

Fer LR L (B)

M226

0.03 - 2 mg/L Fe

Ferrozine / Thioglycolate

Informations spécifiques à l'instrument

Le test peut être effectué sur les appareils suivants. De plus, la cuvette requise et la plage d'absorption du photomètre sont indiquées.

| Appareils | Cuvette | λ | Gamme de mesure |
|---|---------|-----------|------------------|
| MD 600, MD 610, MD 640, XD 7000, XD 7500 | ø 24 mm | 560 nm | 0.03 - 2 mg/L Fe |

Matériel

Matériel requis (partiellement optionnel):

| Réactifs | Pack contenant | Code |
|---------------------------------------|----------------|-----------|
| Acidité / Alcalinité P Indicateur PA1 | 30 mL | 56L013530 |
| Acidité / Alcalinité P Indicateur PA1 | 65 mL | 56L013565 |
| Dureté du calcium tampon CH2 | 65 mL | 56L014465 |
| Dureté du calcium tampon CH2 | 5 x 65 mL mL | 56L014472 |
| KP962 Poudre persulfate d'ammonium | Poudre / 40 g | 56P096240 |
| Iron LR 2 Reagent Set | 1 Pièces | 56R023490 |

Liste d'applications

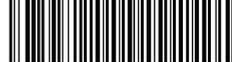
- Eau de refroidissement
- Eau de chaudière
- Galvanisation
- Traitement de l'eau brute

Préparation

1. En présence de puissants séquestrants dans l'échantillon, il faudra augmenter le temps de réaction jusqu'à ce qu'il n'y ait plus aucune autre coloration visible. Les complexes du fer très forts ne sont pas pris en compte dans la mesure. Dans ce cas, les séquestrants doivent être détruits par oxydation à l'acide/persulfate. Le pH de l'échantillon sera ensuite ajusté à 6 - 9 par neutralisation.
2. Pour quantifier le fer total dissous et en suspension, l'échantillon doit être amené à ébullition avec apport d'acide/persulfate. Ensuite, neutralisez pour obtenir un pH compris entre 6 - 9 et faites l'appoint d'eau déminéralisée pour avoir le volume d'origine.

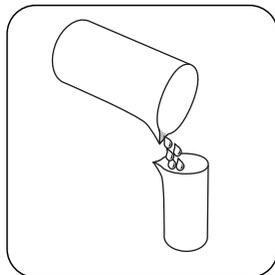
Indication

1. Pour la quantification du Fe^{2+} , ne pas ajouter le réactif KS63 (thioglycolate).

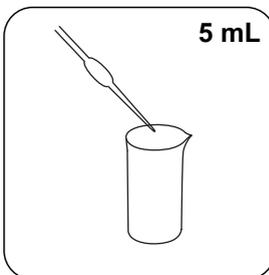


Fractionnement

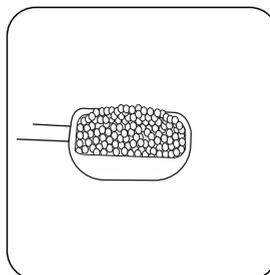
Le fer total est constitué de fer soluble, d'un complexe ferreux et de fer en suspension. Ne pas filtrer l'échantillon avant la mesure. Pour assurer l'homogénéisation de l'échantillon, les particules déposées devront être réparties uniformément directement avant le prélèvement en agitant fortement le flacon. Pour quantifier le fer total soluble (y compris les composés ferreux complexes), il est nécessaire de filtrer l'échantillon. Les appareils et réactifs nécessaires à la quantification ne sont pas compris dans la fourniture standard.



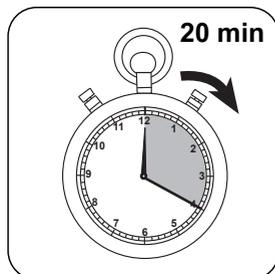
Versez **50 mL d'échantillon homogénéisé** dans un tube de fractionnement adéquat.



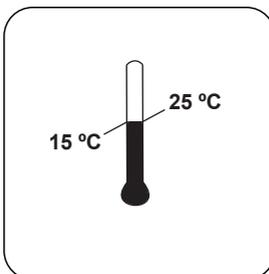
Ajoutez **5 mL de 1:1 d'acide chlorhydrique**



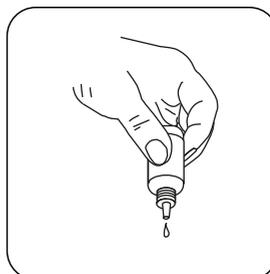
Ajoutez **une cuiller de mesure rase de KP 962 (Ammonium Persulfat Powder)**.



