

환경분야 시험·검사방법의 유효성 검증 기법 연구

김금희 · 홍석영 · 유은진 · 고상호 · 김명옥 · 김명진 · 김지혜 · 이진주 · 임보라 ·
윤숙희 · 허유정 · 최종우 · 정현미 · 이신우 · 황종연[†]

국립환경과학원 환경측정분석센터

Study on the Validation of Environmental Test Methods

**Kumhee Kim, Suk-Young Hong, Eun-Jin Yoo, Sang Ho Ko, Myoung Ock Kim,
Myoung-Jin Kim, Jeehye Kim, Jinjoo Lee, Bo-Ra Lim, Suk-Hee Yoon, Yujeong Huh,
Jong-Woo Choi, Hyun Mi Chung, Sin-Woo Lee, and Jong Yeon Hwang[†]**

Environmental Measurement & Analysis Center, NIER

Received March 24, 2018/Revised May 6, 2018/Accepted May 28, 2018

The results of environmental testing and inspection are important as objective data for judging whether the basic criteria of environmental policies and standards are fulfilled. The results of environmental testing and inspection are measured by standard methods of an environmental analysis (Environmental Test Standards (ES) and Korean Industrial Standards (KS)) for quantifying environmental pollutants in the test samples. Therefore, a procedure is required to provide objective evidence that the standards of environmental analysis are appropriate for use and are reliable and reproducible. This study is performed to establish a quality control plan for standard environmental test methods because the operation management of ES and KS are integrated into the National Institute of Environmental Research. The research conducted on the literature available from all over the world has made it possible to develop quality and validation method for the standard to meet the performance and quality level when test methods are developed. The validation of the environmental test methods in the European Union is carried out in two stages robustness test and inter-laboratory test. Parameters of robustness test include selectivity, sensitivity, detection limit, quantitation limit, medium effect, etc., and involves setting the minimum recommended number of tests and the target value. Therefore, this study aims to establish 'Guidelines for Validation of Standards of an Environmental field' to ensure uniformity and accuracy of the methods before enactments and amendments of ES and KS.

Key words: Environmental Test Standards, Korean Industrial Standards, Method validation, Method verification

1. 서 론

시험·검사 방법의 유효성 검증(validation)은 시험·검사 방법이 목적에 맞는 성능을 가지고 있는지에 대한 중요한 품질확인 과정이다. 유효성 검증 절차를 거친 표준화된 시험·검사 방법은 시험자가 시험조건에 따라 시험할 때 일관성 있는 결과가 나올 수 있도록 시험절차에 대하여 상세한 절차가 기술되어야 하며, 특히 시험과정에

서 주의가 요구되는 부분도 구체적으로 명확하게 언급되어야 한다¹⁾. 유효성 검증의 중요성이 증가함에 따라 ISO, IUPAC, EURACHEM 등 국제기구들은 이화학적인 시험분석방법에 대한 검증 지침서를 발간하고 있다²⁾. 이와 관련된 국내 지침서 중 하나는 식품의약품안전처(2012)에서 발간한 사례가 있으며, 이 지침서에는 의약품의 허가 심사를 위한 의약품의 품질관리 및 제조공정에서 시험방법 등을 포함하고 있다¹⁾. 후주의 NATA³⁾,

[†]To whom correspondence should be addressed.

우리나라의 KOLAS와 같이 ISO/IEC17025⁸⁾에 따른 인정제도를 운영하는 인정기구에서도 시험기관들이 시험 결과를 국제적으로 인정받기 위한 전제조건으로 다양한 분야의 시험·검사기관들이 사용하는 시험방법이 목적에 맞는 결과를 생산할 수 있는지에 대한 유효성을 입증하도록 요구하고 있다. CEN(유럽표준화위원회, European Committee for Standardization, 유럽표준화위원회)는 환경분야 시험·검사 방법의 개발, 수정에 따른 유효성 검증 절차에 대하여 지침서 CEN Guide 13⁵⁾에서 기술하고 있다. CEN은 유효성 검증을 강제적으로 규정하기 보다는 자율적인 관리 차원에서 유효성 검증을 해야 하는 논리와 무엇을 할 것인지에 대한 내용을 지침에서 제공하고 있다³⁾. 또한 EPA⁶⁾, EURACHEM²⁾, IUPAC⁷⁾등도 시험방법에 대한 평가를 위하여 유효성 확인에 대한 지침을 제공하고 있으며, 인정제도의 근간이라 할 수 있는 ISO/IEC17025⁸⁾에서도 시험결과와 신뢰성 확보와 상호인정을 위하여 시험기관에서 사용하는 시험검사 방법의 유효성을 입증하도록 요구하고 있다. 특히, 최근에는 전처리 과정이 없이 분석이 가능한 자동화된 분석장비를 선호하는 추세⁹⁾에 있으며, 센서를 기반으로 한 시험장비의 개발¹⁰⁾도 점차 증가하고 있기 때문에 시험·검사 방법에 대한 유효성 검증은 더욱 중요한 프로세스가 되었다. 따라서, 다양한 분석장비를 활용하여 생산된 데이터 및 시험방법에 대한 유효성 검증은 더욱 중요하게 되었다.

