

---

# NORME INTERNATIONALE 3299

---

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

---

## Phényl-1 pyrazolidinone-3 (Phénidone) de qualité photographique — Spécifications

*Photographic grade 1-phenyl-3-pyrazolidinone (Phenidone) — Specification*

Première édition — 1976-05-01

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

ISO 3299:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/efddc579-7Be-45a7-952a-66a268055949/iso-3299-1976>

---

CDU 771.7 : 547.775.004.11

Réf. n° : ISO 3299-1976 (F)

**Descripteurs** : produit photographique, phénidone, spécification de matière, essai.



# Phényl-1 pyrazolidinone-3 (Phénidone) 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'essais de la phényl-1 pyrazolidinone-3 à usage photographique.

NOTE — Ces méthodes d'essais sont en général aptes à assurer des produits satisfaisants, mais, dans certaines conditions, certains échantillons peuvent produire un brouillard important. Dans de tels cas, un essai photographique devrait être effectué dans les conditions de l'emploi prévu.

## 2 DÉFINITION DU PRODUIT

La phényl-1 pyrazolidinone-3 se présente sous la forme d'une poudre de couleur allant du crème pâle au blanc, exempte d'aggrégats ou de gros cristaux. Sa formule chimique est  $C_9H_{10}N_2O$  et sa masse moléculaire est 162.

## 3 SPÉCIFICATIONS

### 3.1 Titre

Le titre, déterminé selon la méthode décrite en 4.1, doit être supérieur ou égal à 98,5 % (*m/m*).

### 3.2 Solubilité dans une solution alcaline de sulfite

La solution d'essai, examinée selon la méthode décrite en 4.2, doit être claire, mais une coloration rose est admise.

### 3.3 Matières insolubles dans le chloroforme

La teneur en matières insolubles dans le chloroforme, déterminée selon la méthode décrite en 4.3, ne doit pas être supérieure à 0,10 % (*m/m*).

### 3.4 Matières volatiles à 65 °C

La teneur en matières volatiles à 65 °C, déterminée selon la méthode décrite en 4.4, ne doit pas être supérieure à 0,10 % (*m/m*).

### 3.5 Résidu après chauffage

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

### 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 Identification

### 3.8.1 Point de fusion

Le point de fusion, déterminé selon la méthode décrite en 4.8.1, ne doit pas être inférieur à 119 °C, ni supérieur à 122 °C.

### 3.8.2 Point de fusion en mélange

Le point de fusion du mélange d'échantillon et de témoin, déterminé selon la méthode décrite en 4.8.1, ne doit pas être inférieur au point de fusion de l'échantillon ou du témoin.

### 3.8.3 Spectre infrarouge

La courbe d'absorption infrarouge, déterminée selon la méthode décrite en 4.8.2, 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 3.8.1 et 3.8.2.

## 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.

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

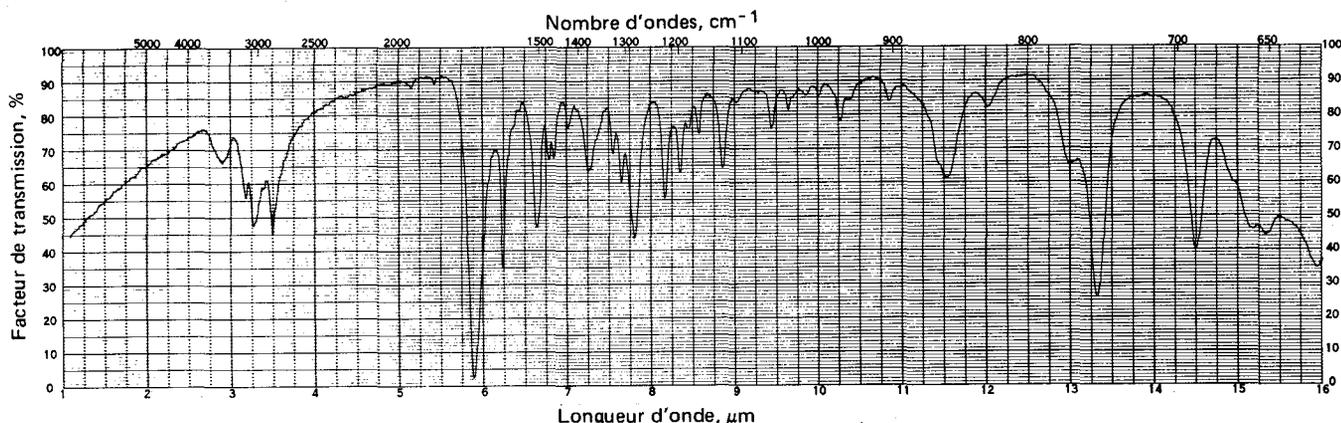


FIGURE – Spectre infrarouge de référence de la phényl-1 pyrazolidinone-3  
(Plaquette de KBr)

#### 4.1 Détermination du titre

##### 4.1.1 Réactifs

###### 4.1.1.1 Iode, solution.

Dissoudre 13 g environ d'iode dans une solution à 120 g d'iodure de potassium dans 200 ml d'eau. Après dissolution complète, diluer à 1 000 ml.