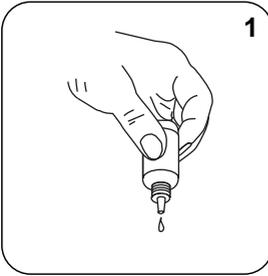
Mettez l'échantillon à ébullition et **maintenez la température pendant 20 minutes**. Il est recommandé de conserver un volume d'échantillon de 25 mL ; faites éventuellement l'appoint avec de l'eau déminéralisée.



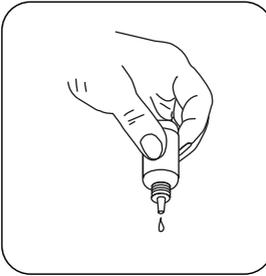
Laissez refroidir l'échantillon à **température ambiante**.



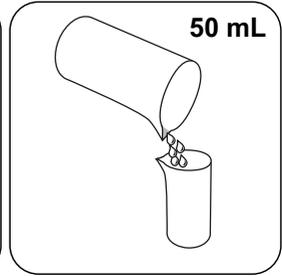
Tenez les flacons compte-goutte à la verticale et ajoutez des gouttes uniformes en appuyant lentement.



Ajoutez **1 goutte de Acidity / Alkalinity P Indicator PA1**.



Ajoutez au goutte à goutte **Hardness Calcium Buffer CH2** au même échantillon jusqu'à obtention d'une coloration rosée à rouge. (**Attention : agitez l'échantillon après chaque goutte ajoutée !**)



Complétez l'échantillon en ajoutant **d'eau déminéralisée pour obtenir 50 mL**.



Réalisation de la quantification Fer LR (B) avec réactif liquide

Sélectionnez la méthode sur l'appareil.

Pour cette méthode, il n'est pas nécessaire d'effectuer une mesure ZERO à chaque fois sur les appareils suivants : XD 7000, XD 7500

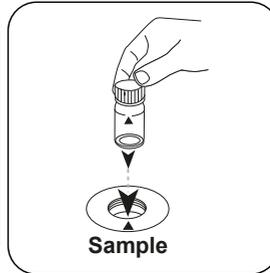
Pour la quantification du fer total dissous en distinguant entre Fe^{2+} et Fe^{3+} , l'échantillon doit être filtré avant la quantification (taille des pores $0,45 \mu\text{m}$). Sinon, les particules de fer et le fer en suspension seront également quantifiés.



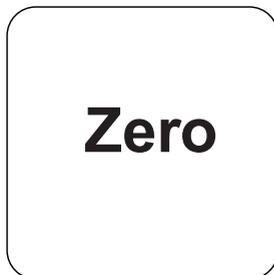
Remplissez une cuvette de 24 mm de **10 mL d'échantillon**.



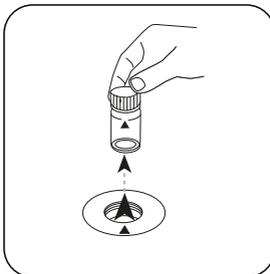
Fermez la(les) cuvette(s).



Placez la **cuvette réservée à l'échantillon** dans la chambre de mesure. Attention à la positionner correctement.

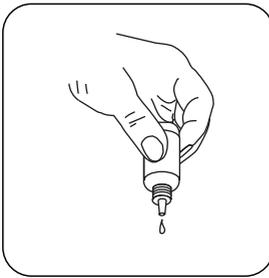


Appuyez sur la touche **ZERO**.

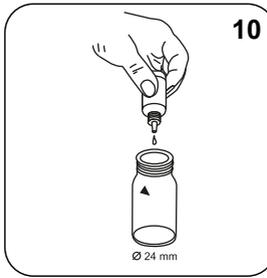


Retirez la cuvette de la chambre de mesure.

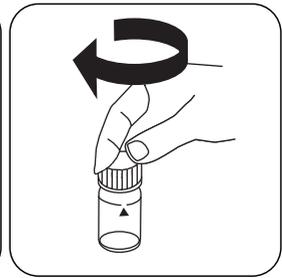
Sur les appareils ne nécessitant **aucune mesure ZÉRO**, commencez ici.



