

시료채취의 원칙과 방법

경 기 성

충북대학교 농화학과

1. 서 론

시료 채취는 잔류농약 분석의 첫 번째 단계로서 모집단에 대한 분석결과의 대표성과 타당성을 좌우하는 매우 중요한 과정이다. 분석대상 시료는 잔류 수준 및 위해성의 조사, 평가를 위하여 잔류농약 분석이 요구되는 모든 식품 (농산물) 및 환경요소가 포함되며, 주로 식품 (농산물)을 포함하는 동·식물체 시료와 토양, 저니토, 물, 공기 등이 대상 시료이다. 시료는 대상 모집단의 특성을 잘 반영할 수 있도록 대표시료 (representative sample)의 형태로 채취하여야 한다. 즉, 모집단 전체에서 무작위성을 충분히 반영하면서 평면적으로 또는 공간적으로 균일하게 채취하여야 한다. 시료 채취방법은 모집단의 크기, 장소, 전수/발췌 조사 또는 검사 목적에 따라 매우 다양하므로 해당 분야나 기관에서 별개로 정한 기준을 준수하여야 한다. 또한 시료 채취는 채취 목적에 합당한 시기와 장소에서 수행한다. 예를 들어 농산물 중 잔류모니터링을 목적으로 하는 시료는 조사의 시점이 출하시점 (farmer's gate basis)이므로 농가에서 출하시점에 직접 채취하여야 하며, 식이섭취량 (total diet study) 평가를 위한 basket analysis용 시료는 시장에서 판매하는 상태의 시료를 채취한다. 이러한 시료 채취는 환경 시료의 경우에도 동일하게 적용된다 (한국환경농학회, 2008).

농약을 살포한 작물과 포장 중 농약잔류물의 분포는 살포방법, 작물과 환경, 농약의 물리화학적 및 생물학적 특성과 같은 여러 요인에 의해 영향을 받게 된다(Ambrus, 1979). 작물과 토양 등과 같은 처리대상 중에 농약 잔류물이 골고루 분포하지 않게 되면 시료에서 검출된 농약 잔류물 중에 피할 수 없는 변이를 유발하게 되는데 이는 분석결과의 복합적인 불확실성에 심각한 영향을 미칠 수 있다. 대부분의 분석자들은 오랫동안 시료채취가 분석결과에 미치는 영향을 경시하여 왔는데 이는 시료채취과정 그 자체가 아닌 단지 시료의 분석에만 책임이 있다는 매우 편리하지만 과학적이지 못한 자세에서 비롯되었다. 새로운 ISO 17025 표준은 일반적으로 시료 중에 잔류하는 평균 잔류량의 표준편차로 나타낼 수 있는 실험결과의 불확실성을 평가하는데 시료채취 과정을 포함하도록 요구하고 있다 (Ambrus, 2002).

따라서 잔류농약분석결과에 큰 영향을 미치는 시료채취방법을 Codex(2004)와 EC의 방법(Commission Directive 2002/63/EC, 2002)을 조사하여 잔류농약 분석과 잔류허용기준의 준수여부 확인을 위한 시료채취방법에 관하여 소개하고자 한다.

2. 용어의 개념

○롯트 (lot)

일정한 조건하에서 생산 또는 제조된 제품의 정해진 양을 말하며, 이는 균질하다고 가정한다. 그러나 불균질하다고 생각되는 상품은 불균질 상품 중 균질부분에서만 시료채취가 가능하며, 이런 경우의 최종시료를 계층화된 시료 또는 층화추출표본(stratified sample)이라고 부른다. 연속 롯트는 일정하다고 생각되는 조건에서 연속적으로 상품화되었거나 제조되어 생산된 일련의 롯트를 말하며, 연속적인 롯트의 검사는 생산 또는 제조단계에서만 할 수 있다.

○위탁분 (consignment)

한 번에 운반된 상품의 양을 말하며, 이는 롯트가 될 수도 있고 연속롯트가 될 수도 있다. 통계적인 검사의 경우 위탁분은 결과의 해석이라는 점에서 하나의 롯트가 된다. 위탁분이 롯트의 한 부분이라면 각 부분들은 검사를 위한 한 롯트로 취급하여야 한다. 위탁분이 여러 개의 롯트로 되어 있으면 검사 이전에 위탁분이 균질한지 살펴야만 하며, 만일 균일하지 않다면 계층화된 시료채취(stratified sample)를 하여야 한다.

