
NORME INTERNATIONALE



422

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

Sulfate de *p*-méthylaminophénol de qualité photographique — Spécifications

Photographic grade p-methylaminophenol sulphate — Specification

Première édition — 1976-07-01

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 422:1976](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c6c91ac6-ebb0-4521-b2d7-f57d262ddac2/iso-422-1976)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c6c91ac6-ebb0-4521-b2d7-f57d262ddac2/iso-422-1976>

CDU 771.7 : 547.564.4

Réf. n° : ISO 422-1976 (F)

Descripteurs : produit photographique, sulfate de méthylparaaminophénol, spécification de matière, analyse chimique, essai, impureté.

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration des Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques ISO. Chaque Comité Membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du Comité Technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les Projets de Normes Internationales adoptés par les Comités Techniques sont soumis aux Comités Membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes Internationales par le Conseil de l'ISO.

Avant 1972, les résultats des travaux des Comités Techniques étaient publiés comme Recommandations ISO; maintenant, ces documents sont en cours de transformation en Normes Internationales. Compte tenu de cette procédure, le Comité Technique ISO/TC 42 a examiné la Recommandation ISO/R 422 et est d'avis qu'elle peut, du point de vue technique, être transformée en Norme Internationale. La présente Norme Internationale remplace donc la Recommandation ISO/R 422-1965. <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c6c91ac6-ebb0-4521-b2d7-f57d262ddac2/iso-422-1976>

La Recommandation ISO/R 422 avait été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Allemagne	Italie	Suède
Belgique	Japon	Suisse
Brésil	Nouvelle-Zélande	U.R.S.S.
Canada	Pays-Bas	U.S.A.
Chili	Roumanie	
France	Royaume-Uni	

Aucun Comité Membre n'avait désapprouvé la Recommandation.

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé la transformation de la Recommandation ISO/R 422 en Norme Internationale.

Sulfate de *p*-méthylaminophénol 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 sulfate de *p*-méthylaminophénol à usage photographique. Ces méthodes d'essai conviennent en général pour garantir un produit satisfaisant, mais, dans certaines conditions, quelques échantillons peuvent provoquer un voile intense. Dans de tels cas, un essai photographique devra être effectué dans les conditions de l'usage prévu.

2 DÉFINITION DU PRODUIT

Le sulfate de *p*-méthylaminophénol se présente sous la forme d'une poudre cristalline blanche. Sa formule chimique est $\text{HOC}_6\text{H}_4\text{NHCH}_3 \cdot 1/2\text{H}_2\text{SO}_4$ et sa masse moléculaire est 172,2.

3 SPÉCIFICATIONS

3.1 Titre

3.1.1 Le titre, déterminé selon la méthode de titrage au cérate décrite en 4.1 et exprimé en $\text{HOC}_6\text{H}_4\text{NHCH}_3 \cdot 1/2\text{H}_2\text{SO}_4$, ne doit pas être inférieur à 99 % (*m/m*) ni supérieur à 102,0 % (*m/m*).

3.1.2 Le titre, déterminé selon la méthode de titrage alcalimétrique décrite en 4.2 et exprimé en $\text{HOC}_6\text{H}_4\text{NHCH}_3 \cdot 1/2\text{H}_2\text{SO}_4$, ne doit pas être inférieur à 97,5 % (*m/m*).

3.2 Aspect de la solution

Une solution aqueuse acidifiée, préparée et examinée selon la méthode décrite en 4.3, doit être limpide avec une coloration pas plus prononcée qu'une légère teinte jaune.

3.3 Matières volatiles à 105 °C

La teneur en matières volatiles à 105 °C, déterminée selon la méthode décrite en 4.4, ne doit pas être supérieure à 0,3 % (*m/m*).

3.4 Résidu après calcination

Le résidu après calcination, déterminé selon la méthode décrite en 4.5, ne doit pas être supérieur à 0,10 % (*m/m*).

3.5 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.

3.6 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.

3.7 Teneur en *p*-aminophénol

La teneur en *p*-aminophénol ne doit pas être supérieure à 2,5 % (*m/m*).

