

---

# NORME INTERNATIONALE



# 423

---

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

---

## Hydroquinone de qualité photographique — Spécifications

*Photographic grade hydroquinone — Specification*

Première édition — 1976-07-15

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 423:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1d320481-6f41-4518-bdba-08f683e2222d/iso-423-1976>

---

CDU 771.7 : 547.565.2

Réf. n° : ISO 423-1976 (F)

**Descripteurs** : produit photographique, paradihydroxybenzène, spécification de matière, analyse chimique, essai, impurité.

# Hydroquinone 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 de l'hydroquinone à usage photographique.

## 2 DÉFINITION DU PRODUIT

L'hydroquinone se présente sous la forme de cristaux blancs ou presque blancs, ou d'une poudre cristalline. Sa formule chimique est  $C_6H_4(OH)_2$  et sa masse moléculaire est 110,1.

## 3 SPÉCIFICATIONS

### 3.1 Titre

Le titre, déterminé selon la méthode décrite en 4.1 et exprimé en  $C_6H_4(OH)_2$ , ne doit pas être inférieur à 99 % (*m/m*) ni supérieur à 101 % (*m/m*).

### 3.2 Aspect de la solution

Une solution acétique, préparée et examinée selon la méthode décrite en 4.2, doit être limpide et incolore.

### 3.3 Résidu après calcination

Le résidu après calcination, déterminé selon la méthode décrite en 4.3, ne doit pas être supérieur à 0,10 % (*m/m*).

### 3.4 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 4.4; la coloration obtenue dans la solution d'essai ne doit pas être supérieure à celle obtenue dans la solution témoin.

### 3.5 Teneur en fer

La teneur en fer, exprimée en fer (Fe), ne doit pas être supérieure à 20 mg/kg.

La conformité à cette spécification doit être contrôlée par l'essai limite décrit en 4.5; la coloration obtenue dans la solution d'essai ne doit pas être supérieure à celle obtenue dans la solution témoin.

## 3.6 Identification

### 3.6.1 Point de fusion

Le point de fusion, déterminé selon la méthode décrite en 4.6.1, ne doit pas être inférieur à 171 °C, ni supérieur à 175 °C.

### 3.6.2 Point de fusion en mélange

Le point de fusion du mélange d'échantillon et de témoin, déterminé selon la méthode décrite en 4.6.1, ne doit pas être inférieur au point de fusion de l'échantillon ou du témoin.

### 3.6.3 Spectre infrarouge

La courbe d'absorption infrarouge, déterminée selon la méthode décrite en 4.6.2, 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 3.6.1 et 3.6.2.

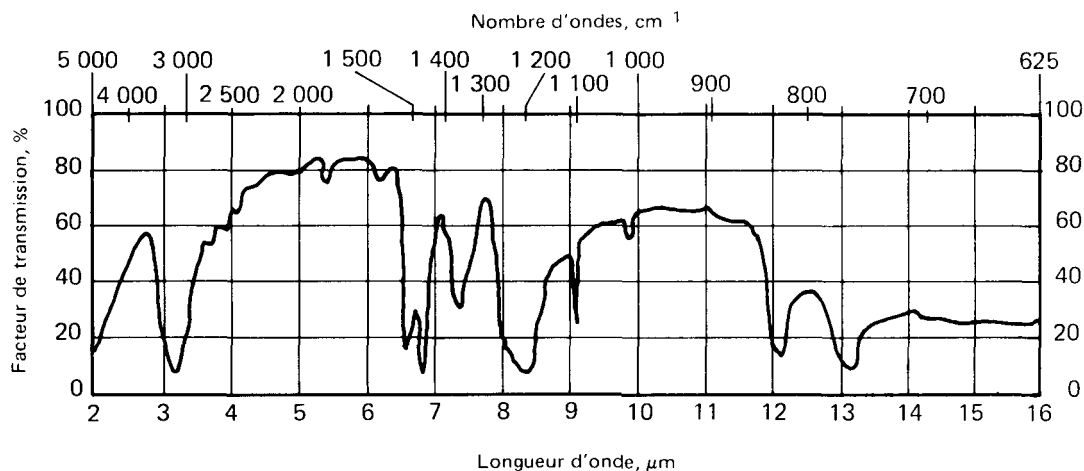


FIGURE – Spectre infrarouge de référence de l'hydroquinone  
(Plaquette de KBr)

## 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)<sup>1)</sup> 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 **Trioxyle d'arsenic** (As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), 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  $\rho$  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) [(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>Ce(NO<sub>3</sub>)<sub>6</sub>] 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 ml<sup>2)</sup>, 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).

1) 1 mol/l = 1 kmol/m<sup>3</sup> = 1 mol/dm<sup>3</sup> = 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.

#### 4.1.1.7.2 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). Titrer 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.

#### 4.1.1.7.3 EXPRESSION DES RÉSULTATS

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

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

$m$  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)]<sup>++</sup>} (indicateur), solution.

4.1.1.9 **Diphénylamine** (indicateur), solution.

Dissoudre 1 g de diphénylamine dans 100 ml de la solution d'acide sulfurique (4.1.1.3).

