiency testing.

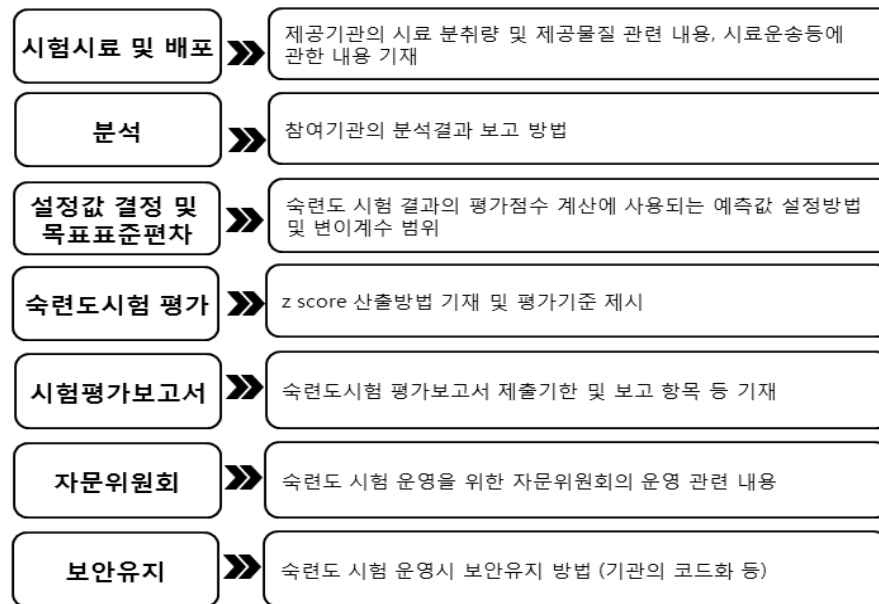


Fig. 5. Protocol requirements for proficiency testing.

운영체제

시험시료는 주어진 날짜까지 결과 제출이 요구되는 참가자들에게 정해진 기간에 배포하며, 배포된 시료의 각각의 측정값에 대한 설정값은 보고서 제출 마감기한 후에도 참여기관에 공개하지 않는다. 시험결과는 시행기관에 의해 통계적 분석법을 적용하여 점수로 변환되며, 참여기관에 수행능력 평가 결과를 통보한다. 수행능력 평가결과, 부적합 기관에 대해서는 원인 분석 및 적절한 시정조치를 요구할 수 있다.

시행체계

시행기관은 시험시료의 조제 및 입증을 준비하고, 정해진 일정하에서 시험시료를 배포해야 한다. 참여기관은 시험시료를 분석하고 그 결과를 시행기관에 보고하고, 결과 값들은 통계분석을 수행하고 평가하여 점수화하여 참여기관에게 수행능력평가 결과를 통보한다. 수행능력이 부족한 참여기관에 대해서는 적절한 시정조치를 요구하고, 필요한 경우, 다음 수행시기에 제공기관이 재검토할 수 있다.

구성

숙련도 시험의 진행관련 사항은 제공기관의 책임하에 자체 정도관리 지침에 따라 모든 수행내용 및 절차를 문서화하고, 해당 절차에 대한 요약은 모든 참여기관에 제공한다. 운영체제의 전체적인 방향은 관련분야의 전문가(제공기관, 참여기관, 전문기관, 분석의뢰기관 등)로 구성된 자문위원회에 의한 관리감독이 요구되며, 통계 전문가는 반드시 구성인원에 포함되어야 한다.

자문위원회 역할

자문위원회는 다음의 사항에 대하여 검토 및 의견을 제시할 수 있다.

- 시험시료 형태, 분석성분 및 농도범위 선정
- 숙련도 시험 횟수
- 평가체계 및 통계절차
- 참여기관에 대한 시정
- 숙련도 시험 시행시 발생가능한 문제점
- 참여기관용 설명서
- 결과보고서에 대한 참여기관의 형식
- 평가서 내용
- 참여기관과의 의사소통 방법

숙련도 시험체계의 검토

시험체계의 운영은 정기적으로 검토하여, 제공기관은 수행 시기마다 결과 및 주요사항들(예, 장단점, 특정 문제 및 개선점 등)을 검토한다. 제공기관 및 자문위원회는 일반적으로 매년 시험수행에 대한 제공기관의 검토사항 등의 전반적인 운영체계에 대하여 점검한다. 이러한 점검에 대한 요약은 참여기관에서 활용 가능하며, 이외에 자문위원에서 적절하다고 인정하는 기관에서도 활용할 수 있다.