○시료 (sample)

한 단위의 집단에서 선택된 하나 또는 몇 개의 제품(또는 일정 분량)으로 구성된 세트를 말하며, 연구대상 집단의 검사항목에 대한 정보를 제공하고 생산되는 공정이거나 물질 또는 집단에 관계된 결정을 내리기 위한 기반을 형성하기 위해 필요하다.

대표시료 (representative sample)는 채취한 집단의 특징을 그대로 유지하고 있는 시료를 말하며, 특히 각각의 롯트 또는 롯트의 위탁분이 시료가 될 수 있는 동일한 확률을 가질 때 무작위로 채취한 시료이다.

분석분 (analytical portion)은 잔류농도 분석에 적합한 분석시료 (analytical sample)를 떨어진 대표성 있는 시료의 양이다. 시료채취도구는 분석분을 채취하는데 사용한다.

분석시료 (analytical sample)는 시료채취 에러를 가장 낮게 분석분을 떨어내기 위하여 실험실시료 (laboratory sample)에서 분석에 필요한 일정량의 시료를 떨어내어 혼합, 마쇄, 세절 등의 방법으로 조제한 시료이다. 분석시료의 조제는 MRL 설정에 사용한 과정을 반영하여야 하며, 일정량의 분석대상시료에는 정상적으로 소비되지 않은 것이 포함될 수도 있다.

벌크시료 (bulk sample)/집합시료 (aggregate sample)는 식육과 가금류를 제외한 생산물의 경우는 일차시료 (primary sample)의 잘 혼합된 집단을 롯트에서 채취한다. 식육과 가금류의 경우 일차시료는 벌크시료와 동일한 것으로 간주한다.

실험실 시료 (laboratory sample)는 실험실로 보낸 시료이거나 실험실에서 수취한 시료를 말하며, 대표성 있는 양의 시료를 벌크시료에서 채취하여야 한다. 실험실 시료는 벌크시료 전체이거나 일부분일 수 있다.

일차시료 (primary sample)/증분시료 (incremental sample)는 시료채취의 처음 단계에서 롯트에서 채취되는 제품의 한 부분이며, 보통은 포장제품의 롯트에서 채취 시에는 한 상품일 수 있고 벌크 상에서 채취한 경우에는 증분(increment)의 형태이다. 더 간략히 말하면 롯트 내의 한 지점에서

채취한 하나 또는 그 이상의 개별제품(unit)이다. 그러나 증분은 측정이 각 개개 증분에서 이루어진다면 증분 자체를 한 제품으로 간주할 수 있다. 가능하다면 일차시료는 롯트 전체에서 취해야만 하며, 유사한 크기의 일차시료를 실험실 분석을 원활하게 하기 위해 충분한 양을 채취하여야 한다.

○시료채취 (sampling)

시료를 취하여 구성하는 과정

○시료채취도구 (sampling device)

벌크시료나 드럼과 같은 포장물 등으로부터 일차시료를 채취하는데 사용하는 디퍼(dipper), 칼, 창과 같은 도구와 벌크시료에서 실험실 시료를 조제하는데 사용되는 riffle box나 분석시료에서 분석분을 조제하는데 사용되는 도구를 말한다.

○총 추정오차 (total estimation error)

측정자가 계산한 값과 참값과의 차이를 말하며, 시료채취 오차, 측정오차, 내림오차 또는 소분류에 의한 오차, 측정자의 편견, 기타 오차 등의 요인 때문에 발생한다.

○분리할 수 있는 제품의 개개제품 또는 증분(increment)

- 분리할 수 있는 제품

하나의 제품으로 또는 그 증분으로 날개가 될 수 있는 상품으로 포장된 제품이나 롯트에서 취한 일정량의 제품을 담고 있는 용기나 스푼으로 탱크에 보관하고 있는 와인이나 우유의 일정량 또는 컨베이어 벨트에서 취해진 제품의 일정량 등이 그 예이다.

- 개별 제품(item)

아나의 관찰단위가 될 수 있는 실질적인 혹은 통상적인 물체로서 하나의 시료를 형성한다. 여기서 개별 (individual), 단위 (unit)의 용어는 개별제품(item)과 동의어이다.

