
**Qualité de l'eau — Dosage du bromate
dissous — Méthode par chromatographie
des ions en phase liquide**

*Water quality — Determination of dissolved bromate — Method by liquid
chromatography of ions*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 15061:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/53525acc-2153-4601-a2a4-7aa3ef48d85e/iso-15061-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/53525acc-2153-4601-a2a4-7aa3ef48d85e/iso-15061-2001>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 15061:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/53525acc-2153-4601-a2a4-7aa3ef48d85e/iso-15061-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/53525acc-2153-4601-a2a4-7aa3ef48d85e/iso-15061-2001>

© ISO 2001

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.ch
Web www.iso.ch

Imprimé en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Interférences	1
4 Principe	2
5 Exigences essentielles minimales	2
6 Réactifs	3
7 Appareillage	5
8 Exigences de qualité pour la colonne de séparation	6
9 Échantillonnage et prétraitement de l'échantillon	9
10 Mode opératoire	11
11 Calculs	13
12 Expression des résultats	13
13 Rapport d'essai	13
Annexe A (informative) Éluants	14
Annexe B (informative) Solutions de régénération	16
Annexe C (informative) Exemple de méthode de commutation de colonne	17
Annexe D (informative) Essai interlaboratoires	19
Annexe E (informative) Interférences vérifiées	21
Bibliographie	22

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente Norme internationale peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

La Norme internationale ISO 15061 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 2, *Méthodes physiques, chimiques et biochimiques*.

Les annexes A, B, C, D et E de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

[ISO 15061:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/53525acc-2153-4601-a2a4-7aa3ef48d85e/iso-15061-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/53525acc-2153-4601-a2a4-7aa3ef48d85e/iso-15061-2001>

Introduction

Les exigences essentielles minimales d'un système de chromatographie ionique appliquées dans le cadre de la présente Norme internationale sont données dans l'article 5.

La diversité des appareillages appropriés et compatibles et des opérations du mode opératoire qui en découlent ne permettent qu'une description globale.

Des informations supplémentaires sur la technique analytique sont données dans les références normatives (article 2) et dans la bibliographie.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 15061:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/53525acc-2153-4601-a2a4-7aa3ef48d85e/iso-15061-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/53525acc-2153-4601-a2a4-7aa3ef48d85e/iso-15061-2001>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 15061:2001

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/53525acc-2153-4601-a2a4-7aa3ef48d85e/iso-15061-2001>

Qualité de l'eau — Dosage du bromate dissous — Méthode par chromatographie des ions en phase liquide

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage du bromate dissous dans l'eau (par exemple, eau potable, eau brute, eau de surface, eau partiellement traitée ou eau de piscine).

Un prétraitement approprié de l'échantillon, par exemple par élimination du chlorure, du sulfate, des métaux, pré-concentration ou dilution, donne une gamme d'applicabilité de 0,5 µg/l à 1000 µg/l de bromate dissous.

Le domaine de travail est limité par la capacité d'échange ionique de toute colonne de préconcentration utilisée ainsi que par celle de la colonne de séparation. Une dilution de l'échantillon dans la gamme de travail peut être nécessaire.

2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*.

ISO 5667-1:1980, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 1: Guide général pour l'établissement des programmes d'échantillonnage*.

ISO 5667-2:1991, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 2: Guide général sur les techniques d'échantillonnage*.

ISO 5667-3:1994, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 3: Guide général pour la conservation et la manipulation des échantillons*.

ISO 8466-1:1990, *Qualité de l'eau — Étalonnage et évaluation des méthodes d'analyse et estimation des caractères de performance — Partie 1: Évaluation statistique de la fonction linéaire d'étalonnage*.

ISO 8466-2:1993, *Qualité de l'eau — Étalonnage et évaluation des méthodes d'analyse et estimation des caractères de performance — Partie 2: Stratégie d'étalonnage pour fonctions d'étalonnage non linéaires du second degré*.