본 연구에서는 환경표준 시험방법인 환경오염공정시험기준과 환경분야 KS의 품질관리를 위하여 시험방법의 제개정과정에서 거쳐야하는 시험방법의 유효성 검증절차에 대하여 고찰을 실시하였다. 이를 토대로 시험·검사기관에서 운영되고 있는 유효성 확인 절차를 도입하여 국가가 관리하는 환경표준의 제개정 시 시험·검사 결과의 통일성과 정확성을 확보하기 위한 기술적 기반을 마련하고자 하였다. 또한 향후 환경분야 시험·검사기관에서 적용하거나 개발하는 시험방법의 유효성 확인을 위한 환경표준 시험방법 유효성 지침(안)을 제시하였다.

2. 연구 방법

본 연구는 국내·외 시험분석기관 및 연구기관에서 발행한 자료와 인터넷 자료검색을 통하여 환경분야 시험검사를 포함한 다른 시험검사 분야의 유효성검증 방법에 대한 자료를 수집하여 검토하였다. 국내 연구기관의 자료로는 국립환경과학원 연구보고서¹¹⁾, 식품의약품안전

청, 국립독성연구원, 기술표준원 등에서 발간한 공정시험기준, 가이드라인, 해설서, 지침 등을 조사하였다. 국외 연구기관의 자료로는 호주의 NATA와 미국의 EPA⁵⁾ 자료를 조사하여 검토하였다. 조사된 자료를 토대로 선택성, 감도, 검출한계, 정량한계, 정밀도, 직선성, 매트릭스 효과, 불확도 등을 포함한 유효성 검증 파라미터를 검토하였다. 또한, 이러한 인자들이 시험·검사의 전 과정에서 어떻게 고찰되어야 하는지를 검토하였으며, 이를 토대로 하여 본 연구의 최종 목적인 환경표준 시험방법 유효성 지침(안)을 제시하였다. 지침(안)의 주요 내용은 지침의 목적, 적용대상, 유효성 검증, 유효성 범위, 실험실간 비교실험, 표준물질, 목표값 설정, 평가, 후속조치를 포함하였다.

2.1. 국내 문헌 조사

국립독성연구원에서 발간한 생체시료분석법 검증 지침을 참고하여 약물과 대사체를 정량하기 위하여 최초로 개발된 시험방법 또는 이미 제정된 시험방법을 변경하여 새로운 시험방법에 적용할 경우 특이성, 정밀도, 정확도 등 다양한 검증 파라미터를 검증하는 기준을 참조하였다⁴⁾. 특히, 이 지침에는 생물학적동등성 시험결과와 신뢰성을 확보하기 위한 것으로 생체시료분석의 시험방법에 대한 유효성 검증 절차를 제공하기 위하여 미국의 FDA 의약품평가센터(CDER)에서 제공하는 권장사항을 검토하였다. 또한, 유효성 확인을 위한 파라미터로서 특이성, 정확성, 정밀성, 회수율, 검량선, 분석물질의 안정성을 제시하고 있으며, 유효성 확인 시 권장사항과 적합 기준을 제안하고 있다⁴⁾. 이와 더불어 식품의약품안전처에서 발간한 '의약품등 시험방법 검증 가이드라인 적용을 위한 해설서'를 참고하여 의약품 등의 확인, 함량, 순도 및 역가시험 등에 관련된 시험방법의 형식, 내용 및 유효성 자료 작성에 대한 가이드라인을 기술한 내용을 참고하였다¹⁾. 이 해설서는 의약품의 허가·심사를 위한 의약품의 품질관리 및 제조공정에서의 시험방법의 유효성 검증 전반에 대한 이해 및 자료작성에 필요한 사항과 적용 파라미터의 특이성, 정확성, 정밀성, 검출한계, 정량한계, 직선성, 범위, 완건성(robustness) 등도 포함하고 있다¹⁾. 또한, 국가기술표준원의 KOLAS-G-015의 지침을 참고하여 시험방법의 유효성 검증을 위한 사전 절차로서 시험방법이 시험목적에 적합한지 여부, 유효성이 검증된 시험방법의 적용 시 제시하여야 할 객관적 요건들에 대한 내용을 참고하였다⁵⁻⁷⁾. 이 지침은 시험기관에서 자체적으로 개발한 시험방법 또는 표준화된 시험방법을