- 증분 (increment)

시료를 구성하기 위해 많은 양으로부터 한 번에 취해지는 시료의 양을 말한다.

○시료채취 계획 (sampling plan)

롯트에서 개별시료를 추출하거나 선택하도록 하는 계획된 절차를 말하며, 자세히 말하면 수거할 시료의 수를 결정하고 롯트의 적합여부를 평가하기 위하여 필요한 부적합 제품의 수를 결정하는 체계를 말한다.

○시료채취 담당관 (sampling officer)

시료채취과정에서 훈련이 되었고 책임당국에 의해 자격이 인정된 자를 말하며, 실험실 시료의 조제와 포장 및 선적을 포함하는 모든 과정에 책임을 진다. 채취관은 특별한 시료채취 과정에 대한 기준의 지속적인 준수가 필요하며, 시료에 대한 문서작업이 완벽해야 하고 실험실과 밀접하게 협조하여야 한다.

○시료량 (sample size)

시료를 구성하는 개별시료의 수나 시료의 양을 말한다.

○단위(개별)시료 (unit)

경기성

롯트 중의 최소 개별분(smallest discrete portion)으로 일차시료의 전체 또는 일부분을 조제하기 위하여 채취하여야만 한다. 신선과일 및 야채의 경우는 지나치게 크기가 작은 경우를 제외하면 과일과 야채의 전체 또는 자연적인 송이 전체(예: 포도)가 unit이어야 한다. 시료채취도구는 시료가 상하지 않도록 사용하여야 한다. 계란과 신선과일 및 채소는 unit을 만들기 위해 자르거나 분쇄할 수 없다. 대형 동물 및 동물의 일부분 또는 내장의 경우는 특정 부위나 내장의 일부분 또는 전체가 unit이어야 한다. 특정부위나 내장은 unit을 만들기 위해 자를 수도 있다. 소형 동물 및 동물의 특정부위나 내장의 경우는 전체 동물 또는 완전한 동물 일부분 및 내장이 unit이 될 수 있다. 포장된 시료의 경우는 최소개별포장을 unit으로 사용할 수 있다. 최소포장이 매우 클 때에는 벌트로 채취할 수도 있다. 최소포장이 매우 작을 경우에는 포장물의 일부를 unit으로 사용할 수 있다.

○검사항목 (characteristics)

롯트 안에서 개개 제품을 확인하고 구별하기 위한 특성(속성)을 말하며, 검사항목은 양적일 수도 있고 질적일 수도 있다.

○균질성 (homogeneity)

롯트는 검사하고자 하는 항목이 전체 롯트에서 정해진 확률의 법칙에 따라 일정하게 분포되어 있다면 그 검사항목에 대해 균질하다고 할 수 있다. 롯트가 전체 롯트에서 부분에 따라 다르다면 상대적으로 불균질이다.

○책임기관 (responsible authority)

책임기관은 수입국에 의해 정해진 기관이 되며, 변경원칙의 도입이나 검사수준의 설정을 관장하여야 한다.

○검사수준과 변경원칙

검사수준은 롯트의 크기 대비 시료의 크기에 관련이 있기 때문에 시료의 질이 좋고 나쁨에 직결된다. 검사수준은 책임기관에 의해 설정되어야 하며, 특별히 정해진 바가 없으면 기본적인 수준(Ⅱ)을 적용해야 할 것이다. 기본 수준은 축소된 수준(Ⅰ)의 2배 정도이고 강화된 수준(Ⅲ)은 기본수준의 1.5배 정도 시료크기에 해당한다. 특별수준(S1-S4)은 상대적으로 작은 크기의 시료를 쓸 수밖에 없을 때 큰 시료를 대체할 때 이용된다.

