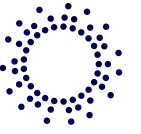




Tidssensitive analyser

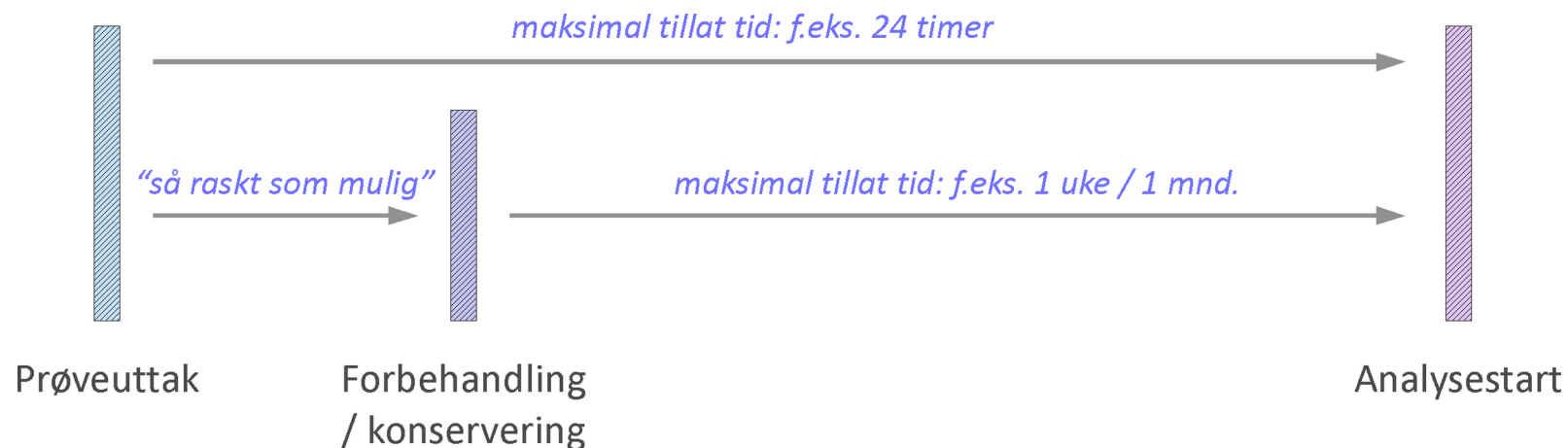
Vannkjemiske metoder

Åge Molvermyr (NORCE)



Tidssensitive analyser

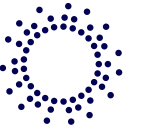
- Begrepet brukes om metoder som har definert en maksimalt tillatt tid mellom prøveuttak og analysestart
- Omfatter både metoder der prøver ikke forbehandles/konserves, og metoder der prøver blir forbehandlet/konservert





Prøvetaking for kjemisk vannundersøkelse

- ISO 5667-5 «Vannundersøkelse - Prøvetaking - Del 5: Veiledning i prøvetaking av drikkevann fra vannbehandlingsanlegg og distribusjonssystem»:
 - Drikkevannsforskriften sier at uttak av drikkevannsprøver skal foretas i samsvar med denne standarden
 - I pkt. 9 vises det til ISO 5667-3 for veiledning om konservering og behandling av prøver
 - Men sier: «Noen parametere, inkludert residual-klor, pH og turbiditet bør testes umiddelbart etter prøvetaking, da det er sannsynlig at de vil endre seg under transport og lagring»



Prøvetaking for kjemisk vannundersøkelse

- ISO 5667-3 «Vannundersøkelse - Prøvetaking - Del 3: Konservering og behandling av vannprøver»:
 - Spesifikk informasjon om konservering og behandling av prøver gis i Annex A for en rekke analysemetoder
 - Mange analytiske standarder refererer normativt til ISO 5667-3 (når spesifikk informasjon om prøvebehandling og lagringstid ikke gis i slike standarder, har informasjonen i Annex A i ISO 5667-3 normativ status)