수정하는 경우에도 유효성 검증을 실시하여야 하며, 사용하는 모든 시험방법에 대한 유효성의 검증을 수행하도록 제시하고 있다. 아울러 유효성 확인과정에서 소요되는 비용, 위험성, 기술적 가능성을 고려하도록 하고 있으며, 대상 시험방법이 자체 개발된 방법(In-house Method)인 경우는 더욱 엄격한 수준으로 검토하도록 하고 있다. 유효성이 확인된 시험방법을 일부 수정한 경우도 목적인 범위 내에서 수정 전·후에 대한 편향성(bias)에 대한 검증을 하도록 규정하고 있다⁵⁾.

2.2. 국외문헌 조사

호주의 인정기구인 NATA에서 2009년에 발간한 ‘화학 적 시험방법의 유효성 확인을 위한 지침³⁾을 참고하여 시험검사기관 인정제도를 운영하기 위한 중요한 사전검토 인자들에 대한 내용을 참고하였다. 이 지침에서는 유효성 파라미터를 선택성, 감도, 정확도, 정밀도, 진도, 검출한계, 정량한계, 보고한계, 견고성, 측정 불확도를 제시하고 있으며, 시험방법의 유효성 확인의 수용기준을 제시하고 있다. 미국 EPA⁶⁾에서 2002년에 발간한 ‘환경 데이터의 검증과 확인’을 참고하여 EPA에서 제공하는 정보의 품질기준을 제시하고 있으며 사례별로 적절한 대응에 대한 자유재량 허용범위 등을 검토하였다⁶⁾. 특히, 이 지침은 “환경 프로그램 및 의사결정에서 의도된 용도를 위한 일정 수준의 품질을 갖는 데이터의 생산이 보증되도록” 데이터 수집 프로젝트에 대한 계획, 실행 및 평가 단계에서 수행되는 일련의 활동(Action)과 관련된 내용을 포함하고 있다. 본 연구에서는 앞서 언급한 국내의 참고문헌의 조사를 통하여 환경분야 연구기관 및 분석전문기관을 포함한 일반 시험·검사기관에서 생산되는 데이터에 대한 품질보증을 위한 중요한 절차로서 데

이터의 확인(validation) 및 검증(verification)과정을 포함한 환경표준 시험방법 유효성 검증 지침(안)을 제시하고자 하였다¹¹⁾.

3. 결과 및 고찰

3.1. 유효성 검증방법 파라미터 검토

ISO/IEC 17025⁸⁾, EURACHEM²⁾에서 유효성 검증의 정의는 구체적인 목적과 목적달성을 위한 요구사항으로 정의하고 있으며, 검토할 시험방법이 목적에 필요한 기능과 일관성이 있는지를 확인하는 절차라 할 수 있다. 유효성 검증은 새로운 시험방법의 개발과 변경 시에 요구되는 중요한 과정이며 시험방법의 유효성 검증과 관련된 파라미터는 시험방법 개발의 일부분으로 평가되어야 한다고 정의하고 있다. 이를 위하여 시험방법의 유효성 확인 파라미터로서 검증과정에서 평가되어야할 선택성, 검출한계, 진도, 정밀도 등을 제시하고 있다. ISO Guide 99¹²⁾에 따르면 Verification은 주어진 시험방법이 특정요구사항을 충족한다는 객관적인 증거의 제공으로 정의하고 있으며, Validation은 시험방법이 사용목적에 적합한가를 검증하는 과정으로서 기술하고 있다. Validation은 새로운 시험 표준을 제정할 때, 실험실에서 개발한 시험방법과 표준 시험방법을 용도 외에 사용할 때, 표준 시험방법의 적용범위 등을 변경할 때 수행하도록 하고 있으며, Verification은 표준 시험방법을 처음 적용할 때에도 거쳐야하는 과정으로 언급하고 있다.