시험시료

제공기관 책임하에 시험시료의 조제 및 준비과정 등이 수행되어야 하며, 시험시료 조제기관은 재현성 있는 분석이 수행 가능해야 한다. 시험수행시 배포되는 시료는 일반적으로 분석되는 matrix 구성성분, 분석물질 농도수준 등의 시료형태가 유사해야 한다. 숙련도시험을 위하여 조제된 시험시료는 모든 참여기관에 제공된 배포시료가 평균 분석물질 농도에 크게 영향을 주지 않도록 각각의 배포시료에 대한 균질성 및 안정성이 반드시 확보되어야 하며, 제공기관은 시험시료의 균질성 확인절차를 명확하게 기술해야 한다.

배포시료의 양은 숙련도시험 계획서에서 허용된 범위 재분석이 가능하도록 충분한 양이어야 한다. 분석물질이 불안정하다고 판단될 경우, 제공기관은 분석수행 완료기한을 제시해야할 필요가 있다. 제공기관은 시험시료에 대한 위험가능성 및 이와 관련된 적절한 조치 등을 검토해야하며, 시험시료 배포시 시료관련 정보, 시험목적에 적합한 적용기준 등 분석법 선정에 사용가능한 정보를 동시에 제공한다. 이때, 설정값에 대한 정보는 포함되지 않는다.

제공기관은 시험시료 배포시기 및 횟수를 자문위원회와 상의하여 결정하며, 일반적으로 년 2~10회 정도로 한다.

설정값

설정값은 숙련도시험 평가점수 계산을 위해 사용되는 측정값에 대한 예측값으로, 참여기관의 결과보고까지 공개하지 않으며, 설정값은 다음 방법 중 하나를 선택하여 결정한다.

- reference 시험기관 측정 : reference 시험기관은 제공기관 및 자문위원회에서 인정한 기관으로 시험목적에 적합한 충분히 신뢰할 수 있는 표준값을 제공할 수 있는 기관이다.
- 시험시료로 사용된 인증표준물질(CRM)에 대한 성적서 값
- 시험물질 숙련도시험과 CRM의 직접적인 비교 : 시험물질과 인증표준물질을 동일한 조건하에서 반복으로 비교 분석하여 인증표준물질이 숙련도시험의 시험물질과 유사한 결과값을 나타내는지 확인하여 설정값으로 사용
- 전문기관에 의한 합의값
- 용액내 사용된 비율 또는 알고 있는 분석물질의 양과 다른 혼합성분에 근거한 지정값
- 참여기관 결과값으로부터 산출된 합의값

시험평가 및 시험기준

참여기관은 결과값과 설정값 차이로 평가되며, 각 기관의 시험수행 평가점수는 통계학적 방법을 이용하여 계산된다. 숙련도 시험수행시 각각의 분석물질에 대하여 시험기관의 시험수행을 평가할 수 있는 시험기준을 설정해야 한다. 시험기준은 시험기관에서 일반적으로 생산되는 분석결과에 대한 적합성을 보증하기 위하여 설정된다.

참여기관 결과 보고

숙련도 시험은 결과계산, 검토 및 보고 등의 분석결과 생산 및 습득과정에 대한 모든 과정을 시험하기 위하여 참여기관은 숙련도시험 체계에서 요구하는 형식 및 방법에 따라 결과

를 보고해야한다. 제공기관은 결과보고 기한을 설정하여 반드시 기한 내에 제출되어야 하며, 기한 이후에 제출된 보고서는 제외된다. 제출된 보고서는 수정이나 취소될 수 없다.

시험평가 보고서

제공기관은 시험수행 시기마다 각 참여기관에게 수행평가 보고서를 제공하며, 참여기관에게 발행된 보고서는 명확하게 참여기관들의 수행도평가 점수 및 분포를 제시해야 한다. 참여기관은 명확하고 간단한 형식의 보고서, 적절한 통계처리의 요약 및 그래프 형태의 모든 참여기관의 결과를 보고서에 포함한다.

참여기관과 의사소통

숙련도시험에 참여하는 기관들은 다음사항에 대한 상세정보를 제공받게 되며, 정기적 간행물, 검토보고서, 공개회의 및 전자통신 등이 방법을 이용할 수 있다.

