
NORME INTERNATIONALE



418

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Sulfite de sodium anhydre de qualité photographique — Spécifications

Photographic grade sodium sulphite, anhydrous — Specification

Première édition — 1976-07-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 418:1976](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c553ca49-1585-46e2-883f-2386d7c61241/iso-418-1976>

CDU 771.7 : 661.833.52

Réf. n° : ISO 418-1976 (F)

Descripteurs : produit photographique, sulfite de sodium, spécification de matière, analyse chimique, essai, impureté.

Prix basé sur 5 pages

Sulfite de sodium anhydre de qualité photographique – Spécifications

0 INTRODUCTION

La présente Norme Internationale fait partie d'une série de spécifications concernant les produits chimiques de qualité photographique, couramment utilisés pour le traitement des surfaces photosensibles. Ces spécifications ont été conçues en vue d'établir des critères de pureté permettant de définir une qualité usuelle et économique, afin d'éviter les erreurs de traitement qui peuvent résulter de l'emploi de produits chimiques de qualité inférieure. Elles ont également pour objet de fournir aux fabricants, fournisseurs et utilisateurs, des spécifications dignes de confiance, et facilement disponibles, au sujet des produits chimiques photographiques de qualité satisfaisante.

Un produit chimique de qualité photographique est un produit conforme aux spécifications de la Norme Internationale correspondante. Ces spécifications fixent des normes de pureté, indiquent les concentrations limites, et décrivent les méthodes d'essai concernant certaines impuretés inertes ou photographiquement nuisibles, pouvant être présentes dans les produits.

À l'origine, ces spécifications étaient basées sur des données applicables aux traitements photographiques en noir et blanc, mais, de plus en plus, l'attention s'est portée sur les exigences requises par le traitement pour la couleur. L'expérience acquise à ce jour montre que les produits chimiques qui répondent aux présentes spécifications conviennent aux traitements d'usage courant pour la couleur.

0.1 Spécifications

Ces spécifications définissent les qualités chimiques et physiques requises. Bien que l'on reconnaisse que le critère idéal de la qualité d'un produit chimique à usage photographique est son succès dans un essai photographique, l'expérience montre que, du point de vue pratique, les méthodes d'essais physiques et chimiques conviennent en général. L'industrie photographique a accumulé un ensemble complet d'essais chimiques de cet ordre, concernant les impuretés. Ces essais, qui sont en corrélation avec les effets photographiques qui leur sont imputables, ont été introduits dans ces spécifications. Les essais chimiques sont en général plus sensibles, moins variables et moins coûteux que les essais photographiques.

Les exigences de pureté sont aussi peu sévères que possible, eu égard aux objectifs indiqués ici. Si, cependant la pureté

d'un produit chimique d'usage courant dépasse les besoins réels du traitement photographique, sans que son emploi entraîne d'inconvénients d'ordre économique, les critères de pureté ont été fixés de manière à profiter de la meilleure qualité du produit.

L'on s'est efforcé de réduire au minimum le nombre de spécifications concernant chaque produit. Les spécifications ne concernent, en général, que les impuretés photographiquement nuisibles qui, d'après l'expérience, peuvent être présentes. Les teneurs en impuretés inertes sont limitées par les spécifications relatives à la pureté du produit analysé.

Des méthodes de dosage ont été indiquées. Une spécification satisfaisante au sujet d'un dosage n'est pas seulement une assurance de pureté chimique, mais également un complément de valeur à l'essai d'identification. Le dosage est prévu sur des échantillons non séchés, parce que les produits chimiques destinés aux traitements photographiques sont normalement utilisés tels quels.

Des essais d'identification ont été introduits chaque fois qu'il existe une possibilité qu'un autre produit chimique ou qu'un mélange de produits chimiques puisse satisfaire aux autres essais.

Toutes les conditions énumérées au chapitre 3 pour chaque spécification sont impératives. L'aspect physique du produit et les notes en bas de page sont donnés uniquement à titre d'information et ne font pas partie des conditions requises.

0.2 Choix des méthodes d'essai

L'on s'est efforcé d'indiquer seulement des essais pouvant être effectués dans n'importe quel laboratoire normalement équipé et d'éviter, dans la mesure du possible, les essais qui demandent un équipement ou des techniques hautement spécialisés. Des méthodes instrumentales ont été spécifiées comme variantes seulement, ou lorsqu'il n'existe aucune autre méthode satisfaisante.

