
**Qualité de l'eau — Dosage du bromate
dissous — Méthode utilisant la
chromatographie ionique (IC) et la
réaction post-colonne (PCR)**

*Water quality — Determination of dissolved bromate — Method
using ion chromatography (IC) and post column reaction (PCR)*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11206:2011

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7e819fed-209f-4705-bb37-
fc2c89650103/iso-11206-2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7e819fed-209f-4705-bb37-fc2c89650103/iso-11206-2011)



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11206:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7e819fed-209f-4705-bb37-fc2c89650103/iso-11206-2011>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2011

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au 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.org
Web www.iso.org

Version française parue en 2013

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Interférences	1
4 Principe	2
5 Réactifs	2
6 Appareillage	5
7 Exigences de qualité	6
7.1 Colonne de séparation.....	6
7.2 Conditions pour la PCR.....	7
7.3 Conditions chromatographiques et de PCR pour le chromatogramme présenté à la Figure 3	8
7.4 Conditions chromatographiques et de PCR pour le chromatogramme présenté à la Figure 4	10
8 Échantillonnage et prétraitement des échantillons	11
9 Mode opératoire	12
9.1 Généralités.....	12
9.2 Étalonnage.....	12
9.3 Mesure du bromate.....	12
9.4 Élimination du chlorite.....	13
9.5 Vérification de la validité de la fonction d'étalonnage.....	13
10 Calculs	13
11 Expression des résultats	13
12 Rapport d'essai	14
Annexe A (informative) Données de fidélité	15
Bibliographie	18

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 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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 du présent document 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.

L'ISO 11206 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 2, *Méthodes physiques, chimiques et biochimiques*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 11206:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7e819fed-209f-4705-bb37-fc2c89650103/iso-11206-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7e819fed-209f-4705-bb37-fc2c89650103/iso-11206-2011>

Qualité de l'eau — Dosage du bromate dissous — Méthode utilisant la chromatographie ionique (IC) et la réaction post-colonne (PCR)

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur de la présente Norme internationale connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente Norme internationale n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

IMPORTANT — Il est absolument essentiel que les essais réalisés conformément à la présente Norme internationale soient exécutés par un personnel ayant reçu une formation adéquate.

1 Domaine d'application

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

Le prétraitement approprié de l'échantillon (par exemple dilution) permet de doser le bromate à des concentrations $\geq 0,5 \mu\text{g/l}$.

Le domaine de travail est limité à la capacité d'échange ionique de la colonne de séparation. Il peut être nécessaire de diluer l'échantillon dans le domaine de travail du bromate.

[ISO 11206:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7e819fed-209f-4705-bb37-f2c89650103/iso-11206-2011)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7e819fed-209f-4705-bb37-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7e819fed-209f-4705-bb37-f2c89650103/iso-11206-2011)

2 Références normatives [f2c89650103/iso-11206-2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7e819fed-209f-4705-bb37-f2c89650103/iso-11206-2011)

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence (y compris les éventuels amendements) s'applique.

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

ISO 8466-1, *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, *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

Les métaux présents dans les échantillons et les éluants se lient au matériau de la résine dans la colonne de séparation, ce qui entraîne une diminution de la performance. Les ions métalliques peuvent être éliminés à l'aide d'échangeurs de cations spécifiques (voir [6.2](#) et [l'Article 8](#), Note 1).

Des particules solides et des composés organiques (par exemple des huiles minérales, des détergents et des acides humiques) réduisent la durée de vie de la précolonne et de la colonne de séparation (voir [l'Article 8](#), Notes 2 et 3).

Le chlorite peut interférer avec le dosage du bromate. Éliminer le chlorite conformément au mode opératoire spécifié en 9.4, si nécessaire.

NOTE Toute substance ayant un temps de rétention coïncidant avec le bromate et qui produit une réponse au détecteur peut provoquer des interférences. Une concentration d'ions élevée peut avoir une incidence sur la résolution et sur le temps de rétention de l'analyte. La dilution de l'échantillon et/ou l'élution par gradient élimine(nt) une grande partie des interférences.

4 Principe

L'échantillon est prétraité en vue d'éliminer l'ozone, le dioxyde de chlore, le chlorite, les métaux et les solides, si nécessaire (voir l'Article 8). Le bromate est séparé par chromatographie ionique (IC). Une résine échangeuse d'anions est utilisée comme phase stationnaire et des acides (de l'acide sulfurique, par exemple) ou des solutions aqueuses de sels de faibles acides monobasiques et d'acides dibasiques sont utilisés comme éluants pour l'élution isocratique ou par gradient (par exemple éluant carbonate, hydrogénocarbonate, hydroxyde, préparé manuellement, automatiquement ou électrochimiquement in situ) (5.13).