3 Interférences

3.1 La présence de nitrate, de chlorure, de carbonate et de sulfate peut affecter la capacité de la colonne de concentration et conduire à un rendement de bromate médiocre (9.2.1).

3.2 La présence de chlorure, de sulfate, de carbonate et d'hydrogénocarbonate peut perturber le dosage du bromate (9.2.1). En fonction de la colonne utilisée, d'autres ions peuvent entraîner des interférences et il convient de vérifier cet état de fait.

3.3 Les métaux présents (tels que les ions baryum et les ions argent dus aux étapes de prétraitement de l'échantillon) se fixeront à la résine des colonnes de concentration et de séparation, entraînant ainsi une perte de performance. Les ions métalliques peuvent être éliminés à l'aide d'une colonne d'élimination des métaux ou d'échangeurs spéciaux (voir Figure 1 et article 9).

3.4 L'interférence de certains acides organiques avec le dosage du bromate a été vérifiée et s'est révélée non significative aux niveaux de concentration utilisés (annexe E).

3.5 Les particules solides et les composés organiques, tels que les huiles minérales, les détergents et les acides humiques, réduisent la durée de vie des colonnes de concentration et de séparation.

4 Principe

4.1 Prétraitement de l'échantillon pour éliminer l'ozone (9.1.3) et les particules solides, ainsi que pour réduire la teneur en chlorure, sulfate, carbonate, hydrogénocarbonate et les métaux présents en utilisant des échangeurs cationiques (9.2).

4.2 Mesurage du bromate dans le domaine 0,5 µg/l à 1 000 µg/l, avec ou sans préconcentration (10.3).

4.3 Séparation du bromate par chromatographie en phase liquide au moyen d'une colonne de séparation ou après élution du bromate, éventuellement à partir d'une colonne de concentration. Utilisation d'une résine échangeuse d'anions comme phase stationnaire et, en général, de solutions aqueuses de sels de mono- ou diacides faibles en tant qu'éluants (voir 6.10 et annexe A).

4.4 Un détecteur conductimétrique (CD) avec suppression chimique est utilisé. Un détecteur UV ($\lambda = 190$ nm à 205 nm) convient uniquement pour la confirmation des résultats du détecteur conductimétrique.

NOTE Lorsqu'on utilise des détecteurs conductimétriques, il est primordial que la conductivité des éluants soit suffisamment faible. Pour cette raison, les détecteurs conductimétriques sont associés à des réacteurs post-colonne (échangeurs de cations) servant à diminuer la conductivité de l'éluant et à transformer les espèces de l'échantillon en acides correspondants. La détection par UV mesure directement l'absorbance.

4.5 Élimination des ions fortement retenus (tels que nitrate, phosphate, sulfate) de la colonne de séparation, par exemple, en rinçant la colonne de séparation au moyen d'un éluant plus concentré.

4.6 La concentration en bromate est déterminée après un étalonnage global de la procédure.

5 Exigences essentielles minimales

a) Préconcentration

Pour les faibles concentrations en bromate, l'utilisation d'une colonne de concentration peut être nécessaire. Des techniques en ligne peuvent être utilisées (voir 10.3 ainsi que l'annexe C). S'assurer que le rendement est compris entre 80 % et 120 %.

b) Pouvoir de résolution de la colonne

Il est essentiel que la résolution du pic, R , ne soit pas inférieure à 1,3 (voir article 8, Figure 4) entre le bromate et le pic le plus proche, qui est en général le chlorure.

c) Méthode de détection

Mesurage de la conductivité électrique (CD) avec un réacteur chimique post-colonne et un détecteur UV si une confirmation est requise.

- d) Applicabilité de la méthode: 0,5 µg/l à 1 000 µg/l.
- e) L'étalonnage doit être fait selon l'ISO 8466-1 ou l'ISO 8466-2 (10.2).
- f) Garantie de la qualité analytique

Un contrôle est nécessaire pour la validité de la fonction d'étalonnage (10.5). Des déterminations répétées peuvent être nécessaires. L'utilisation de la méthode des ajouts dosés peut être nécessaire lorsque l'on s'attend à des interférences de la matrice (10.3).