Bien que les méthodes d'essai indiquées dans cette spécification soient recommandées, l'utilisation d'autres méthodes équivalentes est autorisée. En cas de désaccord dans les résultats, la méthode spécifiée fera foi. Cependant, lorsqu'une clause indique «doit satisfaire à l'essai», aucune autre méthode ne doit être utilisée.

0.3 Réactifs

Des efforts ont été faits pour réduire le nombre des réactifs utilisés dans cette série de spécifications. Les méthodes de préparation et de normalisation sont indiquées chaque fois qu'elles ont été jugées peu courantes, ou qu'une méthode normalisée est préférable.

Les détails sur la préparation et la normalisation d'un réactif figurent dans chaque spécification qui fait intervenir ce réactif, de manière que chaque spécification se suffise à elle-même.

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale fixe les spécifications de pureté et spécifie les méthodes d'essai du sulfite de sodium anhydre à usage photographique.

2 DÉFINITION DU PRODUIT

Le sulfite de sodium anhydre se présente sous la forme d'une poudre granuleuse blanche. Sa formule chimique est Na_2SO_3 et sa masse moléculaire est 126,1.

3 SPÉCIFICATIONS

3.1 Titre

Le titre, déterminé selon la méthode décrite en 4.1 et exprimé en Na_2SO_3 , ne doit pas être inférieur à 97,0 % (m/m).

3.2 Aspect de la solution

Une solution aqueuse, préparée et examinée selon la méthode décrite en 4.2, doit être limpide et exempte de tout sédiment autre qu'une légère opalescence.

3.3 Teneur en calcium, magnésium et autres matières insolubles dans l'hydroxyde d'ammonium

La teneur en matières insolubles dans l'hydroxyde d'ammonium, déterminée selon la méthode décrite en 4.3, ne doit pas être supérieure à 0,5 % (m/m).

3.4 Teneur en thiosulfates

La teneur en thiosulfates, exprimée en thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$), ne doit pas être supérieure à 0,015 % (m/m).

La conformité à cette spécification doit être contrôlée par l'essai limite décrit en 4.4; l'opalescence obtenue dans la solution d'essai ne doit pas être supérieure à celle obtenue dans la solution témoin.

3.5 Alcalinité

L'alcalinité, exprimée en carbonate de sodium (Na_2CO_3), ne doit pas être supérieure à 0,15 % (m/m).

La conformité à cette spécification doit être contrôlée par l'essai limite décrit en 4.5; la quantité de solution d'acide chlorhydrique 0,1 M nécessaire au virage du jaune pâle au rouge ne doit pas dépasser 1,4 ml.

3.6 Teneur en métaux lourds

La teneur en métaux lourds, exprimée en plomb (Pb), ne doit pas être supérieure à 20 mg/kg.

La conformité à cette spécification doit être contrôlée par l'essai limite décrit en 4.6; la coloration obtenue dans la solution d'essai ne doit pas être supérieure à celle obtenue dans la solution témoin.

3.7 Teneur en fer

La teneur en fer, exprimée en fer (Fe), ne doit pas être supérieure à 50 mg/kg.

La conformité à cette spécification doit être contrôlée par l'essai limite décrit en 4.7; la coloration obtenue dans la solution d'essai ne doit pas être supérieure à celle obtenue dans la solution témoin.

3.8 Réaction au nitrate d'argent en solution ammoniacale

La coloration ou la turbidité produite dans la solution d'essai par la solution ammoniacale de nitrate d'argent, examinée selon la méthode décrite en 4.8, ne doit pas être supérieure à celle produite dans la solution témoin par la solution d'hydroxyde d'ammonium.

4 MÉTHODES D'ESSAI

Les réactifs utilisés pour les essais doivent être des produits chimiques de qualité reconnue pour réactifs normalement utilisés dans les travaux d'analyse fine. Dans toutes les instructions, les acides et l'hydroxyde d'ammonium cités doivent être utilisés à la concentration maximale, à moins qu'une dilution déterminée ne soit spécifiée. La dilution est exprimée en concentration molaire (molarité)¹⁾ lorsque le titrage du réactif est exigé. Lorsque la dilution est indiquée sous la forme (1 + x), cela signifie qu'un volume du réactif ou de la solution concentrée est ajouté à x volumes d'eau distillée.