○롯트의 크기와 시료의 크기

국제적으로 수출된 상품의 경우 롯트의 크기는 선적 적하목록에 명시되어 있으므로 서로 다른 시료 채취를 위해 서로 다른 크기를 적용하려면 규격에 명확히 명시되어야 한다. 롯트가 클수록 롯트 대 시료의 비율을 높게 유지하면서 더 나은 차별성을 얻는것이 가능하고 경제적이다. 또한 해당 시료채취의 효율성 측면에서 롯트의 크기가 커지는 만큼 급격하게 시료의 크기가 증가하지는 않는다. 그러나 롯트의 크기를 제한하는 데는 다음과 같은 이유가 있다. 즉, 더 큰 롯트의 형성은 다양한 범위의 질을 포함하는 결과를 야기할 수 있고, 생산류 또는 공급률이 너무 낮아서 큰 롯트의 형성이 어려울 수 있고, 큰 롯트는 저장 및 취급 용이성을 방해할 수 있고, 큰 롯트의 경우는 무작위 표본채취를 위한 접근 가능성이 힘들 수 있기 때문이다.

3. 시료채취 절차

1) 일반사항

시료채취절차는 해당 제품과 관련된 적절한 ISO 규격에 따라 수행되어야 한다. 예를 들면 우유 및 유제품의 시료채취에는 ISO 707에 따라 수행하여야 한다.

2) 주의 사항

시료채취의 모든 단계에서 분석결과에 영향을 미칠 수 있는 오염과 시료의 질을 떨어뜨리는 일이 없도록 주의하여야 한다.

3) 시료채취 담당관의 고용

시료채취는 시료채취에 관한 기술을 훈련받은 사람에 의해 수행되는 것이 바람직하다.

4) 시료채취 대상 물질

검사대상 로트는 명확하게 정해져 있어야 한다.

5) 대표시료 채취

대표시료는 로트를 대표할 수 있는 시료를 고안하거나 조제하는데 사용되는 절차를 말하며, 필요하다면 이 조항에서 제시하는 필수사항들을 절차로 만들 수 있다. 무작위 시료채취방법은 로트 안의 모든 제품이 시료로 채집될 수 있는 확률을 동일하게 할 수 있도록 로트(N개 제품)에서 n개의 제품을 수집하는 것이다. '무작위'는 컴퓨터 소프트웨어를 이용하여 얻을 수 있는 난수표(table of random number)를 이용하여 얻을 수 있다. 시료의 대표성에 대한 어떠한 논쟁도 피하기 위하여 가능하다면 어떤 방법을 취하던지간에 무작위 방법이 선택되어야 한다.

만약 로트가 불균질하다면 무작위 시료는 로트의 대표성이 없을 수도 있으므로 계층화된 시료채취 방법이 해결책이 될 것이다. 계층화된 시료채취방법은 로트를 계층이나 구역으로 나누는 것이며, 각 계층을 원래의 로트보다는 균질하다고 할 수 있다. 그 후 무작위 시료가 이 계층의 각각으로부터 채취한다. 각 계층은 시료당 2-20개의 제품을 포함하는 무작위 시료채취방법에 의해 검사할 수 있다.

상품이 어수선하게 배열되어 있거나 생산과정이 시간에 따른 현상이 있어 무작위 시료를 채취하는 것이 곤란하다면 다음 사항을 참고하여야 한다. 즉 채취하기가 용이하거나 눈에 보이는 특징이 차별화 되는 상품을 선택하게 되는 것을 피하고 규칙적인 방법으로 시료를 채취하는 것을 피하며, 한 단위마다 n 번째를 택한다.

6) 시료의 조제

(1) 일차시료(primary sample)

로트로부터 채취할 일차시료의 최소갯수는 의심이 가는 식육이나 가금육의 로트의 경우 EC에서는 표 1이나 표 2로부터 결정한다(Commission Directive 2002/63/EC, 2002). 각 일차시료는 실행할 수만 있다면 로트 내의 무작위로 선정된 지점에서 채취하여야만 한다. 일차시료는 로트에서 소요되는

경기성

실험실시료로 제공하기에 충분한 양을 취하여야 한다. 일차시료의 개수는 다음 공식으로부터 구한다.

$$n = n_0 / ((1 + (n_0 - 1)) / N)$$

n = 채취할 최소 일차시료수, n₀ = 표 2에 나타난 일차시료수,

N = 롯트 내 일차시료를 만들 수 있는 unit 수

표 1. 롯트에서 취해야 할 일차시료의 최소갯수

구분	롯트에서 취해야 할 일차시료의 최소갯수
A. 식육 및 가금육	
비의심 롯트	1
의심 롯트	표 2에 따라 결정
B. 기타 생산품	
잘 혼합되고 균질한 것으로 판단되는 포장물이나 벌크에 있는 생산품	1 (롯트가 마쇄나 기타 공정으로 잘 혼합되어 있을 경우)
잘 혼합되지 않고 불균질한 것으로 판단되는 포장물이나 벌크에 있는 생산품	식물 기원 일차 식품과 같이 unit이 큰 생산품의 경우에는 실험실 시료에 충분한 최소 unit 수를 충족해야만 한다(표 4).
또는 롯트의 무게(kg)가	
<50	3
50-500	5
>500	10
또는 롯트 중 캔, 상자 및 용기의 갯수가	
1-25	1
26-100	5
>100	10