- 참여기관에서 적용한 시험법
- 시험기준 설정법
- 설정값 결정방법
- 참여기관 점수 평가시 사용한 통계절차 요약
- 점수 해석에 대한 정보
- 참여관련 조건(예; 보고기한, 다른 참가자들과의 정보공유 방지 등)
- 자문위원회 선정방법 및 구성

참여기관에게 시험 계획 및 운영에 대한 변경이 있으면 반드시 통보해야 하고, 수행평가 부적합에 대하여 전문가 자문 형식으로 라도 조치가 있어야 한다. 참여기관은 수행도 평가에 오류가 있다고 판단될 경우, 제공기관에게 관련사실을 문의할 수 있으며, 제공기관에게 참여기관이 시험개발 및 시험시료에 대한 예측치 못한 문제점을 알려주기 위하여 시험운영이나 시험시료상의 문제 등 관련 사항에 대하여 의견을 제시할 수 있다.

결과 공모 및 위조

참여기관은 결과에 대한 공모 및 조작에 대하여 책임이 있으며, 관련내용은 시험수행시 시험기관의 참여조건에 기술되어 있고, 참여기관 규정에 포함된다. 제공기관은 적절한 시험설계를 통하여 공모를 제한해야한다. 예를 들면 참여기관들이 결과 비교가 용이하지 않게 동일시기에 하나 이상의 시험물질을 배포하거나, 동일시료를 연속해서 재사용하지 않는다. 참여기관의 공모행위는 전문 연구자로서 적합하지 않은 행동

으로, 고객, 인증기관 및 분석자들에게 숙련도시험에 대한 유용성이 무효화된다.

보안

제공기관 및 참여기관에서 수행해야 할 시험체계에 대한 정보 및 참여기관 결과에 대한 보안사항은 참가조건에 기재되며, 숙련도시험 수행 전에 참여기관에 제공되어야 한다. 제공기관은 참여기관의 승인 없이 다른 기관에 관련 정보를 공개하지 않아야 한다. 참여기관은 시행시기마다 무작위로 선별된 코드를 지정하여 숙련도시험 평가보고서에 고유코드로 기재되며, 참여기관은 숙련도시험 결과 및 보고서를 의뢰자 및 관련기관에 해당기관 분석 수행 능력 홍보 목적으로 활용할 수 있으나, 다른 기관의 결과 및 순위 등을 비교하여 공개할 수 없다.

숙련도시험 평가

숙련도시험 결과는 Z값으로 전환하여 평가하는데, 이는 기준이 되는 설정값 및 참여기관의 측정값과 참여기관들의 결과값의 표준편차를 이용한 다음 식에 근거하여 z값을 산출한다.

$$z = (x - x_a) / \sigma_p$$

- x : 대상기관의 측정값
- x_a : 설정값(assigned value)
- σ_p : 결과값 표준편차

숙련도시험 평가는 참여기관의 z값을 다음의 기준에 적용하여 수행한다.

- z = 0 : perfect
- |z| ≤ 2.0 : satisfactory or acceptable
- 2.0 < |z| < 3.0 : questionable
- |z| ≥ 3.0 : unsatisfactory or unacceptable

농약의 이화학시험 분석법 검증 절차(안)

농약제품에 대한 분석법 및 농약원제의 유효성분함량 측정에 적용할 수 있으며, 물리·화학적 특성시험에 부분적으로 적용 가능한 농약제품의 화학적 조성을 확인하기 위한 분석방법의 시험기관 검증 요구조건을 기술하여 제안하고자 한다. 농약제품의 유효성분 정량을 위한 분석법은 정확성, 정밀성, 재현성이 요구된다. 이러한 요구조건을 갖추기 위해 필요