6 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue. Sauf indication contraire, effectuer les pesées des réactifs avec une exactitude de l'ordre de $\pm 1\%$ de la masse nominale.

6.1 Eau, de qualité 1 conformément à l'ISO 3696.

6.2 Hydrogénocarbonate de sodium, NaHCO_3 .

6.3 Carbonate de sodium, Na_2CO_3 .

6.4 Tétraborate disodique décahydraté, $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$.

6.5 Acide borique, H_3BO_3 .

6.6 Bromate de potassium, KBrO_3 .

6.7 Acide nitrique, $c(\text{HNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$.

6.8 Acide sulfurique, $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,84 \text{ g/ml}$.

6.9 Éthylène diamine, $\text{C}_2\text{H}_8\text{N}_2$.

6.10 Éluants.

Dégazer toute eau utilisée pour la préparation des éluants. Veiller à empêcher toute redissolution ultérieure d'air durant l'opération (par exemple, par barbotage d'hélium). Pour minimiser la prolifération de bactéries ou d'algues, conserver les éluants dans l'obscurité et les renouveler tous les 3 jours.

Voir l'annexe A pour des exemples d'éluants.

Deux différents types d'éluants sont utilisés:

6.10.1 Éluent de type 1, d'un niveau de concentration plus faible (voir les exemples dans l'article A.1) à utiliser pour la séparation du bromate

et

6.10.2 Éluent de type 2, d'un niveau de concentration plus élevé (voir les exemples dans l'article A.2) à utiliser pour éliminer les ions fortement retenus (tels que nitrate et phosphate) des colonnes de concentration et de séparation.

Le choix de l'éluent dépend du choix de la colonne et du détecteur; consulter le fournisseur de la colonne. L'association choisie entre la colonne de séparation et l'éluent doit être conforme aux exigences de résolution spécifiées dans l'article 8.

Une sélection de réactifs pour quelques éluants couramment utilisés est présentée dans les paragraphes 6.2 à 6.5.

6.11 Solution mère étalon de bromate, $\rho(\text{BrO}_3^-) = 1\,000\text{ mg/l}$

Sécher environ 1,5 g de bromate de potassium (6.6) pendant au moins 1 h à $105\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$. Conserver le solide séché dans un dessiccateur.

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, dissoudre $1,306 \pm 0,001\text{ g}$ de bromate de potassium séché dans environ 800 ml d'eau (6.1) et compléter au volume avec de l'eau (6.1). Conserver la solution à une température comprise entre 2 °C et 6 °C dans des flacons en polyéthylène ou en verre et la renouveler tous les 12 mois.

Des solutions mères disponibles dans le commerce à la concentration voulue peuvent également être utilisées.

6.12 Solution étalon de bromate.

6.12.1 Généralités

Suivant les concentrations présumées, préparer à partir de la solution mère étalon (6.11) les solutions étalons suivantes de différentes concentrations en bromate. Il est à noter que le risque d'un changement de concentration dû à des interactions avec le matériau du récipient est d'autant plus élevé que la concentration en bromate est faible. Conserver les solutions étalons dans des flacons en polyéthylène ou en verre.

6.12.2 Solution étalon I de bromate

La concentration en masse de cette solution est la suivante:

$$\rho(\text{BrO}_3^-) = 100\text{ mg/l}$$

Introduire à l'aide d'une pipette 10,0 ml de la solution mère étalon (6.11) dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter au volume avec de l'eau (6.1).

Conserver la solution à une température comprise entre 2 °C et 6 °C dans des flacons en polyéthylène ou en verre et la renouveler tous les 6 mois.

6.12.3 Solution étalon II de bromate

La concentration en masse de cette solution est la suivante:

$$\rho(\text{BrO}_3^-) = 1\text{ mg/l}$$

Introduire à l'aide d'une pipette 1,0 ml de la solution étalon I (6.12.2) dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter au volume avec de l'eau (6.1).