La conformité à cette spécification doit être contrôlée par l'essai limite décrit en 4.8; l'absorbance de la solution d'essai, mesurée à 312 nm dans une cellule en quartz de parcours optique 10 mm, ne doit pas être supérieure à 0,775.

3.8 Teneur en sulfate de *p*-amino-*NN*-diméthylaniline

La teneur en sulfate de *p*-amino-*NN*-diméthylaniline ne doit pas être supérieure à celle permise par l'essai limite décrit en 4.9; la solution d'essai ne doit pas prendre une teinte

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c6c91ac6-ebb0-4521-b2d7-f57d262ddac2/iso-422-1976>

3.9 Solubilité dans l'éther éthylique

La solubilité dans l'éther éthylique, déterminée selon la méthode décrite en 4.10, ne doit pas être supérieure à 0,2 % (*m/m*).

3.10 Identification

3.10.1 Point de fusion

Le point de fusion, déterminé selon la méthode décrite en 4.11.1, ne doit pas être inférieur à 130 °C, ni supérieur à 135 °C.

3.10.2 Point de fusion en mélange

Le point de fusion du mélange d'échantillon et de témoin, déterminé selon la méthode décrite en 4.11.1, ne doit pas être inférieur au point de fusion de l'échantillon ou du témoin.

3.10.3 Spectre infrarouge

La courbe d'absorption infrarouge, déterminée selon la méthode décrite en 4.11.2, doit être essentiellement identique à celle du spectre de référence (voir la figure).

Cette spécification d'identification est facultative et elle est complémentaire à celles spécifiées en 3.10.1 et 3.10.2.

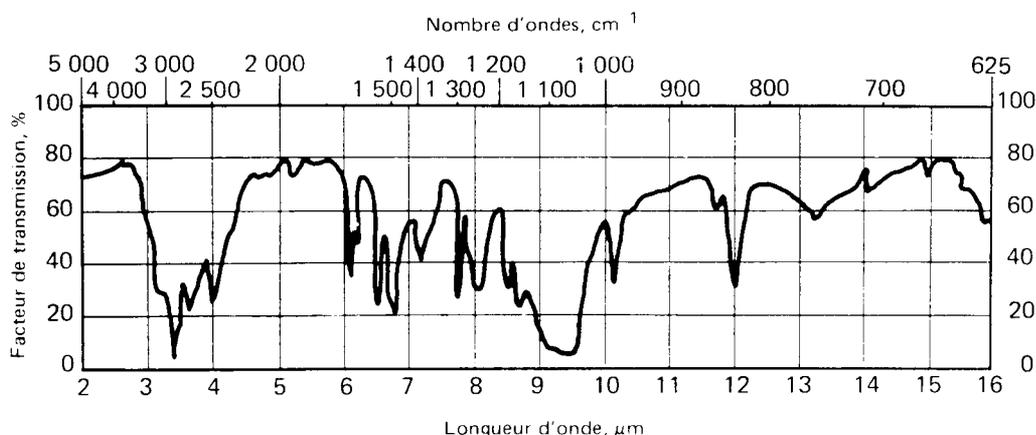


FIGURE — Spectre infrarouge de référence du sulfate de *p*-méthylaminophénol
(Plaquette de KBr)

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 — Méthode de titrage au cérate

4.1.1 Réactifs

4.1.1.1 Trioxyde d'arsenic (As_2O_3), étalon primaire.

4.1.1.2 Tétraoxyde d'osmium, solution.

Dissoudre 0,25 g de tétraoxyde d'osmium dans 100 ml de la solution d'acide sulfurique (4.1.1.6).

ATTENTION — Le tétraoxyde d'osmium est toxique — éviter tout contact.

4.1.1.3 Acide sulfurique, solution ρ 1,84 g/ml environ.

4.1.1.4 Acide sulfurique, solution diluée (1 + 5).

4.1.1.5 Hydroxyde de sodium, solution à 100 g/l.

4.1.1.6 Acide sulfurique, solution titrée, 0,05 M.

4.1.1.7 Cérate, solution titrée 0,1 M.

4.1.1.7.1 PRÉPARATION

Peser 50 à 54 g d'hexanitrate d'ammonium et de cérium(IV) [$(\text{NH}_4)_2\text{Ce}(\text{NO}_3)_6$] et les mélanger à 27 ml de la solution d'acide sulfurique (4.1.1.3), dans un bécher de 600 ml, par agitation mécanique. **Avec une extrême précaution**, ajouter de l'eau par fractions de 100 ml²⁾, avec agitation mécanique, en laissant s'écouler 2 à 3 min entre chaque fraction. Continuer l'addition d'eau jusqu'à dissolution complète du cérate. Diluer à 1 000 ml avec de l'eau et homogénéiser.