결정된 측정값이 법적인 강제규정에 따른 기준초과 여부 등을 결정하는 경우는 측정의 정확도와 더불어 적용한 시험방법의 유효성 검증은 더욱 중요하다. 유효성 검증절차는 측정결과에 대한 쟁송 발생 시 시험방법이 목

Table 1. Extent of validation work for five types of analytical applications^{1,2)}

Method performance parameter	Type of analysis				
	Qualitative (Identification test)	Quantitative test for impurity	Quantification of main component	Trace analysis	Physical property
Selectivity	○	○	○	○	○
Sensitivity	○	○	○	○	○
Limit of detection	○			○	
Limit of quantitation		○		○	
Linearity/ working range		○	○	○	○
Matrix effects	○	○	○	○	
Trueness(bias)		○	○	○	○
Precision (repeatability/ reproducibility)		○	○	○	○
Ruggedness	○		○	○	○
Measurement Uncertainty		○		○	

적에 적절성을 갖는지를 입증함과 동시에 분석자에게 자신감을 갖도록 하는 품질보증 과정이라 할 수 있다. ISO/IEC 17025⁸⁾는 시험방법의 유효성 검증은 표준 시험방법, 시험방법 개발, 용도외에 사용되는 표준 시험방법, 표준 시험방법의 변경시에 시행되어야 함을 명시하고 있다. 또한, 새로 개발된 시험방법과 기존의 표준 시험방법에서 얻어진 결과가 동등함을 입증하는 과정에서도 필요하다고 기술하고 있다. 따라서, 유효성 검증은 시험방법이 사용 목적에 맞는지 확인하기 위해 시험실간 또는 단일 시험실에 여러 분석자들에 의해서 수행되며 이 과정에서 소요되는 비용, 위험요소, 기술적 가능성 등을 고려하여 수행하여야 한다.^{1,2)} 이 과정에서 적용되는 유효성 검증 도구로서는 바탕시료, 일반시험 시료, 첨가 물질/용액, 표준물질이 있으며, 검출한계, 정밀도, 진도 등의 성능특성을 평가할 때는 통계적 방법의 적용도 검토되어야 한다. 또한, 정밀도와 진도를 정량적으로 구하는 검증과정은 국제표준 ISO 5725 시리즈¹³⁻¹⁸⁾를 활용할 수 있으며, EURACHEM에서는 Fig. 1과 같은 단계를 제안하고 있다.

3.2. 환경표준 시험방법 유효성 검증 파라미터

유효성 검증 파라미터에는 시험방법의 적용가능성, 적절한 선택여부, 시험장비의 교정, 정확도, 정밀도, 범위, 검출한계, 정량한계, 민감도 및 강건성 등과 같은 다양한 평가인자 있으며, 이들 인자의 적용은 적절한 선택은

리가 필요하다. 문헌조사 결과를 바탕으로 한 환경분야의 정량적 시험·검사 방법의 유효성 검증시험은 일반적인 화학시험방법과 같은 파라미터를 사용하며, 특히 환경분야는 대부분 미량분석이기 때문에 타 분야보다 엄격한 검증과정이 필요하다. 앞서 서론에서 언급한 것처럼 다양한 분석장비 제조업체와 IoT(Internet of Thing) 관련 산업분야에서 제안하는 여러 가지 분석방법을 국가 환경표준 시험방법인 환경오염공정시험기준과 환경분야 KS에 담기 위해서는 분석방법의 유효성을 검증하는 파라미터에 대한 정의가 명확해야 한다. 이때 검토해야 하는 중요한 인자들에 대한 용어들에 대한 정의는 Table 2와 같다.