Prøvebehandling og lagring

- ISO 5667-3 om transport og lagring av prøver:
 - Under transport skal prøvene oppbevares i en kjøleenhet som er i stand til å opprettholde en temperatur på $(5 \pm 3) \text{ }^\circ\text{C}$
 - Registrering av temperatur bør gjøres for «proper evaluation» av forholdene under transport
 - Ved lagring i lab. er kravet $(3 \pm 2) \text{ }^\circ\text{C}$

- ISO 5667-3 om lagring av prøver – definisjoner:
 - Lagringstid: perioden mellom prøveuttak og oppstart av analysen i laboratoriet
 - Konservering: for å stabilisere prøven i tiden fra prøveuttak til oppstart av analyse



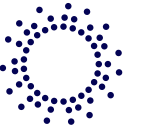
Eksempler på maksimum lagringstid

Parameter	Standardmetode	Forbehandling/ Konservering	Maksimum lagringstid
Turbiditet	ISO 7027-1	Ingen (lagres mørkt) Unngå kontakt med luft	24 timer
pH	ISO 10523	Ingen (lagres mørkt) Unngå luft i prøveflasken	24 timer
Ledningsevne	ISO 7888	Ingen Prøveflasken fylles helt	24 timer
Farge	ISO 7887	Ingen (lagres mørkt) Unngå kontakt med luft	5 døgn
Total organisk karbon	EN 1484	Flyktige forbindelser? Surgjøring Frysing	8 timer 7 døgn Flere uker



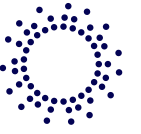
Krav som følger av drikkevannsforskrift

- Analyser av drikkevannsprøver skal foretas i samsvar med internasjonale eller nasjonale standarder når slike foreligger
- Der vedlegg 1 eller 2 angir krav til analysemetoder, skal disse benyttes
 - For kjemiske/fysikalske analyser gjelder dette for turbiditet (ISO 7027-1) og total organisk karbon (EN 1484)
- Laboratoriene som benyttes skal være akkreditert for de aktuelle analysene



Avvik fra tidskrav for analysestart

- Overskridelse av maksimum lagringstid gitt i standardmetoder bryter med kravene i drikkevannsforskriften
 - Kunder må informeres om at analyser ikke tilfredsstillter krav i drikkevannsforskriften
- Analyseresultater kan i slike tilfeller ikke rapporteres akkreditert
- Hvis tidskrav ikke kan overholdes kan en intern metode akkrediteres
- Må valideres at fravik fra standardmetode gir akseptable resultater