Lorsque l'utilisation d'eau est spécifiée, il s'agit d'eau distillée ou d'une eau de pureté au moins équivalente obtenue selon d'autres moyens.

4.1 Détermination du titre

4.1.1 Réactifs

4.1.1.1 Acide chlorhydrique, solution ρ 1,18 g/ml environ.

4.1.1.2 Iode, solution titrée 0,05 M, contenant 12,7 g d'iode par litre.

4.1.1.3 Thiosulfate de sodium, solution titrée 0,1 M.

1) 1 mol/l = 1 kmol/m³ = 1 mol/dm³ = 1 M

4.1.1.4 Amidon (indicateur), solution à 5 g/l.

Mélanger 5 g d'amidon soluble avec 100 ml d'une solution d'acide salicylique à 10 g/l. Ajouter 300 à 400 ml d'eau bouillante et faire bouillir jusqu'à ce que l'amidon soit dissous. Diluer à 1 000 ml avec de l'eau.

4.1.2 Appareillage

4.1.2.1 Burette, de capacité 50 ml, conforme à l'ISO/R 385, classe A.

4.1.2.2 Pipette, de capacité 50 ml, conforme à l'ISO/R 648, classe A.

4.1.3 Mode opératoire

À l'aide de la pipette (4.1.2.2), placer 50,00 ml de la solution titrée d'iode (4.1.1.2) dans une fiole à bouchon en verre. Peser, à 0,000 1 g près, 0,25 g de l'échantillon pour laboratoire et transférer cette prise d'essai par lavage dans la fiole. Ajouter 5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1.1.1) et titrer avec la solution titrée de thiosulfate de sodium (4.1.1.3), en ajoutant 5 ml de l'indicateur à l'amidon (4.1.1.4) juste avant le point final.

4.1.4 Expression des résultats

Le titre, exprimé en pourcentage en masse de sulfite de sodium anhydre (Na_2SO_3), est donné par la formule

$$\frac{6,3 (100 T_1 - V T_2)}{m}$$

où

T_1 est la molarité exacte de la solution d'iode (4.1.1.2);

T_2 est la molarité exacte de la solution de thiosulfate de sodium (4.1.1.3);

V est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium (4.1.1.3) utilisé pour le titrage;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

4.2 Contrôle de l'aspect de la solution

Dissoudre 200 g de l'échantillon pour laboratoire dans 1 000 ml d'eau et contrôler la limpidité et l'absence de sédiments.

4.3 Détermination de la teneur en calcium, magnésium et autres matières insolubles dans l'hydroxyde d'ammonium**4.3.1 Réactifs**

4.3.1.1 Oxalate d'ammonium, solution à 40 g/l.

4.3.1.2 Monohydrogéo-orthophosphate d'ammonium, solution à 100 g/l.

4.3.1.3 Hydroxyde d'ammonium, solution diluée (1 + 9).

4.3.1.4 Hydroxyde d'ammonium, solution diluée (1 + 39).

4.3.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.3.2.1 Creuset en platine.

4.3.2.2 Four à moufle, réglable à 600 ± 50 °C.

4.3.3 Mode opératoire

Peser, à 0,5 g près, 10 g environ de l'échantillon pour laboratoire et diluer cette prise d'essai avec 75 ml d'eau. Ajouter 5 ml de la solution d'oxalate d'ammonium (4.3.1.1), 2 ml de la solution de monohydrogéo-orthophosphate d'ammonium (4.3.1.2), puis 10 ml de la solution d'hydroxyde d'ammonium (4.3.1.3). Laisser reposer 1 nuit. Si un précipité s'est formé, le filtrer à travers un papier filtre sans cendre et le laver avec la solution d'hydroxyde d'ammonium (4.3.1.4). Transférer le papier filtre et le précipité dans le creuset (4.3.2.1) préalablement taré, sécher et calciner le résidu dans le four (4.3.2.2), maintenu à 600 ± 50 °C, durant 4 h. Laisser refroidir dans un dessiccateur et peser le creuset et son contenu à 1 mg près.

4.3.4 Expression des résultats

La teneur en matières insolubles dans l'hydroxyde d'ammonium, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{100 (m_2 - m_1)}{m_0}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

m_1 est la masse, en grammes, du creuset;

m_2 est la masse, en grammes, du creuset et du résidu.