3.3. 환경표준 시험방법의 유효성 확인절차

시험방법에 대한 유효성 검증에 대하여 CEN Guide 13⁵⁾에서는 유효성 검증은 시험방법의 표준화를 위하여 반드시 거쳐야 할 필수단계로 규정하고 있다. 유효성 검증은 전체 측정 과정 또는 개별 단계에 적용되어야 하며 전체 과정을 다음과 같이 정하고 있다; *시료채취 계획의 정의* → *시료 채취* → *현장에서 시료 전처리* → *포장, 보관 및 운송* → *저장 및 보존* → *시료 전처리* → *추출, 파괴, 침출* → *분석* → *데이터 관리* → *보고*. 특히, 시료채취 과정의 유효성 검증과 관련하여 검증이력이 없는 프로세스를 적용할 경우는 전문가들의 합의된 의견 또는 물질 특성을 고려한 시료채취 시나리오에 따르도

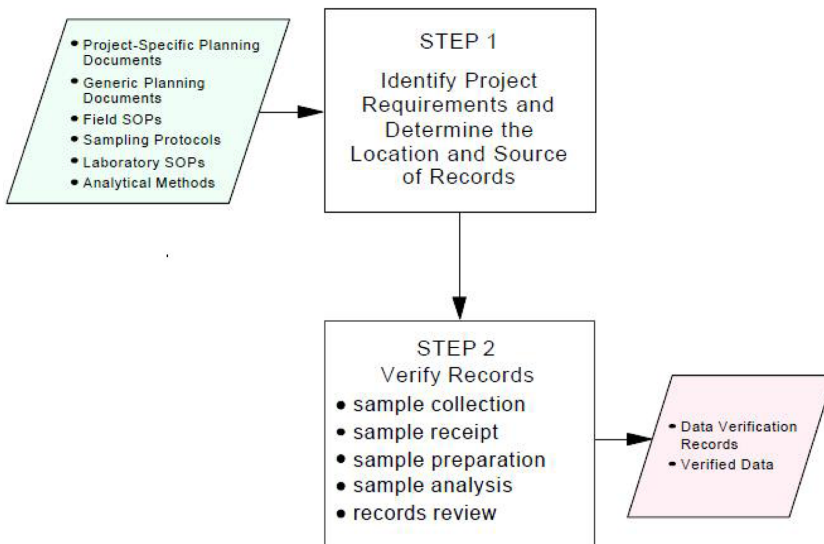


Fig. 1. The method validation process (Eurachem, 2nd, 2014)²⁾.

Table 2. Definitions of terminologies for the validations⁴⁾

Terms	Definition
Applicability	The documentation should provide, in addition to any performance specification, ranges of concentration and interferences.
Selectivity	Selectivity is the degree to which a method can quantify the analyte accurately in the presence of interferences. Ideally, selectivity should be evaluated for any important interferent likely to be present.
Calibration and linearity	Excepts for gross errors in preparation of calibration materials, calibration errors are usually a minor component of the total uncertainty budget and can usually be safely subsumed into various categories estimated by “top-down” methods.
Trueness	Trueness is the closeness of agreement between a test result and the accepted reference value of the property being measured. Trueness is stated quantitatively in terms of “bias”, with smaller bias indicating greater trueness.
Precision	Precision is the closeness of agreement between independent test results obtained under stipulated conditions. It is usually specified in terms of standard deviation or relative standard deviation.
Range	The validated range is the interval of analyte concentration within which the method can be regarded as validated. It is important to realize that this range is not necessarily identical to the useful range of the calibration
Detection limit	In broad terms, the detection limit (limit of detection) is the smallest amount or concentration of analyte in the test sample that can be reliably distinguished from zero. For analytical systems where the validation range does not include or approach it, the detection limit does not need to be part of a validation.
Sensitivity	The sensitivity of a method is the gradient of the calibration function. As this is usually arbitrary, depending on instrumental settings, it is not useful in validation. (However, it may be useful in quality assurance procedures, however, to test whether an instrument is performing to a consistent and satisfactory standard.)
Ruggedness	The ruggedness of an analytical method is the resistance to change in the results produced by an analytical method when minor deviations are made from the experimental conditions described in the procedure.
Fitness for purpose	Fitness for purpose is the extent to which the performance of a method matches the criteria, agreed between the analyst and the end-user of the data, that describe the end-user’s needs.
Matrix variation	Matrix variation is, in many sectors, one of the most important but least acknowledged sources of error in analytical measurements. When we define the analytical system to be validated by specifying, among other things, the matrix of the test material, there may be scope for considerable variation within the defined class.
Measurement of uncertainty	The formal approach to measurement uncertainty estimation, calculates a measurement uncertainty estimate from an equation, or mathematical model. The procedures described as method validation are designed to ensure that the equation used to estimate the result, with due allowance for random errors of all kinds, is a valid expression embodying all recognized and significant effects upon the result.