Conserver la solution à une température comprise entre 2 °C et 6 °C dans des flacons en polyéthylène ou en verre et la renouveler tous les 3 mois.

6.13 Solutions d'étalonnage de bromate.

Suivant la concentration présumée en bromate dans l'échantillon, utiliser la solution étalon I ou II de bromate (6.12.2 ou 6.12.3) pour préparer 5 à 10 solutions d'étalonnage couvrant, de façon aussi équidistante que possible, la gamme de travail supposée.

Par exemple, procéder comme suit pour des concentrations de BrO_3^- comprises entre $0,5\text{ }\mu\text{g/l}$ et $5,0\text{ }\mu\text{g/l}$.

Introduire à l'aide d'une pipette des volumes de $50\text{ }\mu\text{l}$, $100\text{ }\mu\text{l}$, $150\text{ }\mu\text{l}$, $200\text{ }\mu\text{l}$, $250\text{ }\mu\text{l}$, $300\text{ }\mu\text{l}$, $350\text{ }\mu\text{l}$, $400\text{ }\mu\text{l}$, $450\text{ }\mu\text{l}$ ou $500\text{ }\mu\text{l}$ de la solution étalon II de bromate (6.12.3) dans une série de fioles jaugées de 100 ml, et compléter au volume avec de l'eau (6.1).

Les concentrations en BrO_3^- dans ces solutions d'étalonnage sont respectivement de $0,5\text{ }\mu\text{g/l}$, $1,0\text{ }\mu\text{g/l}$, $1,5\text{ }\mu\text{g/l}$, $2,0\text{ }\mu\text{g/l}$, $2,5\text{ }\mu\text{g/l}$, $3,0\text{ }\mu\text{g/l}$, $3,5\text{ }\mu\text{g/l}$, $4,0\text{ }\mu\text{g/l}$, $4,5\text{ }\mu\text{g/l}$ et $5,0\text{ }\mu\text{g/l}$.

Préparer les solutions d'étalonnage le jour de leur emploi.

6.14 Solutions de régénération.

Le choix dépend du type de colonnes d'élimination des métaux ou de réacteurs post-colonne. Par conséquent, pour ce qui concerne la composition exacte des solutions de régénération, suivre les instructions du fabricant de la colonne (voir l'annexe B pour des exemples de compositions).

6.15 Solution d'essai à blanc.

Remplir d'eau (6.1) une fiole jaugée de 100 ml.

7 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit:

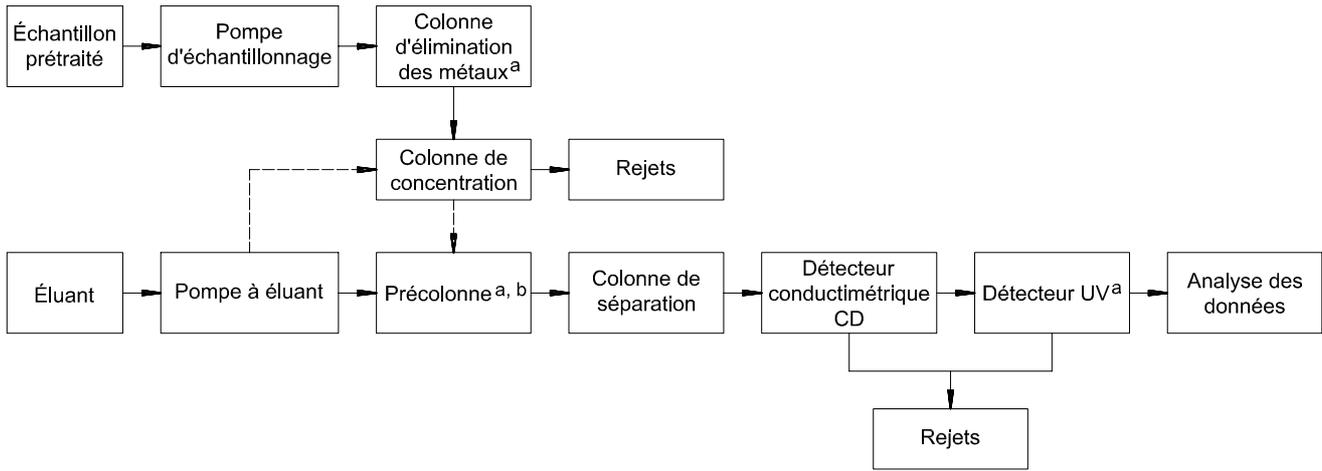
7.1 Système de chromatographie ionique, satisfaisant aux exigences de qualité définies à l'article 8, en terme de résolution. En général, il doit comprendre les éléments suivants (voir Figure 1):