La détection du bromate [$\rho(\text{BrO}_3^-) \geq 0,5 \mu\text{g/l}$] est obtenue en appliquant une solution acide d'iodure de potassium contenant une quantité catalytique de molybdène(VI), dans laquelle le bromate réagit avec l'iodure pour former l'ion triiodure dans une étape de réaction post-colonne (PCR), qui est mesurée par son absorption UV à 352 nm.

NOTE Cette méthode peut être combinée avec l'ISO 10304-1, [2] l'ISO 10304-4 [3] et l'ISO 15061 [4].

La concentration de bromate est dosée après un étalonnage conformément à l'ensemble du mode opératoire de l'ISO 8466-1 ou l'ISO 8466-2.

Des essais de contrôle sont nécessaires pour vérifier la validité de la fonction d'étalonnage (9.5). Des répétitions du dosage peuvent être nécessaires. L'utilisation de la technique de l'ajout dosé peut être nécessaire lorsqu'on s'attend à des interférences matricielles (9.3).

5 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité pour analyse. Sauf indication contraire, peser les réactifs avec une exactitude de $\pm 1 \%$ de la masse nominale. Préparer des volumes différents de solutions comme décrit de 5.13 à 5.19, si nécessaire.

- 5.1 Eau, ISO 3696, qualité 1.
- 5.2 Carbonate de sodium, Na_2CO_3 .
- 5.3 Acide sulfurique, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ mol/l}$.
- 5.4 Hydroxyde de sodium, NaOH .
- 5.5 Hydroxyde de potassium, KOH .
- 5.6 Hydrogénocarbonate de sodium, NaHCO_3 .
- 5.7 Heptamolybdate d'ammonium tétrahydraté, $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$.
- 5.8 Iodure de potassium, KI .
- 5.9 Acide nitrique, $\rho(\text{HNO}_3) = 1,41 \text{ g/ml}$.

5.10 Sulfate de fer(II) heptahydraté, $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.

5.11 Bromate de potassium, KBrO_3 .

5.12 Éthylènediamine, $\text{C}_2\text{H}_8\text{N}_2$, 99 %.

5.13 Éluants.

Dégazer tous les éluants utilisés. Prendre des mesures afin d'éviter toute réintroduction d'air au cours de l'opération (par exemple à l'aide d'un barbotage à l'hélium, dégazeur en ligne).

Le choix de l'éluant dépend du choix de la colonne et du détecteur; demander conseil au fournisseur de la colonne. La combinaison choisie de la colonne de séparation et de l'éluant doit être conforme aux exigences de résolution spécifiées à l'Article 7. Utiliser les éluants tant que les exigences de l'Article 7 et de 9.3 sont satisfaites.

Une sélection de réactifs pour les éluants courants est présentée en 5.2 à 5.6. Des exemples d'éluants appropriés sont donnés en 5.13.2 et 5.13.3.

5.13.1 Concentré de carbonate de sodium, $c(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0,09 \text{ mol/l}$.

L'ajout du concentré d'éluant suivant est approprié pour la préparation de l'éluant (5.13.2):

Dissoudre 9,54 g de carbonate de sodium (5.2) dans de l'eau (5.1) dans une fiole jaugée de 1 000 ml et diluer au volume requis avec de l'eau (5.1).

La solution est stable pendant 6 mois si elle est conservée entre 2 °C et 8 °C.

5.13.2 Éluant de carbonate de sodium, $c(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0,009 \text{ mol/l}$.

L'éluant suivant est applicable au dosage du bromate.

Placer 100 ml du concentré de carbonate de sodium (5.13.1) dans une fiole jaugée de 1 000 ml et diluer au volume avec de l'eau (5.1).

5.13.3 Éluant d'acide sulfurique, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}$.

Placer 100 ml d'acide sulfurique (5.3) dans une fiole jaugée de 1 000 ml et diluer au volume requis avec de l'eau (5.1).

NOTE Il est possible d'ajouter de l'heptamolybdate d'ammonium tétrahydraté (5.7) à l'éluant à condition que la composition soit conforme à la concentration résultante du réactif pour PCR dans l'unité de PCR (5.15).