표 2. 한 롯트의 식육이나 가금육에서 적어도 한 개의 기준 미준수 시료를 발견할 가능성에 필요한 무작위 선정 일차시료의 개수

롯트 내 기준 미준수 잔류물의 빈도 (%)	확률별 기준 미준수 잔류물 검출에 필요한 최소시료수		
	90%	95%	99%
90	1	-	2
80	-	2	3
70	2	3	4
60	3	4	5
50	4	5	7
40	5	6	9
30	6	7	11
35	7	9	13
25	9	11	17
20	11	14	21
15	15	19	29
10	22	29	44
5	45	59	90
1	231	299	459
0.5	460	598	919
0.1	2,301	2,995	4,603

시료채취의 원칙과 방법

(2) 벌크 시료의 조제

각 일차시료는 각각의 벌크시료로 간주한다. EC의 농산물, 계란, 유가공제품에 대한 시료채취과정은 표 3에 나타내었으며(Commission Directive 2002/63/EC, 2002), 일차시료는 가능하다면 잘 혼합하여 혼합하여 벌크시료를 만들어야만 한다. 벌크시료를 조제하기 위한 시료를 부적절하게 혼합하였을 때는 다음과 같은 방법으로 조제할 수 있다. 혼합과정이나 벌크시료의 분할과정에서 unit 시료가 손상을 입었을 경우나 또는 보다 균일한 시료를 만들기엔 큰 unit의 혼합이 불가능한 경우에는 unit은 일차시료를 채취할 때 실험실 시료의 반복을 무작위로 배분하여야 한다. 이러한 경우 결과는 분석한 실험실 시료로부터 얻은 유효결과의 평균값이어야 한다.

표 3. 농산물의 일차시료와 실험실 시료의 최소량

농산물 구분	예	채취할 일차시료의 상태	실험실 시료의 최소량 (kg)
모든 신선과일 및 식용식물을 제외한 감자와 사탕수수			
일반적으로 25 g 미만인 작은 크기의 신선 농산물	장과류, 완두, 올리브	전체, 또는 팩키지, 또는 시료채취도구로 채취한 양	1
일반적으로 25-205 g인 중간크기의 신선농산물	사과, 오렌지	전체	1 (최소 10 unit)
일반적으로 250 g 이상인 커다란 신선농산물	양배추, 오이, 포도(송이)	전체	2 (최소 5 unit)
두류	건조 콩 및 완두콩	-	1
곡류	벼, 밀	-	1
견과류 (tree nut)	코코넛 제외	-	1
	코코넛	-	5 unit
유지종자	땅콩	-	0.5
음료 및 감미용 종자	커피콩	-	0.5
식용식물	신선 파슬리	전체	0.5
	기타 신선식물	전체	0.2
건조 농산물은 이 표의 식물기원 가공식품 참조			
양념류	건조	전체 또는 시료채취 도구로 취한 양	0.1
식물기원 가공식품			
<ul style="list-style-type: none"> ○ 식물기원 이차 식품, 건조 과일, 채소, 호프, 마쇄한 곡물 가공품 ○ 식물기원 가공품, 차, 식물성 기름, 주스 및 가공 올리브와 감귤 당밀과 같은 기타 가공품 ○ 식물기원 가공식품(단일성분) : 중간 또는 소수의 성분을 포함하였거나 포함되지 않은 경우. 예) 향료재, 양념, 조미료, 조리여부에 관계없이 정상적으로 포장된 즉석 식품 ○ 식물기원 가공식품(다성분) : 식물기원 성분이 우세한 동물기원 성분과 빵 및 기타 가공곡류 포함 			
Unit 값이 큰 가공품		포장단위 또는 시료채취 도구로 취한 양	0.1
낮은 벌크의 고체 가공품	호프, 차	포장단위 또는 시료채취 도구로 취한 양	0.2
기타 고체 가공품	빵, 밀가루, 건조 과일	포장단위, 기타 전체부위, 시료채취 도구로 취한 양	0.5
액체 가공품	야채 기름, 주스	포장단위 또는 시료채취 도구로 취한 양	0.5 또는 1