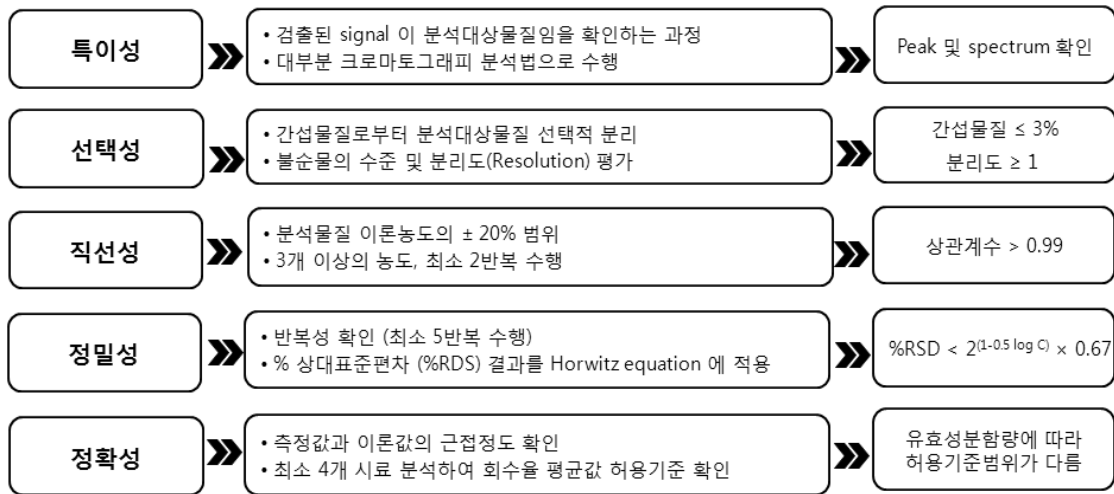


Fig. 6. Performance characteristics for validation of analytical metho.

한 항목들은 특이성, 선택성, 직선성, 정밀성, 정확성에 대한 수행 결과가 필요하다(Fig. 6). 농약제품에 대한 분석법 검증은 각각의 항목에 대한 허용범위에 대한 적합성 여부를 확인하여 평가하게 된다.

특이성

분석대상물질을 정량하기 위하여 선택적으로 정확하게 확인하는 것으로 검출된 signal이 분석대상물질임을 확인하는 과정이다. 특이성은 일반적으로 분광분석법에 의하여 수행되는데, 우선 GC/MS, LC/MS를 이용하여 피크선정 후에 분광학적 분석법(spectroscopic examination)에 의하여 분석물질의 특이성을 확인한다. 특이성은 유효성분 확인시험 또는 분석표준물질 검증시험을 위해 대부분 크로마토그래피 분석법으로 수행되어지며, 제형분석법이 이러한 시험법에 근거하여 수행될 경우, 특이성을 별도로 수행하지 않아도 된다. 분광학적 분석법인 경우 스펙트럼으로부터 특이성을 확인해야 하며, 이와 관련된 내용을 제출자료에 기술해야 한다.

선택성

농약제품 분석법에서 첨가물 등에 의해 포함될 수 있는 특정 불순물 등의 간섭물질로부터 분석대상 물질을 선택적으로 분리할 수 있는 선택성이 확보되어야 한다. 이러한 간섭물질은 분석법에서 결과에 대한 정확성에 오차가 생길 수 있으므로, 첨가물시료를 사용하여 분석을 수행함으로써 간섭물질 존재유무 또는 간섭물질의 정량에 대한 영향을 기술하고, 대표 크로마토그램 및 결과를 제출해야 한다. 원제에서 특정 불순물이 있는 경우, 해당 분석법에서 측정된 분석물질 또는 내

부표준물질의 총 피크면적에 대하여 3%이하 수준임을 반드시 입증해야 한다. 교정오차(bias)가 있는 경우, 제출된 결과에 대한 보정여부를 반드시 기술해야 한다. 선택성은 분리도(resolution, Rs)를 다음 계산식에 의해 평가하여 확인할 수 있으며, 이때 허용기준은 분리도 1이상으로 한다.

$$Rs = 1.18(tR2-tR1)/Wh1+Wh2$$

Rs : 연속되는 두 피크의 분리도

tR1: 첫 번째 피크의 보유시간

tR2: 두 번째 피크의 보유시간

Wh1: 첫 번째 피크높이의 중간위치의 피크 폭

Wh2: 두 번째 피크높이의 중간위치의 피크 폭

직선성

분석물질의 직선성 확인은 적어도 분석물질의 이론농도(nominal analyte concentration)의 ± 20% 범위에서 3개 이상의 농도에 대하여 최소 2반복으로 수행하며, 검정곡선과 함께 기울기, 절편 및 상관계수를 제출한다. 측정된 기울기는 분석물질의 농도와 측정값 간의 명확한 상관관계가 입증되어야 하며, 해당범위(분석물질의 이론농도의 ± 20%)에서 상관계수가 > 0.99이어야 한다. 직선성이 입증되지 않았거나, 비직선성 분석법을 적용한 경우 관련 내용에 대한 설명을 반드시 제출해야 한다. 직선성은 기기 의존적으로 기기의 변화에 따라 크게 영향을 받을 수 있으므로, 해당 분석법을 다른 기기에서 수행할 경우 직선성을 재확인해야 한다.