5.14 Solution d'heptamolybdate d'ammonium $c[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}] = 0,002 \text{ mol/l}$.

Dissoudre 0,25 g d'heptamolybdate d'ammonium tétrahydraté (5.7) dans 100 ml d'eau (5.1).

La solution est stable pendant 1 mois si elle est conservée dans un flacon opaque, à température ambiante.

5.15 Réactif pour réaction post-colonne (PCR).

Dégazer la totalité de l'eau utilisée pour la préparation du réactif pour PCR. Prendre des mesures afin d'éviter toute réintroduction d'air au cours de l'opération (par exemple à l'aide d'un barbotage à l'hélium).

Dissoudre 45 g d'iodure de potassium (5.8) dans environ 500 ml d'eau (5.1), ajouter 25 ml de la solution d'heptamolybdate d'ammonium (5.14) dans une fiole jaugée de 1 000 ml et diluer au volume requis avec de l'eau (5.1).

Faire barboter dans la solution de l'hélium pendant 20 min pour éliminer toutes les traces d'oxygène dissous, et la placer immédiatement dans le module de PCR et la mettre sous pression avec de l'hélium.

La solution contient 0,27 mol/l d'iode de potassium et 0,05 mmol/l d'heptamolybdate d'ammonium. Préparer la solution le jour de l'utilisation. Conserver la solution dans des flacons opaques (par exemple enveloppés avec une feuille d'aluminium) et protéger la solution de toute exposition à la lumière.

NOTE L'iode de potassium étant photosensible, la solution peut prendre une couleur jaune clair avec le temps, même lorsqu'elle est conservée dans une atmosphère d'hélium. Cela peut être évité en ajoutant de l'hydroxyde de sodium (5.4) avec une concentration résultante de 0,001 mol/l d'hydroxyde de sodium.

5.16 Solution de fer(II), $\rho(\text{Fe}^{2+}) = 1\ 000\ \text{mg/l}$.

Placer 6 μl d'acide nitrique (5.9) dans environ 15 ml d'eau (5.1) dans une fiole jaugée de 25 ml, dissoudre 0,124 g de sulfate de fer(II) heptahydraté (5.10) et diluer au volume requis avec de l'eau (5.1).

Le pH qui en résulte est d'environ 2. La solution est stable pendant 2 jours.

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

Sécher environ 1,5 g de bromate de potassium (5.11) pendant au moins 1 h à (105 ± 5) °C. Conserver le solide séché dans un dessiccateur.

Dissoudre $(1,306 \pm 0,001)$ g de bromate de potassium séché dans environ 800 ml d'eau (5.1) dans une fiole jaugée de 1 000 ml et diluer au volume requis avec de l'eau (5.1). Conserver la solution entre 2 °C et 8 °C dans des flacons en polyéthylène ou en verre et la renouveler tous les 12 mois.

Sinon, utiliser des solutions mères de la concentration requise disponibles dans le commerce.

5.18 Solution étalon de bromate.

ISO 11206:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7e819fed-209f-4705-bb37-2219780165/iso-11206-2011>

En fonction des concentrations attendues, préparer les solutions étalons suivantes de différentes concentrations de bromate à partir de la solution étalon mère (5.17). Tenir compte du risque potentiel de variations de la concentration provoqué par l'interaction du matériau du récipient, qui augmente avec la baisse de la concentration de bromate. Conserver les solutions étalons dans des flacons en polyéthylène ou en verre.

5.18.1 Solution étalon de bromate I, $\rho(\text{BrO}_3^-) = 100\ \text{mg/l}$.

Transférer à la pipette 10,0 ml de la solution étalon mère de bromate (5.17) dans une fiole jaugée de 100 ml, et diluer au volume requis avec de l'eau (5.1).

Conserver la solution entre 2 °C et 8 °C dans des flacons en polyéthylène ou en verre. La solution est stable pendant 6 mois.

5.18.2 Solution étalon de bromate II, $\rho(\text{BrO}_3^-) = 1\ \text{mg/l}$.

Transférer à la pipette 1,0 ml de la solution étalon I (5.18.1) dans une fiole jaugée de 100 ml, et diluer au volume requis avec de l'eau (5.1).

Conserver la solution entre 2 °C et 8 °C dans des flacons en polyéthylène ou en verre. La solution est stable pendant 3 mois.