경기성

또한 PAM(pesticide analytical manual, FDA, 1999)의 잔류농약 분석을 위한 가공전 농산물의 채취부위와 잔류농약 분석을 위한 가공농산물 부위는 각각 표 4와 5에 제시하였다. 또한 국내 농산물 시료의 잔류농약 분석을 위한 시료채취량 및 전처리 방법 (농촌진흥청, 2004)은 표 6에 제시하였다.

(3) 실험실 시료의 조제

별크시료가 실험실 시료에 필요한 것보다 클 경우 대표성이 있는 부분을 얻기 위해 시료를 나누어야 한다. 시료채취도구, 4등분, 기타 적절한 양으로 감량하는 과정을 사용할 수 있으나 신선 식물 가공품 도는 계란 전체의 기본단위는 자르거나 깎 수 없다. 필요한 경우 이 단계에서 여러 개의 실험실 시료를 채취하거나 또 다른 과정을 거쳐 조제할 수 있다. 실험실 시료에 필요한 최소량은 표 3에 제시하였다.

(4) 분석시료의 조제

실험실 시료는 확인자를 지정하여 수행하고 접수일과 시료량을 시료 기록지에 표기하여야 한다. 분석대상 농산물의 부위 즉 분석시료는 가능하다면 분리하여야 한다. 만일 잔류수준을 분석하지 않는 부위를 포함하여 계산할 경우에는 떼어낸 부분의 무게를 반드시 기록해야 한다.

표 4. 잔류농약 분석을 위한 가공전 농산물의 채취부위

근채류	잔류허용기준이 뿌리 또는 껍질에 분리 설정되었을 경우에는 흐르는 물에 가볍게 씻어 묻어있는 토양을 제거한 후 전체 분석. 잔류허용기준이 지상부를 포함하였거나 또는 지상부와 뿌리가 같이 유통 중인 근채류는 지상부와 뿌리를 따로 분석. 당근, 파스닙, 순무는 지상부를 제거.
구근 채소군(녹색 또는 건조)	뿌리를 제거한 농산물 전체. 흐르는 물에 가볍게 씻어 묻어있는 토양 제거. 건조 구근 양파와 마늘의 경우 줄기와 쉽게 제거되는 외피를 제거.
엽채류군(유채속 제외)	명확히 상했거나 시든 잎을 제거한 농산물 전체. 대황의 경우 오직 잎을 제거한 줄기만 분석. 셀러리에 흡착된 토양을 흐르는 물에 가볍게 씻어 제거할 것.
유채속 그룹	명확히 상했거나 시든 잎을 제거한 농산물 전체, 컬리플라워와 브로콜리의 모든 잎을 제거한 경우 제외
두과 채소류(물기가 많거나 또는 마른)	물기가 많은 꼬투리는 포함하고 마른 꼬투리를 제거한 농산물 전체
과채류(조롱박 제외)	줄기와 껍질은 제거한 전체
조롱박류	줄기를 제거한 전체
감귤류	전체
이과류	줄기를 제거한 전체
핵과류	줄기와 핵을 제거한 체
소형 과일 및 장과류	껍과 줄기를 제거한 전체 (줄기가 포함되는 진포도 제외)
땅콩	겉껍질을 제거한 전체 땅콩 과육(열매)
파인에플	관부(과일 상부의 잎)를 제거한 전체
아보카도와 망고	핵을 제거한 전체
땅콩 겉껍질	땅콩 과육을 제거한 전체
대추야자와 올리브	줄기와 핵 또는 씨를 제거한 전체