4.4 Contrôle de la teneur limite en thiosulfates**4.4.1 Réactifs**

4.4.1.1 Thiosulfate, solution étalon.

Diluer 5 ml de la solution de thiosulfate de sodium (4.1.1.3) à 1 000 ml.

4.4.1.2 Chlorure de mercure(II), solution réactive.

Dissoudre 25 g de bromure de potassium et 25 g de chlorure de mercure(II) dans 900 ml d'eau à 50 °C. Refroidir, diluer à 1 000 ml et laisser reposer 1 nuit. Filtrer si la solution n'est pas parfaitement limpide.

4.4.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.4.2.1 **Pipette graduée**, de capacité 1 ml.

4.4.2.2 **Deux tubes de Nessler**, identiques, de capacité 50 ml.

4.4.3 Mode opératoire

Peser, à 0,1 g près, 26 g environ de l'échantillon pour laboratoire, dissoudre cette prise d'essai dans l'eau et diluer à 100 ml. Introduire lentement, à l'aide de la pipette (4.4.2.1), 0,5 ml de cette solution dans l'un des tubes de Nessler (4.4.2.2) contenant 10 ml de la solution réactive de chlorure de mercure(II) (4.4.1.2). Dans l'autre tube de Nessler, contenant 10 ml de cette solution réactive, ajouter lentement 0,25 ml de la solution étalon de thiosulfate (4.4.1.1). Laisser les deux solutions reposer à la température ambiante, sans agitation durant 10 min, puis agiter soigneusement pour homogénéiser l'opalescence.

Comparer immédiatement, dans les tubes de Nessler, les opalescences obtenues dans la solution d'essai et dans la solution témoin.

NOTE -- Si les solutions reposent plus de 15 min, il se produit des réactions secondaires qui perturbent le résultat.

4.5 Contrôle de l'alcalinité limite

4.5.1 Réactifs

4.5.1.1 **Peroxyde d'hydrogène**, solution neutre à 33 g/l environ.

Diluer à (1 + 9) une «solution de peroxyde d'hydrogène à 30 %» et neutraliser à l'indicateur au rouge de méthyle (4.5.1.3).

4.5.1.2 **Acide chlorhydrique**, solution titrée 0,1 M.

4.5.1.3 **Rouge de méthyle** (indicateur), solution méthanolique à 0,1 g/l.

4.5.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.5.2.1 **Burette**, de capacité 50 ml, conforme à l'ISO/R 385, classe A.

4.5.3 Mode opératoire

Peser, à 0,05 g près, 5 g environ de l'échantillon pour essai et dissoudre cette prise d'essai dans 50 ml d'eau fraîchement bouillie. Ajouter 100 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène (4.5.1.1), 2 gouttes de l'indicateur au rouge de méthyle (4.5.1.3) et titrer avec la solution titrée d'acide chlorhydrique (4.5.1.2) jusqu'à virage du jaune pâle au rouge.

4.6 Contrôle de la teneur limite en métaux lourds

4.6.1 Réactifs

4.6.1.1 **Acide chlorhydrique**, solution ρ 1,18 g/ml environ.

4.6.1.2 **Acide chlorhydrique**, solution diluée (1 + 99).

4.6.1.3 **Hydroxyde d'ammonium**, solution diluée (1 + 9).

4.6.1.4 **Métaux lourds**, solution étalon.

Dissoudre un sel soluble de plomb dans l'eau afin d'obtenir une solution contenant 10 mg de plomb par 1 000 ml.

4.6.1.5 **Eau saturée de sulfure d'hydrogène à la température ambiante**.

4.6.1.6 **p-Nitrophénol** (indicateur), solution à 2,5 g/l.

4.6.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.6.2.1 **Deux tubes de Nessler**, identiques, de capacité 50 ml.

4.6.3 Mode opératoire

Peser, à 0,1 g près, 2 g environ de l'échantillon pour laboratoire et dissoudre cette prise d'essai dans 25 ml d'eau. Prélever, d'autre part, 4 ml de la solution étalon de métaux lourds (4.6.1.4) et traiter les deux solutions de la manière suivante. Ajouter 15 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.6.1.1) et évaporer jusqu'à siccité sur un bain de vapeur. Reprendre les résidus par 25 ml d'eau. Ajouter à chaque solution 2 gouttes de la solution de p-nitrophénol (4.6.1.6), puis, goutte à goutte, la solution d'hydroxyde d'ammonium (4.6.1.3) jusqu'à ce que les solutions virent au jaune. Ajouter, goutte à goutte, la solution d'acide chlorhydrique (4.6.1.2) jusqu'à ce que les solutions deviennent incolores, puis en ajouter un excès de 2,5 ml. Diluer à 50 ml chaque solution avec de l'eau.