5.19 Solutions d'étalonnage du bromate

En fonction de la concentration de bromate attendue dans l'échantillon, utiliser la solution étalon de bromate I (5.18.1) ou II (5.18.2) pour préparer 5 à 10 solutions d'étalonnage, réparties de façon aussi régulière que possible sur le domaine de travail attendu.

Procéder par exemple comme suit dans le domaine allant de 0,5 µg/l à 5 µg/l de bromate.

Transférer à la pipette, dans une série de fioles jaugées de 100 ml, les volumes suivants: 50 µl, 100 µl, 150 µl, 200 µl, 250 µl, 300 µl, 350 µl, 400 µl, 450 µl et 500 µl de la solution étalon de bromate II ([5.18.2](#)) et diluer au volume requis avec de l'eau ([5.1](#)).

Les concentrations de bromate dans ces solutions d'étalonnage sont les suivantes: 0,5 µg/l, 1,0 µg/l, 1,5 µg/l, 2,0 µg/l, 2,5 µg/l, 3,0 µg/l, 3,5 µg/l, 4,0 µg/l, 4,5 µg/l et 5,0 µg/l respectivement.

Préparer les solutions d'étalonnage le jour de l'utilisation.

5.20 Solution à blanc.

Remplir une fiole jaugée, par exemple 100 ml, avec de l'eau ([5.1](#)).

6 Appareillage

Appareillage courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit.

6.1 Système d'IC, conforme aux exigences de qualité spécifiées à [l'Article 7](#), c'est-à-dire résolution. En général, il doit comprendre les composants suivants (voir la [Figure 1](#)).

6.1.1 Réservoir d'éluant et une unité de dégazage.

6.1.2 Pompe d'IC, adaptée à une technique isocratique ou par gradient.

6.1.3 Dispositif d'introduction d'échantillon, par exemple pompe de prélèvement, incluant un système d'injection d'échantillon comportant une boucle d'échantillonnage de volume adapté (par exemple 0,1 ml à 1 ml) ou un dispositif d'échantillonnage automatique.

6.1.4 Dispositif d'enregistrement, par exemple un ordinateur équipé d'un logiciel d'acquisition et d'évaluation de données.

6.1.5 Unité de réaction post-colonne (PCR), comprenant les éléments suivants.

6.1.5.1 Réservoir de réactif pour PCR.

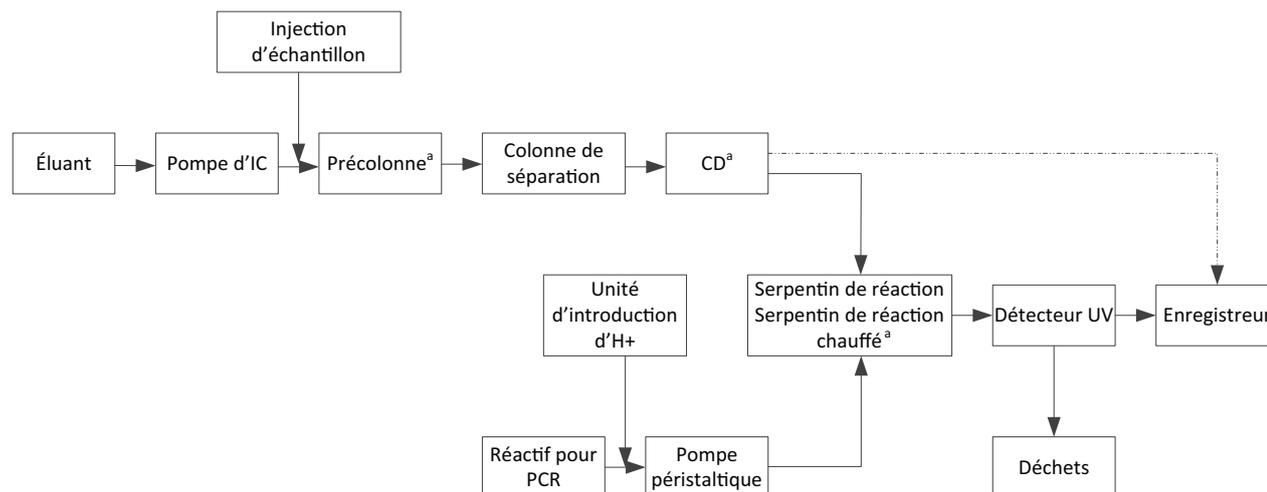
6.1.5.2 Unité d'introduction d'H⁺, par exemple réservoir de H₂SO₄, unité de suppression.