시료채취의 원칙과 방법

바나나	관부 조직과 잎자루를 제거하고 과일껍질을 포함한 전체
이전의 것을 포함하지 않는 기타 미가공 과일과 야채	명확히 상했거나 시든 잎, 줄기, 핵 또는 씨, 꼬투리 또는 껍질을 제거한 전체; 만약 농산물에 상당량의 토양이 흡착되어 있으면 가볍게 흐르는 물에 행군다.
이븐드 겹껍질	껍질과 과육을 제거한 전체
곡류	신선한 옥수수를 제외한(사탕옥수수 포함) 전체, 껍질을 제거한 열매와 옥수수속을 포함한다.
달걀	껍질을 제거한 전체
물고기	머리, 꼬리, 비늘, 지느러미, 내장, 뼈(비식용일 경우)와 피부(비식용일 경우)를 제거한 가식부
계(단단한 껍질)	껍질, 아가미와 내장을 제거한 가식부
계(부드러운 껍질)	아가미를 제거한 가식부
새우와 가재	머리, 껍질과 새우의 비식용의 꼬리를 제거한 가식부
랍스터	껍질과 위를 제거하나 간을 포함하는 가식부
굴, 대합 조개와 다른 조개류	껍질을 제거하나 육즙을 포함한 가식부
토끼와 다른 엽서류	뼈를 제거한 가식부

표 5. 진류농약 분석을 위한 가공농산물 부위

한 개 성분으로 구성되거나 즉석식품 형태의 가공식품(예:시럽 또는 그들의 주스에 통조림된 과일, 물 또는 식염수에 통조림 야채, 냉동 과일 또는 야채, 건조된 과일, 하나의 농도의 주스, 캐첩)	포장된 것의 액체 또는 기타 가용매질을 포함한 전체 가공식품을 분석.
주로 한 개의 원료로 구성되는 가공 식품과 그 이상의 요리를 요구하는 형태의 즉석 식품(예:과일 주스 농축액, 탈수된 야채들, 분말 감자)	농산물들의 수분 함량을 보정한 후 전체 가공품 분석
다른 음식의 구성성분 또는 하나의 원료를 사용하여 인스턴트화 되지 않은 형태의 가공식품(예: 밀가루, 페이스트와 같은 토마토 농축액, 감귤 오일)	가공 농산물 전체를 있는 그대로 분석
치즈	웍스 또는 오일상태의 껍질을 제거한자연상태의 치즈 껍질의 전체 분석
냉동 해산물(예: 물고기 또는 새우)	해동한 후 가식부위 분석, 물은 버림
해산물 통조림	포장된 시료의 오일, 묽은수프 또는 소스와 같은 가식액체를 포함한 가식 부위 분석, 비식용 부분은 버림
개구리 다리	뼈를 제거한 시료의 가식부위 분석

표 6. 국내 농산물 시료의 진류농약 분석을 위한 시료채취량 및 전처리 방법

작물명	시료 전처리	시료량 (kg)
벼	현미를 분쇄 (40 mesh 이상)한다.	1
벼짚	0.5~0.2 cm로 절단하여 분쇄한다.	2
보리 (쌀보리, 맥주맥 포함)	알곡을 분쇄 (40 mesh 이상)한다.	1
밀	"	1
옥수수	"	1
두류 (콩, 팥, 녹두 등)	종실을 분쇄(40 mesh 이상)한다.	1
유채, 땅콩	"	1
무 (순무포함)	잎과 뿌리를 구분하여 분석하되 뿌리에 묻어 있는 흙은 가볍게 물로 씻어 내어 세절한다.	2

경기성

숙곳 (미나리 등)	변질 잎 및 뿌리 제거 후 세절한다.	1
과 (셀러리포함)	외피 및 뿌리 제거 후 세절한다.	1
고추	잎과 열매를 구분하여 분석하되 열매는 꼭지 제거 후 세절한다.	1
마늘	생육시기에 따라 풋마늘과 종구로 구분하여 분석하되 풋마늘은 변질 잎 및 뿌리를 제거하고 종구는 외피제거 후 세절한다.	2
수박	꼭지를 제거하여 세절한다.	5 (5개)
작물명	시료 전처리	시료량 (kg)
포도	꼭지를 제거한다.	2 (5송이)
감귤	외피와 과육의 구분없이 세절한다.	2
차	생엽, 제품, 침출액으로 구분한다.	1
참다래	꼭지제거 후 세절한다.	2
기타 작물	작물의 가식부를 고려하여 위에 명시한 전처리 방법에 준한다.	적량

(5) 혼합시료의 조제

혼합시료는 미리 포장된 제품의 롯트에서 취한 일차시료(제품)를 주의하여 손합하거나 또는 벌크(포장된 상태가 아닌) 롯트에서 일차시료를 혼합하여 조제한다. 경제적인 이유를 제외하고는 이 시료 채취기술은 일차시료의 조합 때문에 시료 대 시료의 변이에 대한 정보를 얻을 수 있기 때문에 바람직하지 않다.