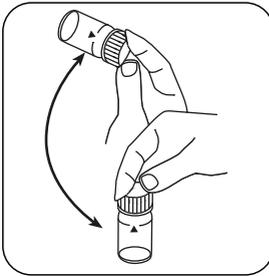
Tenez les flacons compte-goutte à la verticale et ajoutez des gouttes uniformes en appuyant lentement.



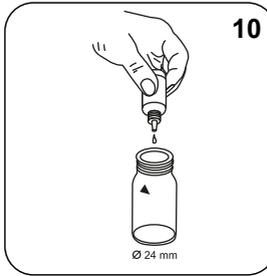
Ajoutez **10 gouttes de KS60 (Acetate Buffer)**.



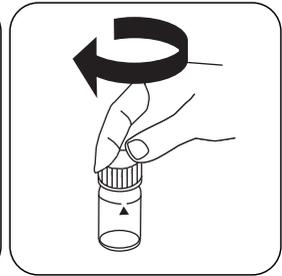
Fermez la(les) cuvette(s).



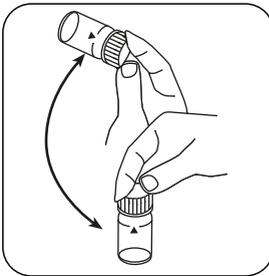
Mélangez le contenu en mettant le tube plusieurs fois à l'envers puis à l'endroit.



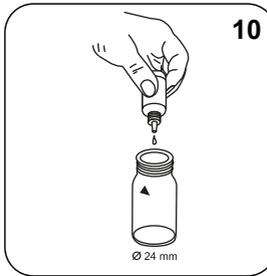
Ajoutez **10 gouttes de Iron Reagent FE6**.



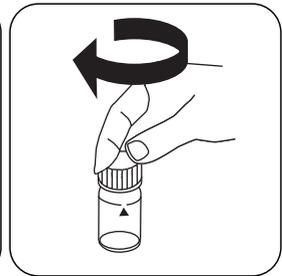
Fermez la(les) cuvette(s).



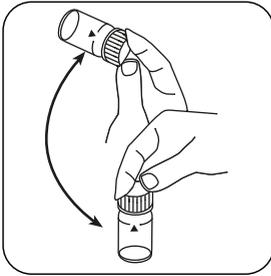
Mélangez le contenu en mettant le tube plusieurs fois à l'envers puis à l'endroit.



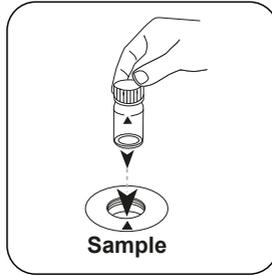
Ajoutez **10 gouttes de KS65 (Ferrozine)**.



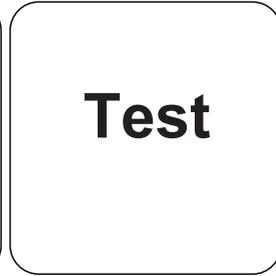
Fermez la(les) cuvette(s).



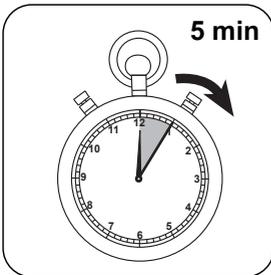
Mélangez le contenu en mettant le tube plusieurs fois à l'envers puis à l'endroit.



Placez la **cuvette réservée à l'échantillon** dans la chambre de mesure. Attention à la positionner correctement.



Appuyez sur la touche **TEST** (XD: **START**).



Attendez la fin du **temps de réaction de 5 minute(s)**.

À l'issue du temps de réaction, la mesure est effectuée automatiquement.

Le résultat s'affiche à l'écran en mg/L $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$. $\text{Fe}^{3+} = \text{Fe}_{2+/3+} - \text{Fe}^{2+}$.

Réalisation de la quantification Fer, total LR 2 avec réactif liquide

Sélectionnez la méthode sur l'appareil.

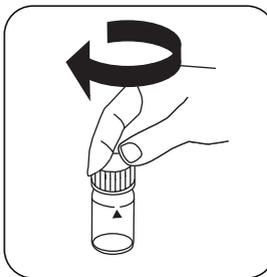
Pour la quantification de **Fer, total LR avec réactif liquide**, procédez au **fractionnement** décrit .