NOTE — Un composé de cérium(IV) étalon primaire peut être utilisé en variante pour l'étalonnage avec le trioxyde d'arsenic (voir 4.1.1.7.2).

4.1.1.7.2 ÉTALONNAGE

Peser, à 0,000 1 g près, 0,2 g environ de l'étalon primaire de trioxyde d'arsenic (4.1.1.1) sur le verre de montre (4.1.2.1). Transférer le verre de montre et son contenu dans une fiole conique de 250 ml à ouverture large. Ajouter 15 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (4.1.1.5) et tiédir doucement le mélange. Après dissolution complète, refroidir à 20 ± 5 °C et ajouter 25 ml de la solution d'acide sulfurique (4.1.1.4). Diluer à 100 ml avec de l'eau, ajouter 3 gouttes (0,15 ml environ) de la solution de tétraoxyde d'osmium (4.1.1.2) et 1 goutte de la solution de ferroïne (4.1.1.8).

Titre cette solution avec la solution de cérate (4.1.1.7) jusqu'à virage de l'orange rougeâtre à l'incolore ou au bleu très pâle. Un point final douteux indique que le tétraoxyde d'osmium est en quantité insuffisante; une quantité allant jusqu'à 10 à 15 gouttes (0,7 ml environ) peut être nécessaire lorsque la solution vieillit.

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

2) Le mode normal de mélangeage de l'acide à l'eau consiste à ajouter lentement l'acide à l'eau. Le mode opératoire utilisé ici est l'inverse du normal. Toutefois, une **précaution extrême** doit être prise afin d'éviter les projections éventuelles dues à la chaleur d'évolution.

4.1.1.7.3 EXPRESSION DES RÉSULTATS

La molarité, T , de la solution de cérate est donnée par la formule

$$T = \frac{20,22 m}{V}$$

où

m est la masse, en grammes, du trioxyde d'arsenic (4.1.1.1);

V est le volume, en millilitres, de la solution de cérate (4.1.1.7) utilisé pour l'étalonnage.

4.1.1.8 **Ferroïne** {ion[tris(phénanthroline-1,10)fer(II)]⁺}, (indicateur), solution.

4.1.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.1.2.1 **Verre de montre**, de diamètre 25 mm.

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

4.1.3 Mode opératoire

Peser, à 0,000 1 g près, 0,25 g de l'échantillon pour laboratoire sur le verre de montre (4.1.2.1). Transférer le verre de montre et cette prise d'essai dans une fiole conique de 250 ml à ouverture large, contenant 100 ml d'eau et 10 ml de la solution titrée d'acide sulfurique (4.1.1.6). Dissoudre la prise d'essai, ajouter 3 gouttes de la solution de ferroïne (4.1.1.8) et titrer avec la solution titrée de cérate (4.1.1.7) jusqu'à l'obtention d'une teinte vert brillant persistant durant 15 s.

4.1.4 Expression des résultats

Le titre, par titrage au cérate, exprimé en pourcentage en masse de sulfate de *p*-méthylaminophénol (HOC₆H₄NHCH₃.1/2H₂SO₄), est donné par la formule

$$\frac{8,61 V T}{m}$$

où

V est le volume, en millilitres, de la solution de cérate (4.1.1.7) utilisé pour le titrage;

T est la normalité exacte de la solution de cérate (4.1.1.7);

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

NOTE — Ce titrage inclut également les matières oxydables autres que le sulfate de *p*-méthylaminophénol.

4.2 Détermination du titre — Méthode de titrage alcalimétrique

4.2.1 Réactifs

4.2.1.1 **Acétone**.

4.2.1.2 **Hydroxyde de sodium**, solution titrée 0,1 M.