록 하고 있으며, 이러한 경우 여러 실험실에서 반복적으로 수행하게 되면 적용한 프로세스에 유효성을 충분히 제공할 수 있다고 언급하고 있다. 또한 사전 검증이 없는 경우에는 시험과정에 참여하는 연구자들이 협의에 의해 결정된 프로세스를 따를 수도 있다고 기술하고 있다. 또한, 유효성 검증은 개발된 시험방법이 목적에 적절함을 입증하는 과정으로서 Fig. 1과 같이 제시하고 있다. 이 과정에서는 1단계로서 견고성 시험(Robustness testing), 2단계로서 실험실간 비교시험(Interlaboratory testing)을 제시하고 있다. 1단계 견고성 테스트에서는 유사한 측정값을 통한 테스트를 필요로 하며, 동일한 매질에서

동일한 측정량의 반복 측정을 통해 시험방법의 한계(최저 및 최고 농도, 간섭, 검출 한계, 매질효과 등)와 시험방법의 정확성(CRM과 같은 표준물질에 기초한 정확도)을 필요로 하고 있다. 2단계 검증 과정에서는 1단계에서 얻어진 견고성 테스트 결과에 의하여 수정된 초안을 바탕으로 실험실 간 비교시험을 수행하도록 하고 있다. 또한 이 과정은 실험실 내 또는 실험실간 시험결과의 변동성을 평가하기 위한 과정이므로 전체 측정방법에 의한 같은 물질을 동일한 매질에서 반복 측정하는 병렬측정을 하도록 권고하고 있다. 그러므로, 유효성 검증 절차는 분석물질을 명확히 결정된 후 시험방법을 적용 또

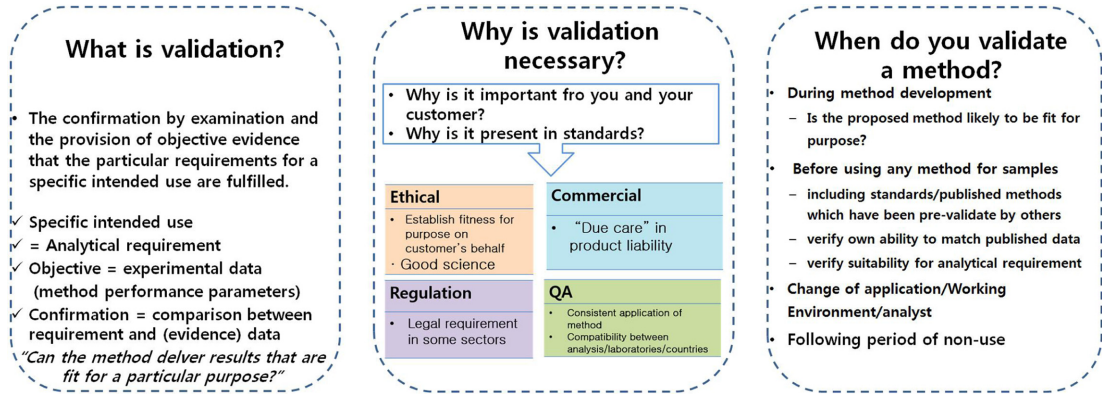


Fig. 2. The logical process of validations (CEN Guide 13)⁵⁾.

는 개발하여야 하며, 유효성 검증 실험(견고성 시험 및 실험실간 시험)을 계획하고 시행하여야 한다. 그 다음 절차는 시험데이터가 분석적인 측면에 부합하면 표준화된 시험방법으로 확립하고, 목적에 부합하지 않으면 시험방법을 수정하거나 새로운 방법을 적용하여 유효성 검증 과정을 다시 반복 실시하여야 한다. Fig. 2는 일반적으로 적용해야 할 환경표준 시험방법의 유효성 확인절차를 나타내고 있다.