Pour cette méthode, il n'est pas nécessaire d'effectuer une mesure ZERO à chaque fois sur les appareils suivants : XD 7000, XD 7500

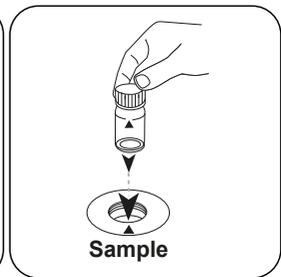
Le fer total est constitué de fer soluble, d'un complexe ferreux et de fer en suspension. Ne pas filtrer l'échantillon avant la mesure. Pour assurer l'homogénéisation de l'échantillon, les particules déposées devront être réparties uniformément directement avant le prélèvement en agitant fortement le flacon. Pour quantifier le fer total soluble (y compris les composés ferreux complexes), il est nécessaire de filtrer l'échantillon. Les appareils et réactifs nécessaires à la quantification ne sont pas compris dans la fourniture standard.



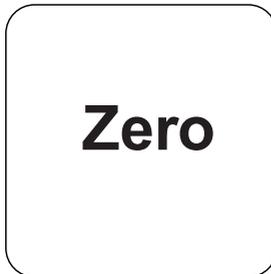
Remplissez une cuvette de 24 mm de **10 mL d'eau déminéralisée**.



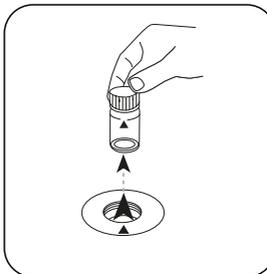
Fermez la(les) cuvette(s).



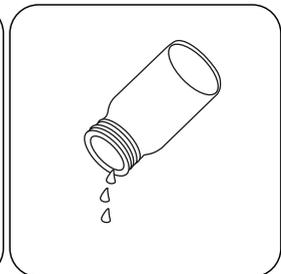
Placez la **cuvette réservée à l'échantillon** dans la chambre de mesure. Attention à la positionner correctement.



Appuyez sur la touche **ZERO**.



Retirez la cuvette de la chambre de mesure.

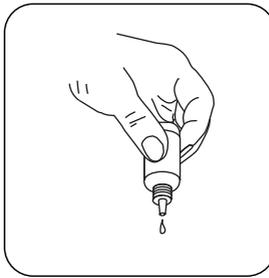


Videz la cuvette.

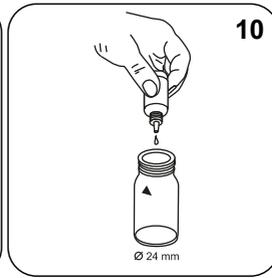
Sur les appareils ne nécessitant **aucune mesure ZÉRO** , commencez ici.



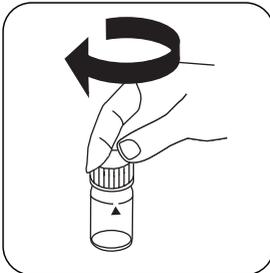
Remplissez une cuvette de 24 mm de **10 mL d'échantillon préparé**.



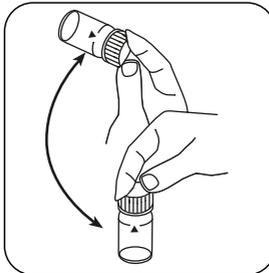
Tenez les flacons compte-goutte à la verticale et ajoutez des gouttes uniformes en appuyant lentement.



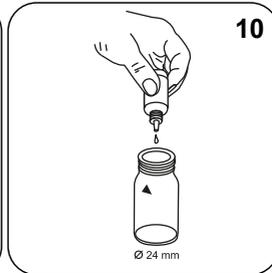
Ajoutez **10 gouttes de KS60 (Acetate Buffer)**.



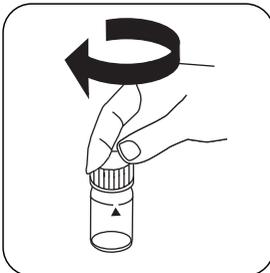
Fermez la(les) cuvette(s).



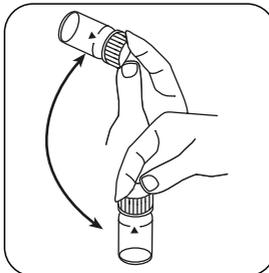
Mélangez le contenu en mettant le tube plusieurs fois à l'envers puis à l'endroit.



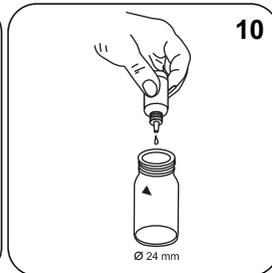
Ajoutez **10 gouttes de Iron Reagent FE6**.