###### 4.1.1.2 Solution tampon acétique, de pH 4.

Dissoudre 55 g d'acétate de sodium trihydraté ( $\text{NaC}_2\text{H}_3\text{O}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ) dans 200 ml environ d'eau. Ajouter 92 ml de solution d'acide acétique 2 M et diluer à 1 000 ml avec de l'eau.

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

###### 4.1.1.4 Amidon (indicateur), solution.

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

Matériel courant de laboratoire, et

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

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

#### 4.1.3 Mode opératoire

Peser, à 0,001 g près, 0,15 g environ de l'échantillon pour laboratoire et transférer cette prise d'essai dans une fiole conique. Ajouter 70 ml environ d'eau tiède (50 à 60 °C) et dissoudre. Refroidir à la température ambiante et ajouter 25 ml de la solution tampon acétique (4.1.1.2). Ajouter, à la pipette (4.1.2.1), 25 ml de la solution d'iode (4.1.1.1) et titrer immédiatement en retour l'excès d'iode avec la

solution de thiosulfate de sodium (4.1.1.3) en utilisant l'indicateur à l'amidon (4.1.1.4). Effectuer un essai à blanc de la même manière. Le temps écoulé entre le début de l'addition de la solution d'iode et la fin du titrage ne doit pas dépasser 3 min. Une durée plus longue conduirait à des valeurs de titre exagérément élevées.

#### 4.1.4 Expression des résultats

Le titre, exprimé en pourcentage en masse de phényl-1 pyrazolidinone-3, est donné par la formule

$$\frac{8,11 (V_1 - V_2) T}{m}$$

$V_1$  est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium (4.1.1.3) utilisé pour l'essai à blanc;

$V_2$  est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium (4.1.1.3) utilisé pour la détermination;

$T$  est la molarité de la solution de thiosulfate de sodium (4.1.1.3);

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

#### 4.2 Essai de solubilité dans une solution alcaline de sulfite

Dissoudre 0,5 g de l'échantillon dans 1 000 ml d'une solution aqueuse à 25 g de sulfite de sodium anhydre et 25 g de carbonate de sodium anhydre. Contrôler la limpidité et la coloration de la solution.

#### 4.3 Détermination des matières insolubles dans le chloroforme

##### 4.3.1 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.3.1.1 Creuset à plaque en verre fritté de porosité moyenne.

#### 4.3.2 Mode opératoire

Peser, à 0,1 g près, 5 g environ de l'échantillon pour laboratoire et dissoudre cette prise d'essai dans 100 ml de chloroforme. Si une certaine quantité de matière reste insoluble, filtrer à travers le creuset (4.3.1.1) préalablement taré et laver avec 25 ml de chloroforme. Sécher à 105 °C durant 4 h. Laisser refroidir dans un dessiccateur et peser à 1 mg près.

#### 4.3.3 Expression des résultats

La teneur en matières insolubles dans le chloroforme, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100$$

où

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

$m_1$  est la masse, en grammes, du creuset et du résidu;

$m_2$  est la masse, en grammes, du creuset.

#### 4.4 Détermination des matières volatiles à 65 °C

##### 4.4.1 Mode opératoire

Peser, à 0,1 g près, 10 g environ de l'échantillon pour laboratoire dans un vase à peser de forme basse, préalablement taré et muni d'un couvercle en verre. Sécher à 65 °C durant 4 h, laisser refroidir dans un dessiccateur et peser à 1 mg près.

##### 4.4.2 Expression des résultats

La teneur en matières volatiles à 65 °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 et de la prise d'essai avant séchage;

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

#### 4.5 Détermination du résidu après chauffage

##### 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 ± 50 °C.

##### 4.5.2 Mode opératoire

Peser, à 0,1 g près, 5 g environ de l'échantillon pour laboratoire dans le creuset en platine (4.5.1.1) préalablement taré, et incinérer. Chauffer le résidu dans le four (4.5.1.2), 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 4.6.3 et 4.7.3.