3.4. 환경표준 시험방법 유효성 검증 지침(안)

유효성 검증이란 구체적인 의도를 가진 사용(목적)을 위하여 특정 요구사항이 충족되었다는 객관적인 증거를 제공하고 실험에 의해 확인하는 과정이라 할 수 있다. '특정한 의도를 가진 사용'이란 분석적 요구사항이며, '객관적인 증거'는 시험방법 파라미터에 대한 실험적인 데이터로 '확인'이란 '요구사항과 데이터의 비교'를 통해 이루어진다. 따라서 유효성 확인은 결과적으로 "방법이 특정 목적에 맞는 결과를 제공할 수 있는가?"에 대한 답을 주기 위한 절차라고 할 수 있다. 본 연구의 결과를 바탕으로 환경분야 시험의 국가표준인 환경오염공정시험기준과 KS의 개발과정에서 시험방법의 성능과 품질을 확인하기 위한 "환경표준 시험방법 유효성 검증 지침(안)"을 다음과 같이 제시하였다.

4. 결 론

환경분야 시험·검사 결과는 환경정책의 기초자료, 환경기준 및 배출허용기준 등의 초과여부를 판단하는 객관적 근거 자료로써 신뢰도 제고가 중요하다. 이에 시험

결과를 생산하는 시험방법의 통일성과 정확성 확보를 위한 성능품질 평가 및 시험·검사 방법이 목적에 부합한다는 객관적 증거를 제공하는 도구로서 유효성 확인을 위한 절차 및 지침을 마련하고자 이 연구를 수행하였으며 그 결과는 다음과 같다.

1. 시험방법의 유효성 검증은 새로운 시험방법의 개발, 기존에 표준화된 시험방법의 수정 및 표준화되어 있는 시험방법을 새로 사용할 때 실시해야 하는 중요한 과정이다. 유효성 검증은 목적, 경제적 기술적 상황에 따라 적절한 수준에서 실시하여야 하며, 검증절차는 여러 가지 검증된 파라미터를 적용하여 객관적으로 검증되어야 한다. 따라서, 시험·검사기관에서는 시험결과를 생산과정에서 적용하는 여러 가지 시험방법들에 대해 목적에 맞는 결과의 도출을 위하여 객관적인 유효성 검증과정이 필요하다.

2. 유효성 검증 절차는 분석물질을 결정한 후 시험방법을 적용 또는 개발하여야 하며, 유효성 검증 실험을 시행하여야 하는 절차이다. 이와 관련하여 CEN에서 제시한 유효성 검증과정의 중요한 파라미터로서 선택성, 감도, 검출한계, 정량한계, 직선성, 농도범위, 매질효과, 정확도, 진도, 정밀도, 둔감도, 측정불확도 등에 대해 정의하고 있으며, 파라미터별 수행여부와 최소 권장시험 횟수는 각각의 시험·검사기관의 경제적, 기술적 상황을 고려하도록 제안하고 있다.

3. 본 연구에서 제시한 환경표준 시험방법 유효성검증 지침(안)은 향후 여러 분야에서 제시하는 시험방법들에 대하여 시험방법의 목적, 적용대상, 유효성 검증범위, 표준물질, 평가, 후속조치 등을 포함하여 시험기준 검토과정에서 고려하여야 할 사항들을 제안하였다.