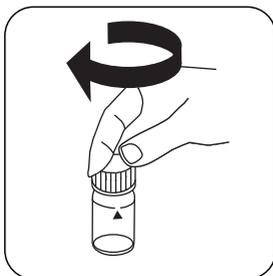
Fermez la(les) cuvette(s).



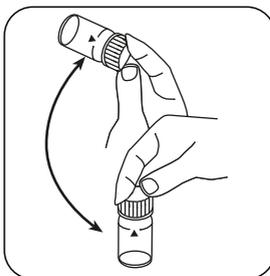
Mélangez le contenu en mettant le tube plusieurs fois à l'envers puis à l'endroit.



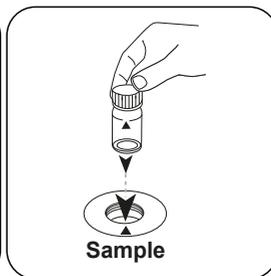
Ajoutez **10 gouttes de KS65 (Ferrozine)**.



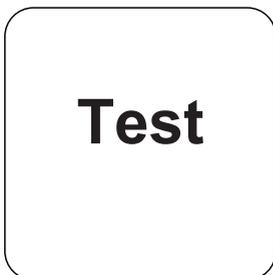
Fermez la(les) cuvette(s).



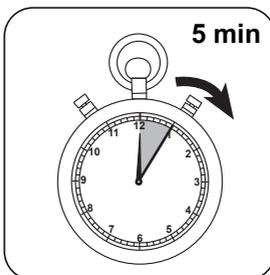
Mélangez le contenu en mettant le tube plusieurs fois à l'envers puis à l'endroit.



Placez la **cuvette réservée à l'échantillon** dans la chambre de mesure. Attention à la positionner correctement.



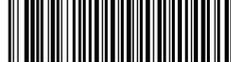
Appuyez sur la touche **TEST** (XD: **START**).



Attendez la fin du **temps de réaction de 5 minute(s)**.

À l'issue du temps de réaction, la mesure est effectuée automatiquement.

Le résultat s'affiche à l'écran en mg/L Fer total ou avec un échantillon filtré, fer total résolu en mg/l.



Méthode chimique

Ferrozine / Thioglycolate

Appendice

Fonction de calibrage pour les photomètres de tiers

Conc. = a + b•Abs + c•Abs² + d•Abs³ + e•Abs⁴ + f•Abs⁵

| | ∅ 24 mm | □ 10 mm |
|---|-----------------------------|-----------------------------|
| a | -2.46542 • 10 ⁻² | -2.46542 • 10 ⁻² |
| b | 1.04803 • 10 ⁺⁰ | 2.25326 • 10 ⁺⁰ |
| c | | |
| d | | |
| e | | |
| f | | |

Interférences

Interférences exclues

1. L'utilisation de KS63 (ferrozine/thioglycolate) entraîne, en liaison avec une concentration élevée de molybdate, une coloration jaune intensive. Dans ce cas, une valeur à blanc des produits chimiques est nécessaire:
 - Préparez deux cuvettes de 24 mm propres.
 - L'une des deux cuvettes sera la cuvette du blanc. Étiquetez-la.
 - Dans une cuvette propre de 24 mm, ajoutez **10 ml d'échantillon** (cuvette du blanc).
 - Dans la cuvette, ajoutez **10 gouttes de KS63 (thioglycolate)**.
 - Refermez la cuvette à l'aide du couvercle et mélangez son contenu en la mettant plusieurs fois à l'envers.
 - Déposez la cuvette du blanc dans la chambre de mesure. Attention à la positionner correctement.
 - Appuyez sur la touche **ZERO**.
 - Retirez la cuvette de la chambre de mesure.
 - Dans une deuxième cuvette propre de 24 mm, ajoutez **10 ml d'échantillon** (cuvette réservée à l'échantillon).
 - Ajoutez **10 gouttes de KS60 (tampon acétate)** et continuez comme décrit dans la méthode.



| Interférences | de / [mg/L] |
|------------------------------|--------------------|
| Co | 8 |
| Cu | 2 |
| Oxalat | 500 |
| CN ⁻ | 10 |
| NO ₂ ⁻ | |

Bibliographie

D. F. Boltz and J. A. Howell, eds., Colorimetric Determination of Nonmetals, 2nd ed., Vol. 8, p. 304 (1978). Carpenter, J.F. « A New Field Method for Determining the Levels of Iron Contamination in Oilfield Completion Brine », SPE International Symposium (2004)