4.2.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

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

4.2.2.2 **pH-mètre électronique**, équipé d'une électrode en verre et d'une électrode de référence courante.

4.2.3 Mode opératoire

Peser, à 0,000 1 g près, 0,6 g environ de l'échantillon pour laboratoire et dissoudre cette prise d'essai dans 50 ml d'eau. Ajouter 90 ml de l'acétone (4.2.1.1) et titrer par potentiométrie avec la solution titrée d'hydroxyde de sodium (4.2.1.2). Tracer la courbe de titrage et déterminer le point final.

4.2.4 Expression des résultats

Le titre, par titrage alcalimétrique, exprimé en pourcentage en masse de sulfate de *p*-méthylaminophénol (HOC₆H₄NHCH₃.1/2H₂SO₄), est donné par la formule

$$\frac{17,22 V T}{m}$$

ou
 T est la molarité exacte de la solution d'hydroxyde de sodium (4.2.1.2);

V est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de sodium (4.2.1.2) utilisé pour le titrage;

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

4.3 Contrôle de l'aspect de la solution

4.3.1 Réactif

4.3.1.1 **Acide chlorhydrique**, solution diluée (3 + 97).

4.3.2 Mode opératoire

Préparer une solution à 30 g/l de l'échantillon pour laboratoire dans la solution d'acide chlorhydrique (4.3.1.1) et contrôler la limpidité et la coloration.

4.4 Détermination des matières volatiles à 105 °C

4.4.1 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.4.1.1 **Étuve**, réglable à 105 ± 5 °C.

4.4.2 Mode opératoire

Peser, à 0,001 g près, 5 g environ de l'échantillon pour

laboratoire dans un vase à peser de forme basse, préalablement taré et muni d'un couvercle en verre. Retirer le couvercle et chauffer dans l'étuve (4.4.1.1), réglée à $105 \pm 5^\circ\text{C}$, durant 4 h. Laisser refroidir dans un dessiccateur, remettre le couvercle et peser à 1 mg près.

4.4.3 Expression des résultats

La teneur en matières volatiles à 105°C , exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100$$

où

m_1 est la masse, en grammes, du vase à peser;

m_2 est la masse, en grammes, du vase à peser et de la prise d'essai avant chauffage;

m_3 est la masse, en grammes, du vase et de la prise d'essai après chauffage.

4.5 Détermination du résidu après calcination

4.5.1 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.5.1.1 Creuset en platine.

4.5.1.2 Four à moufle, réglable à $600 \pm 50^\circ\text{C}$.

4.5.2 Mode opératoire

Peser, à 0,1 g près, 5 g environ de l'échantillon pour laboratoire dans le creuset (4.5.1.1) préalablement taré, et chauffer avec soin. Finalement, calciner le résidu dans le four à moufle (4.5.1.2), maintenu à $600 \pm 50^\circ\text{C}$, durant 4 h. Laisser refroidir dans un dessiccateur et peser le creuset et son contenu à 1 mg près. Conserver le résidu pour les essais de contrôle des teneurs en métaux lourds et en fer décrits en 4.6.3 et 4.7.3.

4.5.3 Expression des résultats

Le résidu après calcination, exprimé en pourcentage en masse, est donné par la formule

$$\frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \times 100$$

où

m_1 est la masse, en grammes, du creuset;

m_2 est la masse, en grammes, du creuset et de la prise d'essai;

m_3 est la masse, en grammes, du creuset et du résidu.

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

Dissoudre le résidu conservé après 4.5.2 dans 0,5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.6.1.1), en tiédissant si nécessaire, et transvaser la solution (et les eaux de lavage) dans un bécher en utilisant 40 ml environ 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 1 goutte 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 juste au jaune. Ajouter, goutte à goutte, la solution d'acide chlorhydrique (4.6.1.2) jusqu'à ce que les solutions deviennent de nouveau incolores, puis en ajouter un excès de 2,5 ml.

Diluer la solution d'essai à 50 ml et en introduire une partie aliquote de 20 ml dans l'un des 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). Introduire la solution étalon de métaux lourds traitée dans l'autre tube de Nessler et traiter les deux solutions de la manière suivante. Ajouter 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 d'addition de l'excès de la solution d'acide chlorhydrique (4.6.1.2).