(6) 최종 시료

벌크 또는 벌크 시료가 가능한 최종시료가 되고 이는 분석을 위하여 실험실로 보내야 한다. 만약 벌크/벌크시료가 너무 크다면 최종시료는 적당한 감소방법으로 준비하여야 한다. 그러나 이 과정에서 개개 상품이 절단되거나 분리되어서는 안된다.

7) 시료채취 기록

시료채취담당관은 롯트의 특성 및 기원, 공급자 또는 운반자, 시료채취일과 장소, 그 외 관련 정보를 반드시 기록해야 한다. 추천 시료채취법에서 벗어난 사항을 반드시 기록하여야 한다. 서명한 기록지의 사본을 반드시 각 실험실 시료에 동봉하고 사본은 반드시 시료채취 담당관이 보관하여야 한다. 시료채취 기록지의 사본은 실험실 시료를 제공했는지 여부와 관계없이 롯트의 소유자나 대표 소유자에게 제공하여야 한다. 시료채취 기록지를 컴퓨터 양식으로 만들었을 때에는 동일 수취인에게 보내야 한다.

8) 실험실 시료의 포장과 운송

최종적으로 실험실로 보내는 시료를 실험실 시료라 하며, 최종시료 또는 대표 최종시료가 될 수 있다. 실험실 시료는 오염과 손상 및 유출을 방지하기 위하여 깨끗하고 불활성인 용기에 보관하여야 한다. 검사하고자 하는 항목이 변하지 않도록 보관하여야 한다. 예를 들어 미생물 검사를 위해서는 무균 냉동 보관기에 보관하여야 한다. 실험실 시료는 운송시 시료에 손상을 주지 않고 외부의 오염을 막기 위해 깨끗한 용기에 넣어야 한다. 용기는 허가되지 않은 사람이 열 수 없도록 봉인되어야 하며, 새거나

부패하는 것을 방지하기 위하여 가능한 신속하게 실험실로 운반해야 한다. 예를 들어 냉동 식품은 냉동된 상태로 유지되어야 하고 부패하기 쉬운 시료는 냉동상태로 보관하여야 한다. 용기에는 시료채취 기록지를 붙여야 한다. 바 코드를 사용할 수 있을 경우에는 알파벳 순서에 따라 정보를 제공하여야 한다.

9) 시료채취 보고

시료채취 보고서에는 시료채취의 목적, 시료의 출처 및 방법, 시료채취일 및 장소, 운송시각 및 상태를 설명하는 항목들이 있으며, 모든 시료 특히 실험실 시료는 이에 대한 정보를 명확하게 확인이 가능해야 한다.

권장 시료채취방법에서 벗어난 모든 사항에 대해서는 그 과정에 대한 자세한 보고서를 시료채취 보고서에 첨부하여야 하며, 이는 책임 기관에서 수행하여야 한다.

참고문헌

- Ambrus, A. (1979) The influence of sampling methods and other field techniques on the results of residue analysis, Pesticide Residues, edited by H. Frehse and H. Geissbühler, Pergamon Press, Oxford, New York, London, pp.6-18.
- Ambrus, A. (2002) Evaluation of the Studies on Decline of Pesticide Residues, J. Agric. Food Chem., 50, 4846-4851.
- Codex (2004) Draft general guidelines on sampling, Alinorm 04/27/23 Appendix III.
- Commission Directive 2002/63/EC (2002) Establishing Community methods of sampling for the official control of pesticide residues in and on products and animal origin and repealing Directive 79/700/EEC, Annex. Methods of sampling products of plant and animal origin for the determination of pesticide residues for checking compliance with MRLs.
- FDA (1999) Pesticide analytical manual (PAM), pp. 102-2 - 102-4.
- 농촌진흥청 (2004) 농약관리법령 고시 훈령집, p. 300.
- 한국환경농학회 (2008) 식품 및 환경 중 잔류물질의 분석과 적용, pp. 87-88.