### 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 diphénylamine (4.1.1.9) et titrer avec la solution titrée de cérate (4.1.1.7) jusqu'à un point final rouge-violet.

4.1.4 *Expression des résultats*

Le titre, exprimé en pourcentage en masse d'hydroquinone [C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>(OH)<sub>2</sub>], est donné par la formule

$$\frac{5,5 VT}{m}$$

où

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

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

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

4.2 **Contrôle de l'aspect de la solution**

4.2.1 *Réactif*

4.2.1.1 **Acide acétique**, solution diluée (1 + 19).

4.2.2 *Mode opératoire*

Préparer une solution à 50 g/l de l'échantillon pour laboratoire dans la solution d'acide acétique (4.2.1.1) et contrôler la limpidité et la coloration à la fois en lumière réfléchie et en lumière transmise.

4.3 **Détermination du résidu après calcination**

4.3.1 *Appareillage*

Matériel courant de laboratoire, et

4.3.1.1 **Creuset en platine.**

4.3.1.2 **Four à moufle**, réglable à 600 ± 50 °C.

4.3.2 *Mode opératoire*

Peser, à 0,1 g près, 5 g environ de l'échantillon pour laboratoire dans le creuset en platine (4.3.1.1) préalablement taré, et chauffer avec soin. Finalement, calciner le résidu dans le four à moufle (4.3.1.2), maintenu à 600 ± 50 °C, durant 4 h. Laisser refroidir dans un dessiccateur et peser le creuset et son contenu à 1 mg près. Conserver le résidu pour les essais de contrôle des teneurs en métaux lourds et en fer décrits en 4.4.3 et 4.5.3.

4.3.3 *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<sub>1</sub> est la masse, en grammes, du creuset;

m<sub>2</sub> est la masse, en grammes, du creuset et de la prise d'essai;

m<sub>3</sub> est la masse, en grammes, du creuset et du résidu.

4.4 **Contrôle de la teneur limite en métaux lourds**

4.4.1 *Réactifs*

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

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

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

4.4.1.4 **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.

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

4.4.1.6 **p-Nitrophénol** (indicateur), solution aqueuse à 2,5 g/l

4.4.2 *Appareillage*

Matériel courant de laboratoire, et

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

4.4.3 *Mode opératoire*

Dissoudre le résidu conservé après 4.3.2 dans 0,5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.4.1.1), 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 (4.4.1.4) et traiter les deux solutions de la manière suivante. Ajouter 1 goutte de la solution de p-nitrophénol (4.4.1.6), puis, goutte à goutte, la solution d'hydroxyde d'ammonium (4.4.1.3) jusqu'à ce que les solutions virent juste au jaune. Ajouter, goutte à goutte, la solution d'acide chlorhydrique (4.4.1.2) 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 (4.4.2.1), en conservant le reste de la solution d'essai pour l'essai de contrôle de la teneur en fer (4.5.3). 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 (4.4.1.5), 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.

## 4.5 Contrôle de la teneur limite en fer

### 4.5.1 Réactifs

Réactifs spécifiés en 4.4.1, et

#### 4.5.1.1 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.

#### 4.5.1.2 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.

#### 4.5.1.3 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 (4.5.1.1).

### 4.5.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

#### 4.5.2.1 Deux tubes de Nessler, identiques, de capacité 50 ml.

### 4.5.3 Mode opératoire

Introduire 4 ml de la solution étalon de fer (4.5.1.2) et les traiter de la même manière que les 4 ml de la solution étalon de métaux lourds (4.4.1.4) (voir 4.4.3) jusqu'à l'opération d'addition de l'excès de la solution d'acide chlorhydrique (4.4.1.2).

Introduire cette solution étalon de fer traitée dans l'un des tubes de Nessler (4.5.2.1) et 20 ml du reste de la solution d'essai traitée en 4.4.3 dans l'autre tube de Nessler. Ajouter à chaque solution 5 ml de la solution réactive de phénanthroline-1,10 (4.5.1.3), 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.

## 4.6 Essais d'identification

### 4.6.1 Essais du point de fusion

#### 4.6.1.1 APPAREILLAGE

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

#### 4.6.1.2 MODE OPÉRATOIRE

Préparer trois tubes capillaires contenant

- 1) l'échantillon à essayer;
- 2) un échantillon connu comme étant de l'hydroquinone;
- 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 (4.6.1.1) à 155 °C environ, introduire le thermomètre avec les échantillons et chauffer avec un taux d'élévation de température de 1 °C/min. Prendre comme point de fusion de chaque échantillon la température de début de liquéfaction.

### 4.6.2 Identification par spectrophotométrie infrarouge

#### 4.6.2.1 APPAREILLAGE

4.6.2.1.1 Tamis de contrôle, d'ouverture nominale 63 µm, conforme à l'ISO 565.

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

#### 4.6.2.2 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 (4.6.2.1.1). 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 µm. Comparer avec le spectre de référence représenté à la figure.

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

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 423:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1d320481-6f41-4518-bdba-08f683e2222d/iso-423-1976>