Traiter des parties aliquotes de 20 ml de chaque solution dans les tubes de Nessler (4.6.2.1), en conservant le reste de la solution d'essai pour l'essai de contrôle de la teneur en fer (4.7.3). Ajouter à chaque solution 5 ml de l'eau saturée de sulfure d'hydrogène (4.6.1.5), diluer à 50 ml et homogénéiser.

Comparer, dans les tubes de Nessler, les colorations obtenues dans la solution d'essai et dans la solution témoin.

4.7 Contrôle de la teneur limite en fer

4.7.1 Réactifs

Réactifs spécifiés en 4.6.1, et

4.7.1.1 Solution tampon acétique, de pH 5,0.

Dissoudre 23 g d'acétate de sodium anhydre dans 58 ml d'une solution d'acide acétique 2 M et diluer à 1 000 ml avec de l'eau. Ajuster le pH final de la solution à la valeur $5,0 \pm 0,1$ par addition d'acide acétique cristallisable ou d'une solution d'hydroxyde de sodium à 100 g/l.

4.7.1.2 Fer, solution étalon.

Dissoudre un sel soluble de fer(III) dans l'eau afin d'obtenir une solution contenant 10 mg de fer(III) par 1 000 ml.

4.7.1.3 Phénanthroline-1,10, solution réactive.

Mélanger soigneusement des volumes égaux d'une solution aqueuse de phénanthroline-1,10 à 1 g/l, d'une solution aqueuse de chlorure d'hydroxylammonium à 100 g/l et de la solution tampon acétique (4.7.1.1).

4.7.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.7.2.1 Deux tubes de Nessler, identiques, de capacité 50 ml.**4.7.3 Mode opératoire**

Introduire 10 ml de la solution étalon de fer (4.7.1.2) et les traiter de la même manière que les 4 ml de la solution étalon de métaux lourds (4.6.1.4) (voir 4.6.3) jusqu'à l'opération de dilution à 50 ml.

Introduire une partie aliquote de 20 ml de cette solution étalon de fer traitée dans l'un des tubes de Nessler (4.7.2.1) et 20 ml du reste de la solution d'essai traitée en 4.6.3 dans l'autre tube de Nessler. Ajouter à chaque solution 5 ml de la solution réactive de phénanthroline-1,10 (4.7.1.3), agiter et laisser reposer 10 min. Diluer à 50 ml le contenu de chaque tube et homogénéiser.

Comparer, dans les tubes de Nessler, les colorations obtenues dans la solution d'essai et dans la solution témoin.

4.8 Essai de réaction au nitrate d'argent en solution ammoniacale**4.8.1 Réactif****4.8.1.1 Nitrate d'argent**, solution ammoniacale.

Immédiatement avant l'emploi, mélanger des volumes égaux d'une solution d'hydroxyde d'ammonium, ρ 0,910 g/ml environ, et d'une solution aqueuse de nitrate d'argent à 100 g/l.

4.8.2 Appareillage**4.8.2.1 Deux tubes de Nessler**, identiques, de capacité 50 ml.**4.8.3 Mode opératoire**

Peser, à 0,1 g près, 2 g environ de l'échantillon pour laboratoire et dissoudre cette prise d'essai dans 40 ml d'eau. Diviser ce volume en deux volumes égaux et les introduire dans chacun des deux tubes de Nessler (4.8.2.1). Dans l'un, contenant la solution d'essai, ajouter 10 ml de la solution ammoniacale de nitrate d'argent (4.8.1.1) fraîchement préparée et homogénéiser. Dans l'autre, contenant la solution témoin, ajouter 5 ml d'une solution d'hydroxyde d'ammonium, ρ 0,910 g/ml environ, et 5 ml d'eau, et homogénéiser. Laisser chaque solution reposer 2 min.

Comparer, dans les tubes de Nessler, les colorations et turbidités obtenues dans la solution d'essai et dans la solution témoin.

ATTENTION - Évacuer toutes les solutions d'essai et rincer immédiatement l'appareillage utilisé. Des composés explosifs peuvent se former au repos.