Introduire 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 Contrôle de la teneur limite en *p*-aminophénol

4.8.1 Réactifs

4.8.1.1 Éther éthylique, saturé d'eau, de qualité spectrographique.

Secouer 100 ml d'éther éthylique de qualité spectrographique avec 10 ml d'eau. À l'aide de l'une des ampoules à décanter (4.8.2.2), soutirer et rejeter l'eau.

4.8.1.2 Acide chlorhydrique, solution diluée (1 + 9).

4.8.1.3 Nitrite de sodium, solution à 100 g/l.

4.8.2 Appareillage

4.8.2.1 Entonnoir filtrant, de capacité 60 ml, à disque fritté de porosité moyenne.

4.8.2.2 Trois ampoules à décanter, de capacité 125 ml.

4.8.2.3 Deux fioles jaugées, de capacité 250 ml, conformes à l'ISO 1042, classe A.

4.8.2.4 Pipette, de capacité 10 ml, conforme à l'ISO/R 648, classe A.

4.8.2.5 Pipette, de capacité 25 ml, conforme à l'ISO/R 648, classe A.

4.8.2.6 Spectrophotomètre ultra-violet, utilisable dans la région en deçà de 350 nm.

4.8.3 Mode opératoire

Peser, à 0,05 g près, 1,0 g environ de l'échantillon pour laboratoire et dissoudre cette prise d'essai dans 100 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.8.1.2). Agiter et ajouter lentement 25 ml de la solution de nitrite de sodium (4.8.1.3). Continuer l'agitation durant 1 min environ. Filtrer ce mélange, en utilisant le vide, sur l'entonnoir filtrant (4.8.2.1) et, sans laver, transvaser le filtrat dans l'une des fioles jaugées (4.8.2.3), et compléter au volume avec de l'eau. À l'aide de la pipette (4.8.2.5), introduire une partie aliquote de 25 ml de cette solution dans l'une des ampoules à décanter (4.8.2.2) propre et sèche. L'extraire trois fois (en utilisant une ampoule propre et sèche à chaque extraction) avec l'éther éthylique (4.8.1.1). Rejeter la phase éthérée, en conservant la phase aqueuse.

À l'aide de la pipette (4.8.2.4), introduire une partie aliquote de 10 ml de l'extrait aqueux dans l'autre fiole jaugée, compléter au volume et homogénéiser.

En utilisant de l'eau comme blanc, déterminer l'absorbance dans une cellule en quart de parcourt optique 10 mm, au moyen du spectrophotomètre ultra-violet (4.8.2.6).

4.9 Contrôle de la teneur limite en sulfate de *p*-amino-*N,N*-diméthylaniline

4.9.1 Réactifs

4.9.1.1 Éther éthylique.

4.9.1.2 Hydroxyde de sodium, solution à 400 g/l.

4.9.1.3 Acide sulfurique, solution diluée (1 + 9).

4.9.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.9.2.1 Ampoule à décanter, de capacité 100 ml.

4.9.2.2 Tube à essais, muni d'un bouchon en verre.

4.9.3 Mode opératoire

Peser, à 0,1 g près, 2 g environ de l'échantillon pour laboratoire dans un bécher de 50 ml et dissoudre cette prise d'essai dans 10 ml d'eau. Filtrer immédiatement, en utilisant un entonnoir à longue tige, et recueillir le filtrat dans l'ampoule à décanter (4.9.2.1). Ajouter au filtrat 10 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (4.9.1.2) et 10 ml de l'éther éthylique (4.9.1.1). Secouer le mélange,

laisser les deux couches se séparer, et soutirer et rejeter la couche aqueuse. Rincer la paroi de l'ampoule avec 10 ml environ d'eau, sans secouer, et soutirer et rejeter l'eau. Ajouter 10 ml de la solution d'acide sulfurique (4.9.1.3) et secouer le mélange. Soutirer la couche acide dans le tube à essais (4.9.2.2). Secouer la solution acide durant 1 min et observer la coloration.

4.10 Solubilité dans l'éther éthylique

4.10.1 Réactif

4.10.1.1 Éther éthylique, anhydre.