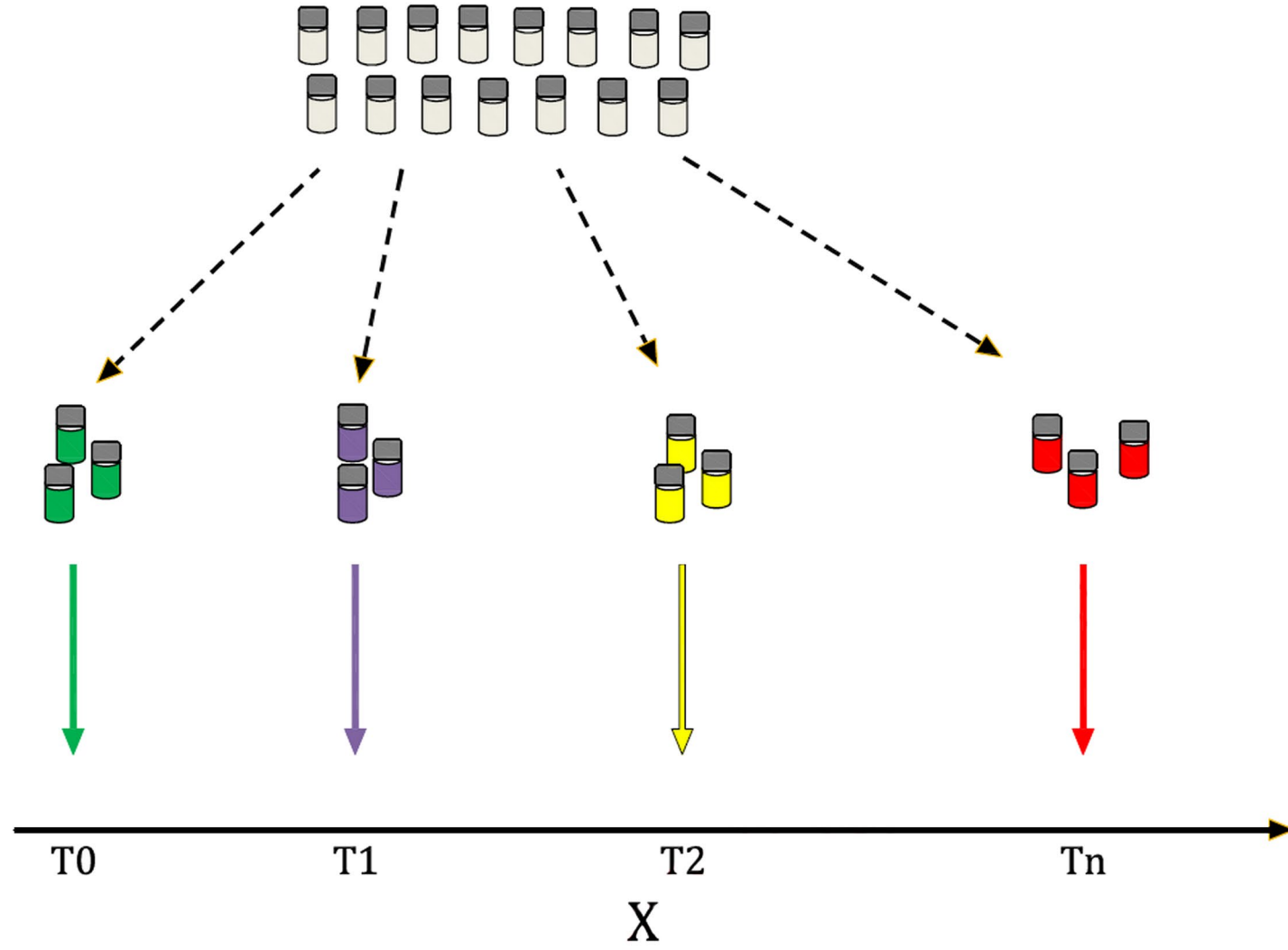
Validering av lagringstid for prøver

- ISO/TS 5667-25:2022 Water quality – Sampling – Part 25: Guideline on the validation of the storage time of water samples
- Beskrive fremgangsmåte og metodikker for å verifisere hvor lenge en prøve er stabil under spesifikke lagringsbetingelser (temperatur, matrise, lys, tilsetning av stabilisator - der det er aktuelt, type konservering osv.)
- Gjelder for kjemiske og fysikalsk-kjemiske analysemetoder
Biologiske og mikrobiologiske metoder er ikke omfattet



Validering av lagringstid; ISO/TS 5667-25

- Det kreves en analytisk metode med allerede karakteriserte egenskaper (repeterbarhet, reproduserbarhet, systematiske feil, nøyaktighet og usikkerhet)
- Stabilitetsstudie: en serie tester for å analysere variasjonene i verdien av en gitt parameter mellom en starttid og en maksimal tid, på representative prøver
- Brukes til å fastslå maksimal akseptabel tid før analysestart





Validering av lagringstid; ISO/TS 5667-25

- Krever nøye planlegging, og gjennomføring av omfattende forsøk for å verifisere akseptabel lagringstid på tilfredsstillende statistisk grunnlag
- Krever statistisk kompetanse



Validering av lagringstid; ISO/TS 5667-25

- Stadier i en stabilitetsstudie
 - Definere omfang og krav (analytter, matrikser, konsentrasjonsnivåer, lagringsbetingelser, lagringstid, maksimalt akseptabelt avvik)
 - Definere plan for eksperimenter (type studie, antall tidsintervaller, total varighet)
 - Utføre testene (og overvåke og dokumentere alle lagringsforhold)
 - Validere resultatene (statistiske analyser)
 - Framstille og vurdere resultatene for å bestemme maksimum akseptabel lagringstid (“maximum acceptable delay before analysis”), i forhold til maksimalt akseptabelt avvik