6.1.5.3 Système d'introduction de réactif, par exemple pompe péristaltique.

6.1.5.4 Serpentin de réaction, ayant un volume interne de 500 µl par exemple.

6.1.5.5 Dispositif de chauffage du serpentin de réaction, pouvant maintenir une température de 80 °C.

6.1.6 Détecteur UV, par exemple spectrophotomètre: 190 nm à 400 nm.



Légende

CD détecteur de conductivité

^a Facultatif.

Figure 1 — Représentation schématique d'un système chromatographique ionique comprenant un système de PCR en ligne

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

6.2 Cartouches

6.2.1 Échangeur de cations sous forme Na (cartouche).

ISO 11206:2011

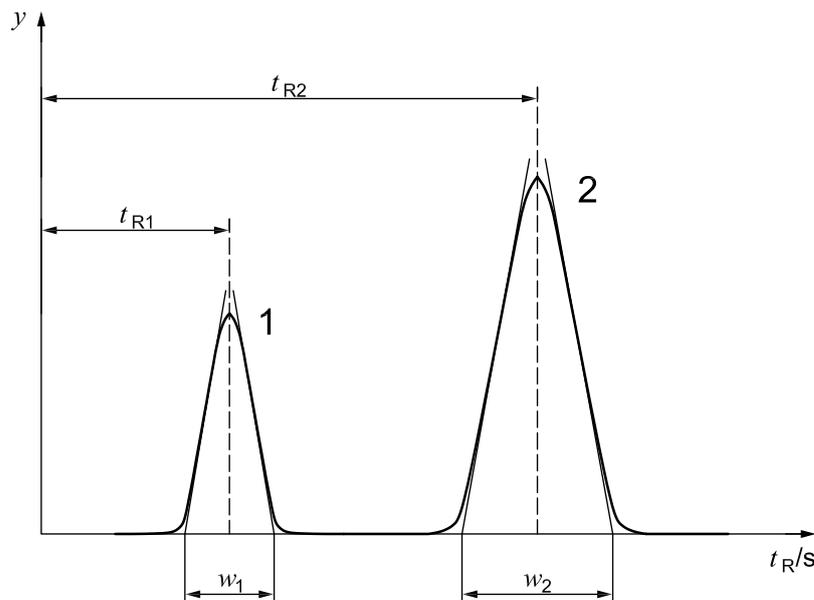
6.2.2 Cartouches, à phases non polaires à utiliser pour la préparation de l'échantillon (par exemple polyvinylpyrrolidone).

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7e819fed-209f-4706-b137-f2c89650103/iso-11206-2011>

7 Exigences de qualité

7.1 Colonne de séparation

Dans les chromatogrammes d'échantillons et de solutions étalons de bromate, la résolution de pic, *R*, entre le bromate et son pic le plus proche, ne doit pas descendre au-dessous de 1,3 [voir l'Équation (1) et la Figure 2]. Ajuster les conditions de séparation en conséquence.



Légende

w_1 largeur de pic 1

w_2 largeur de pic 2

t_R temps de rétention

y signal

1 pic 1

2 pic 2

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11206:2011

Figure 2 — Représentation graphique des paramètres pour calculer la résolution de pic, R

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fc2c89650103/iso-11206-2011>

NOTE 1 Dans le domaine d'application de la présente Norme internationale, le calcul de la résolution, R , est approprié à la fois à l'éluion isocratique et à l'éluion par gradient.

Calculer le pic de résolution pour la paire de pics 2,1, $R_{2,1}$, à l'aide de l'Équation (1):

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

où

t_{R1} est le temps de rétention, en secondes, du premier pic;

t_{R2} est le temps de rétention, en secondes, du second pic;

w_1 est la largeur du pic, en secondes, sur l'axe du temps du premier pic;

w_2 est la largeur du pic, en secondes, sur l'axe du temps du second pic.

NOTE 2 Les valeurs w_1 et w_2 sont les largeurs de la base des triangles isocèles tracés sur chaque pic gaussien.

7.2 Conditions pour la PCR

Les conditions d'analyse types sont décrites en 7.3 et 7.4.

Ajuster la concentration d'heptamolybdate d'ammonium entre 11 $\mu\text{mol/l}$ et 15 $\mu\text{mol/l}$ et la concentration d'iodure de potassium entre 55 mmol/l et 65 mmol/l .