4.10.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.10.2.1 Extracteur de Soxhlet.

4.10.3 Mode opératoire

Peser, à 0,1 g près, 5 g environ de l'échantillon pour laboratoire dans le ballon d'extraction de l'extracteur de Soxhlet (4.10.2.1). Placer le ballon et son contenu dans l'extracteur et extraire avec l'éther éthylique (4.10.1.1) durant 6 h. Transvaser l'extrait dans un bécher de 150 ml, séché et préalablement taré, et évaporer jusqu'à siccité sur un bain de vapeur. Sécher à 70 °C durant 30 min, laisser refroidir dans un dessiccateur et peser le bécher et son contenu à 1 mg près.

4.10.4 Expression des résultats

La solubilité dans l'éther éthylique, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{m_4 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100$$

où

m_1 est la masse, en grammes, du ballon d'extraction;

m_2 est la masse, en grammes, du ballon d'extraction et de la prise d'essai;

m_3 est la masse, en grammes, du bécher;

m_4 est la masse, en grammes, du bécher et du résidu après évaporation et séchage.

4.11 Essais d'identification

4.11.1 Essais du point de fusion

4.11.1.1 RÉACTIFS

4.11.1.1.1 Acide sulfurique, solution ρ 1,84 g/ml environ.

4.11.1.1.2 Nitrite de sodium, solution à 100 g/l.

4.11.1.2 APPAREILLAGE

Appareil de détermination du point de fusion à tube capillaire, comprenant un thermomètre dont l'échelle couvre l'intervalle 100 à 200 °C.

4.11.1.3 MODE OPÉRATOIRE

Préparer les dérivés nitroso de l'échantillon pour laboratoire et d'un échantillon connu comme étant du sulfate de *p*-méthylaminophénol en traitant chaque échantillon de la manière suivante. Dissoudre 0,5 g environ dans 10 ml d'eau et refroidir avec de la glace entre 5 et 10 °C. Ajouter 5 gouttes de la solution d'acide sulfurique (4.11.1.1.1), puis, goutte à goutte, 2 ml de la solution de nitrite de sodium (4.11.1.1.2). Filtrer, laver les précipités avec de l'eau et sécher à 70 °C durant 1 h.

Préparer trois tubes capillaires contenant

- 1) le dérivé de l'échantillon à essayer;
- 2) le dérivé de l'échantillon connu comme étant du sulfate de *p*-méthylaminophénol;
- 3) un mélange finement broyé de 1) et 2), mélangés dans le rapport 1 : 1.

Marquer les tubes et les fixer au thermomètre. Chauffer l'appareil (4.11.1.2) à 110 °C environ, introduire le thermomètre avec les dérivés des échantillons et chauffer avec un taux d'élévation de température de 1 °C/min. Prendre comme point de fusion de chaque dérivé d'échantillon la température de début de liquéfaction.

4.11.2 Identification par spectrophotométrie infrarouge

4.11.2.1 APPAREILLAGE

4.11.2.1.1 Tamis de contrôle, d'ouverture nominale 63 μ m, conforme à l'ISO 565.

4.11.2.1.2 Spectrophotomètre infrarouge, équipé pour la région du spectre comprise entre 2 et 16 μ m et **équipement accessoire** permettant d'utiliser des plaquettes de bromure de potassium ou un grainage en suspension dans l'huile minérale.

4.11.2.2 MODE OPÉRATOIRE

Broyer 1 g environ de l'échantillon en une poudre fine homogène et préparer un mélange à 0,5 % (*m/m*) de l'échantillon dans du bromure de potassium finement broyé. Broyer soigneusement le mélange pour passer au tamis de contrôle (4.11.2.1.1). Préparer une plaquette comprimée du mélange de manière qu'elle contienne 0,13 à 0,16 g de mélange par centimètre carré de l'aire de la matrice. Enregistrer le spectre infrarouge entre 2 et 16 μ m. Comparer avec le spectre de référence représenté à la figure.

NOTE — Une autre méthode possible consiste à broyer l'échantillon et à le disposer dans de l'huile minérale. Dans ce cas, il est nécessaire de tenir compte des bandes d'absorption de l'huile minérale.