Table 3. Contents of guideline for determining environmental standards

조항	내용
제1조 (목적)	이 지침은 법적 강제사항은 아니지만 환경오염물질의 시험방법을 새로 만들거나 이미 만들어진 시험방법을 개정하기 위하여 마련된 시험방법 초안을 표준화하는 과정에서 시험방법의 품질 및 성능을 사전에 평가함을 목적으로 한다.
제2조 (적용대상)	이 지침은 환경표준 시험방법(환경오염공정시험기준 및 KS)의 제정·개정과 미규제오염물질에 대한 시험방법 마련을 위해 실시하는 연구를 적용대상으로 한다.
제3조 (유효성 검증)	환경표준 시험방법 개발 및 미규제오염물질 시험방법 개발에 관한 연구에는 유효성 검증 결과를 포함하는 것을 원칙으로 한다.
제4조(유효성 검증 범위)	유효성 검증 절차에는 견고성 시험과 실험실간 비교시험 결과를 포함한다.
제5조 (견고성 시험)	견고성 시험은 시험 성능 파라미터인 선택성, 직선성, 감도, 범위, 검출한계 및 정량한계, 매질효과, 둔감도, 정확도(정밀도 및 진도)를 포함하며, 1개 이상의 실험실에서 수행하며 세부 시험방법은 별도로 정하는 하위 지침을 따른다.
제6조(실험실간 비교시험)	실험실간 시험은 3개 이상의 실험실을 대상으로 한 반복성과 재현성 시험 결과를 포함하며 세부 시험방법 및 절차는 별도로 정하는 하위 지침을 따른다.
제7조 (표준물질)	견고성 시험을 위해 필요한 CRM(인증표준물질)을 구할 수 없는 경우에는 RM(표준물질)이나 표준물질 첨가 시료를 활용할 수 있으며, 분야 또는 항목별 특성에 따라 견고성 시험 파라미터 중 일부에 대한 시험은 생략할 수 있다.
제8조 (목표값 설정)	개발된 시험방법의 사용 목적을 명확히 하고, 목적에 적합하지 성능을 평가하기 위한 유효성 검증 파라미터의 목표값은 환경기준, 배출 허용기준, 이미 표준화된 유사한 시험방법의 성능, 현재의 기술수준 등을 고려하여 결정한다.
제9조 (평가)	사용 목적에 대한 적합성 여부는 견고성 시험과 실험실간 시험 결과를 각 파라미터의 목표값과 비교하여 목표값을 달성한 경우 “적합”으로, 목표값을 달성하지 못한 경우에는 “부적합”으로 평가한다.
제10조 (후속조치)	유효성 검증 결과 마련된 시험방법이 사용 목적에 적합하지 아니한 경우에는 시험방법을 수정하거나 새로운 시험방법을 개발한다.

*제시한 가이드라인은 규정적 성격을 갖는 지침(안)으로서 별도의 영문으로 표시하지 않음.

감사의 글

이 연구는 국립환경과학원 환경분야 시험검사 방법의 유효성 검증 기법 연구사업(과제번호: NIER-RP2017-096)으로 수행되었으며, 연구진들은 국립환경과학원의 지원에 깊은 감사를 드립니다.

참고문헌

1. 식품의약품안전청, “의약품등 시험방법 검증 가이드라인 적용을 위한 해설서”, **2012**.
2. EURACHEM, the Fitness for Purpose of Analytical Methods - A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics, **2014**, 2nd edition.
3. NATA, Guidelines for the validation and verification of quantitative and qualitative test methods, **2013**.
4. KOLAS, 화학적 시험방법의 유효성 확인을 위한 지침, **2012**.
5. CEN, Guide 13 Validation of environmental test methods, **2008**.
6. EPA, Guidance on Environmental Data Verification and Data Validation, **2002**.
7. Harmonized Guidelines for Single-Laboratory Validation of Methods of Analysis (IUPAC Technical Report).
8. ISO/IEC 17025:2005 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories.
9. 한국인터넷사물협회, “2017년 사물인터넷 서비스 및 제품편람”, **2017**, 133-147.
10. 김승호, 홍종문, 황민태, 장창순, “IoT 기반의 대기환경 측정 및 분석시스템 개발”, *한국통신학회논문지*, 제42권 제9호, **2017**, 1750-1764.
11. 김금희, 홍석영, 유은진, 고상호, 김명욱, 김명진, 김지혜, 이진주, 임보라, 윤숙희, 허유정, 최종우, “환경분야 시험 검사 방법의 유효성 검증 기법 개발”, 국립환경과학원 보고서, **2017**.
12. ISO Guide 99 International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms.
13. KS A ISO5725-1 제1부 : 일반적인 원리 및 정의.
14. KS A ISO5725-2 제2부 : 표준 측정 방법의 반복 정밀도 및 재현 정밀도를 구하기 위한 기본적 방법.
15. KS A ISO5725-3 제3부 : 표준 측정 방법의 중간 정밀도.

16. KS A ISO5725-4 제4부 : 표준 측정 방법의 진도를 구하기 위한 기본적 방법.
17. KS A ISO5725-5 제5부 : 표준 측정 방법의 정밀도를 구하기 위한 대체법.
18. KS A ISO5725-6 제6부 : 정확도에 관한 값의 실용적 사용 방법.