정밀성

정밀성은 반복성을 확인하여 평가하고, 최소 5반복으로 수행하여 % 상대표준편차(%RSD) 결과로부터 도출된다. 결과값에 대한 이상값(outlier) 적용을 위하여 Dixons 또는 Grubbs Test 방법을 적용할 수 있으며, 관련 내용을 적용이유를 명확하게 제시해야 한다. Horwitz equation에 근거한 결과의 허용범위는 다음과 같다.

$$\%RSD = \text{표준편차/평균값} \times 100$$

$$\%RSD < 2^{(1-0.5 \log C)} \times 0.67$$

C : 소수로 표현한 분석물질의 시료내 농도(예, 100%일 경우 C=1, 50%일 경우 C=0.5)

정확성

정확성은 적용 분석조건 하에서 측정값이 이론값, 즉 이미 알고 있는 참값에 근접한 정도로서, 실험실에서 조제된 이론값에 해당되는 분석물질을 포함한 농약제품 분석으로 평가된다. 최소 4개의 시료를 분석하여 회수율의 평균값과 표준편차를 계산한 결과로부터 우선 정밀성을 확인하기 위하여 각각의 측정값들에 대한 반복성을 평가한 후, 정확성은 각 시료의 측정값과 이론값의 근접 정도를 평균 %회수율과 을 다음의 계산식을 이용하여 평가한다.

$$\text{평균 \% 회수율} = \frac{\text{회수율 평균농도값}}{\text{이론농도값}} \times 100$$

평균 % 회수율 허용범위 :

% Active (nominal)	Mean Recovery (%)
>10	98 - 102
1-10	97 - 103
<1	95 - 105
0.01-0.1	90 - 110
<0.01	80 - 120

$$95\% \text{ 신뢰구간 } (\mu) : \mu = \bar{x} \pm t \left(\frac{s}{\sqrt{n}} \right)$$

\bar{x} : 회수율 평균농도값

t : 95%신뢰구간 t-score

s : 표준편차

n : 시료수

적용성

분석법 검증 수행 후, 수행내용, 대상농약에 대한 정보, 검증된 분석법의 적용 가능 농약제품 및 농도범위 등을 기술하고, 분석법의 적용범위 및 제한성, 시험계획서(시험장비, 시험방법 등), 검량선등 정도관리 방법이 제공되어야 한다.

분석법 검증결과의 활용

일반적으로 분석법 검증 결과는 해당 제품분석에만 적용되나, 제조사가 다수의 유사 제품을 개발할 수 있다고 판단되면 교차적용가능성 기준을 고려하여 해당 분석법을 적용할 수 있다. 교차적용기준은 1) 제품에 동일한 부형제가 포함되어 있어 추가 간섭물질이 없다고 판단되고, 2) 제품의 물리화학적 특성(pH 등)이 크게 변화되지 않고, 3) 분석용액의 유효 성분 농도가 반드시 입증된 직선성 범위 내에 있어야 하며, 4) 상대적인 부형제의 농도변화가 명확하게 분석시 간섭물질로 영향을 주지 않아야 한다.

결 론

본 연구에서는 국제적으로 시험 및 분석기관에 대한 시험과정 및 시험결과의 신뢰성 확보를 위하여 ISO, GLP 등의 정도관리체계 운영 및 기관인증 제도가 활발해짐에 따라, 국내의 정도관리에 관한 지침서를 검토하여 국제적 기준에 적합하고 농약 이화학시험 분석기관에 적용 가능한 정도관리체계를 제안하고자 하였다.

농약 이화학시험 분석기관의 체계적인 정도관리를 위하여, 농약이화학 시험연구기관 정도관리 지침, 숙련도시험 및 분석법 검증절차에 관한 지침서(안)를 작성하여 구체적인 정도관리를 위한 인력, 장비, 시설유지, 내부검증 등에 관한 요구조건, 내용 및 허용기준 등을 제안하였다. 향후 제안된 정도관리지침서(안)의 농약 이화학시험 분석기관적용가능성 확인을 위하여, 분석법 검증 및 숙련도시험에 관한 분석자별, 시험기관별 case study를 통하여 제안된 지침서(안)의 문제점을 수정·보완할 예정이다.

감사의 글

본 연구는 2011년 농약시험 연구기관 정도관리체계 확립과제로 수행되었으며, 농촌진흥청의 연구비 지원에 감사드립니다.