##### 4.5.3 Expression des résultats

Le résidu après chauffage, 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 diluée (1 + 99).

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

##### 4.6.1.3 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.

##### 4.6.1.4 Eau saturée de sulfure d'hydrogène à la température ambiante.

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

##### 4.6.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

##### 4.6.2.1 Deux fioles jaugées à un trait, de capacité 50 ml, conformes à l'ISO 1042, classe A.

##### 4.6.2.2 Pipette, de capacité 20 ml, conforme à l'ISO/R 648, classe A.

##### 4.6.2.3 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) et transvaser la solution (et les eaux de lavage) dans l'une des fioles jaugées à un trait (4.6.2.1). Dans l'autre fiole jaugée, introduire 25 ml de la solution étalon de métaux lourds (4.6.1.3). Ajouter 2 gouttes de la solution de *p*-nitrophénol (4.6.1.5) dans chaque fiole, puis, goutte à goutte, la solution d'hydroxyde d'ammonium (4.6.1.2) jusqu'à ce que les solutions virent au jaune. Ajouter, goutte à goutte, la solution d'acide chlorhydrique jusqu'à ce que les solutions deviennent incolores, puis en ajouter un excès de 2,5 ml. Compléter au volume le contenu de chaque fiole et homogénéiser.

À l'aide de la pipette (4.6.2.2), introduire une partie aliquote de 20 ml de chaque solution dans chacun des deux tubes de Nessler (4.6.2.3), en conservant le reste de la solution d'essai pour l'essai de contrôle de la teneur en fer (4.7.3). Ajouter 5 ml de l'eau saturée de sulfure d'hydrogène (4.6.1.4) dans chaque tube, 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

4.7.1.1 Acide chlorhydrique, solution diluée (1 + 99).

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

4.7.1.3 Solution tampon acétique, de pH 5,0.

Dissoudre 23 g d'acétate de sodium anhydre dans 58 ml de 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 de solution d'hydroxyde de sodium à 100 g/l.

4.7.1.4 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.

4.7.1.5 Phénanthroline-1,10, solution réactive. ISO 3299:1976

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 (4.7.1.3).

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

##### 4.7.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.7.2.1 Fiole jaugée à un trait, de capacité 50 ml, conforme à l'ISO 1042, classe A.

4.7.2.2 Pipette, de capacité 20 ml, conforme à l'ISO/R 648, classe A.

4.7.2.3 Deux tubes de Nessler, identiques, de capacité 50 ml.

##### 4.7.3 Mode opératoire

Introduire 25 ml de la solution étalon de fer (4.7.1.4) dans la fiole jaugée à un trait (4.7.2.1), ajouter 2 gouttes de la solution de *p*-nitrophénol (4.7.1.6) et, goutte à goutte, la solution d'hydroxyde d'ammonium (4.7.1.2) jusqu'à ce que la solution vire au jaune. Ajouter, goutte à goutte, la solution d'acide chlorhydrique (4.7.1.1) jusqu'à ce que la solution devienne incolore, puis en ajouter un excès de 2,5 ml. Compléter au volume et homogénéiser.

À l'aide de la pipette (4.7.2.2), introduire une partie aliquote de 20 ml de cette solution étalon de fer traitée

dans l'un des tubes de Nessler (4.7.2.3) et 20 ml du reste de la solution d'essai traitée en 4.6.3 dans l'autre tube de Nessler. Ajouter 5 ml de la solution réactive de phénanthroline-1,10 (4.7.1.5) dans chaque tube, homogénéiser 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 Essais d'identification

##### 4.8.1 Essais du point de fusion

###### 4.8.1.1 APPAREILLAGE

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

###### 4.8.1.2 MODE OPÉRATOIRE

Préparer trois tubes capillaires contenant

- 1) l'échantillon à essayer;
- 2) un échantillon connu comme étant de la phényl-1 pyrazolidinone-3;
- 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 (4.8.1.1) à 100 °C environ, introduire le thermomètre avec les échantillons et chauffer avec un taux d'élevation de température de 1 °C/min. Prendre comme point de fusion de chaque échantillon la température de début de liquéfaction.

##### 4.8.2 Identification par spectrophotométrie infrarouge

###### 4.8.2.1 APPAREILLAGE

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

4.8.2.1.2 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.

###### 4.8.2.2 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 (4.8.2.1.1). 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 3299:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/efddc579-7Be-45a7-952a-66a268055949/iso-3299-1976>