- a) réservoirs d'éluant et une unité de dégazage pour deux éluants;
- b) pompe, adaptée à la méthode d'éluion par gradient;
- c) dispositif d'alimentation d'échantillon (par exemple, pompe d'échantillonnage) comprenant un dispositif d'injection de l'échantillon incorporant une boucle d'échantillonnage de volume approprié (par exemple de 0,05 ml à 2 ml) ou un échantillonneur automatique;
- d) vanne de dérivation sur colonne (par exemple, vanne à 6 voies) comprenant un dispositif de temporisation et de régulation des vannes et de la pompe;
- e) colonne de concentration (peut être requise pour de faibles concentrations);
- f) colonne de séparation satisfaisant aux exigences de performance spécifiées (voir article 8);
- g) détecteur conductimétrique avec un réacteur post-colonne anionique;
- h) détecteur UV (par exemple spectrophotomètre, 190 nm à 400 nm);
- i) dispositif d'enregistrement (par exemple, enregistreur, intégrateur avec imprimante, PC avec logiciel d'acquisition et d'évaluation des données).

NOTE Si une opération de préconcentration est requise, se reporter à l'exemple de configuration possible donné dans l'annexe C.

7.2 Cartouches

- échangeur de cations sous forme Ag (argent) (cartouche);
- échangeur de cations sous forme Ba (baryum) (cartouche);
- échangeur de cations sous forme H (hydrogène) (cartouche);
- en option: colonne d'élimination des métaux pour utilisation en ligne;
- cartouches à phases non polaires à utiliser pour la préparation de l'échantillon (par exemple polyvinylpyrrolidone).



Légende

- a En option.
- b À être recommandée pour injection directe en cas de non-utilisation d'une colonne de concentration (voir 10.3, note 1).

Figure 1 — Représentation schématique d'un système de chromatographie ionique comprenant un dispositif de préconcentration en ligne

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

8 Exigences de qualité pour la colonne de séparation

ISO 15061:2001

Les conditions de séparation doivent être telles que les anions susceptibles d'interférer n'interfèrent pas avec le bromate. Les Figures 2 et 3 fournissent des exemples de différents types de matrice d'eau contrôlés.

Dans les chromatogrammes des échantillons et des solutions étalons de bromate, la résolution, *R*, du pic entre le bromate et son pic le plus proche, qui est en général le chlorure, ne doit pas être inférieure à 1,3 [voir équation (1) et Figure 4].

Calculer la résolution du pic *R* à l'aide de l'équation (1):

$$R_{2,1} = \frac{2 \times (t_{R2} - t_{R1})}{w_2 + w_1} \tag{1}$$

où

- R*_{2,1} est la résolution de la paire de pics 2,1;
- t*_{R1} est le temps de rétention du pic 1, en secondes;
- t*_{R2} est le temps de rétention du pic 2, en secondes;
- w*₁ est la largeur à la base du pic 1, sur l'axe des temps, en secondes;
- w*₂ est la largeur à la base du pic 2, sur l'axe des temps, en secondes.

NOTE *w*₁, *w*₂ sont les largeurs de la base des triangles isocèles construits sur les pics gaussiens.