>> 인 / 용 / 문 / 헌

- Balayinannis, G., H. Karasali, H. Anagnostopoulos, and A. Hourdakis, (2004) International requirements for "single-laboratory" validation of analytical methods for pesticide formulations, 3rd European Conference on Pesticides and Related Organic Micropollutants in the Environment.
- CDER, FDA (2001), Guidance for Industry-Bioanalytical Method Validation.
- CIPAC/FAO/WHO (2005), Quality control of pesticide products-Guidelines for National Laboratories.
- CIPAC 3807, Guidelines on method validation to be performed in support of analytical methods for agrochemical formulation.
- COPR (2002), Guidelines for validation of analytical methods for non-agricultural pesticide active ingredients and products.
- FAO/WHO (Reprinted 2004), Pesticide specifications manual on development and use of FAO and WHO Specifications for pesticides.
- FAO/IAEA (2006), FAO/IAEA Workshop on quality assurance/quality control measures in pesticide residue analytical laboratories.
- FAPAS (2002), Protocol for the organization and analysis of data, sixth edition.
- ISO/IEC 17043 (2010), Conformity assessment-General requirements for proficiency testing, first edition.
- ILAC (2007), ILAC guidelines for the requirements for the competence of providers of proficiency testing schemes, ILAC-G13:08.
- IUPAC (2002), Harmonized guidelines for single-laboratory validation of methods of analysis (IUPAC Technical Report), Pure Appl. Chem. 74, pp. 835-855.
- IAEA (2009), Quality control of pesticide products, IAEA-TECDOC-1612.
- International Organization for Standard. ISO 17025 (2005): General requirements for the competence of testing and calibration laboratories.
- IUPAC (2006), The international harmonized protocol for the proficiency testing of analytical chemistry laboratories (IUPAC Technical Report), Pure Appl. Chem. 78, pp. 145-196.
- US EPA (1999), Protocol for EPA approval of New Methods for organic and Inorganic Analytes in Wastewater and Drinking Water.
- 고문환, 권순익, 남재작, 김유학 (2005) 분석정도관리 지침 설정 연구, 국립농업 과학원 농업환경연구, pp. 177-194.
- 국립환경연구원 (2009) 측정분석기관 정도관리의 방법 등에 관한 규정, 국립환경 연구원 고시 제2009-32호.
- 국립환경과학원 (2009) 환경측정분석기관 정도관리 운영 지침, 국립환경과학원 예규 제501호.
- 농업과학기술원 (2002) 농업과학기술원 품질매뉴얼.
- 농업과학기술원 (2003) 농업과학기술원 표준운영지침.
- 농촌진흥청 (2010) 농약 시험연구기관 지정기준, 농촌진흥청 고시 제2010-21호.
- 식약청 (2007), 한약재 분석기관 정도관리 표준화 기법 연구.
- 식약청 (2009) 식품의약품안전청 고시 제2009-179호, 검사능력관리 규정.
- 한국인정기구 (이하 "KOLAS") KS Q ISO/IEC 17025해설서, 기술표준원 고시 제2011-324호.

농약 이화학시험 분석기관 정도관리체계

장희라* · 이준엽 · 이영주 · 강혜림 · 김찬섭¹ · 김 균

호서대학교 안전성평가센터, ¹농업과학기술원 농산물안전성부

요 약 분석표준화 관련 국제기관인 ISO, CIPAC 등은 농약제품 시험기관에 대한 정도관리(QC), 숙련도 시험 및 분석법 검증 수행을 위한 요구조건을 지침서로 제시하고 있다. 일반적으로, 숙련도 시험은 시험기관의 분석능력 평가를 위하여 시험기관간 비교시험을 바탕으로 시험기관의 수행능력과 기술능력 정도를 판단할 수 있다. 분석법 검증 절차는 정도관리(QC)에서 중요한 단계 중 하나로 특이성, 선택성, 직선성 등의 항목들이 포함되며, 대부분의 국제기관이 농약제품 중 주요성분에 대한 정량분석법에서 재현성, 정확성 및 정밀성 등을 요구하고 있다. 본 연구에서는 농약 이화학시험 분석기관의 시험연구과정 및 결과에 대한 신뢰성을 높이기 위해 국내·외 정도관리에 관한 지침서를 비교 검토하여 국제적으로 표준화된 지침서에 적합한 구체적이고, 효율적인 농약 이화학시험 분석기관의 농약분석법 검증절차 및 시험기관 정도관리 체계(안)를 제안하고자 한다.

색인어 농약제제, 정도관리, 정도보증, 숙련도 시험, 분석법 검증