
NORME INTERNATIONALE**3619**

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

Thiosulfate d'ammonium en solution de qualité photographique – Spécifications

Photographic grade ammonium thiosulphate solution – Specification

Première édition – 1976-05-01

ITeCh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3619:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/971ff6b8-8639-4684-9ef0-b798dd7f0b43/iso-3619-1976>

CDU 771.7 : 661.52.004.11

Réf. n° : ISO 3619-1976 (F)

Descripteurs : produit photographique, thiosulfate d'ammonium, produit en solution, spécification de matière, essai.

Prix basé sur 5 pages

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.

La Norme Internationale ISO 3619 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 42, *Photographie*, et soumise aux Comités Membres en septembre 1974.

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Canada	Royaume-Uni
Allemagne	Espagne	Suède
Australie	France	Turquie 1976
Autriche	Italie	U.R.S.S.
Belgique	Japon	U.S.A.
Bulgarie	Mexique	Yougoslavie

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Thiosulfate d'ammonium en solution 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 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 thiosulfate d'ammonium en solution à usage photographique.

2 DÉFINITION DU PRODUIT

Le thiosulfate d'ammonium en solution se présente sous la forme d'un liquide clair et incolore. Sa formule chimique est $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_3$ et sa masse moléculaire est 148,2.

3 SPÉCIFICATIONS

3.1 Titre

Le titre, déterminé selon la méthode décrite en 4.1 et exprimé en $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_3$, ne doit pas être inférieur à 57,0 % (*m/m*), ni supérieur à 61,0 % (*m/m*).

3.2 Masse volumique

La masse volumique à 20 °C, déterminée selon la méthode décrite en 4.2, doit être comprise entre 1,315 g/ml et 1,340 g/ml.

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 0,2 % (*m/m*).

3.4 Alcalinité

L'alcalinité, déterminée selon la méthode décrite en 4.1 et exprimée en hydroxyde d'ammonium (NH_4OH), ne doit pas être inférieure à 0,3 % (*m/m*), ni supérieure à 1,5 % (*m/m*).

3.5 Teneur en sulfures

La teneur en sulfures, exprimée en sulfure d'ammonium $(\text{NH}_4)_2\text{S}$, ne doit pas être supérieure à 5 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.

3.6 Teneur en sulfites

La teneur en sulfites, déterminée selon la méthode décrite en 4.1 et exprimée en sulfite d'ammonium $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_3$, ne doit pas être supérieure à 1 % (*m/m*).

3.7 Résidu après calcination

Le résidu après calcination, déterminé selon la méthode décrite en 4.5, ne doit pas être supérieur à 0,2 % (*m/m*).

3.8 Teneur en métaux lourds

La teneur en métaux lourds, exprimée en plomb (Pb), ne doit pas être supérieure à 10 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.

3.9 Teneur en fer

La teneur en fer, exprimée en fer (Fe), ne doit pas être supérieure à 10 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.

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, de l'alcalinité et de la teneur en sulfites

4.1.1 Réactifs

4.1.1.1 Thiosulfate de sodium, solution 0,1 M.

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

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

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

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

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

Chauffer 25 mg de rouge de méthyle (finement pulvérisé) avec 0,95 ml d'une solution d'hydroxyde de sodium 0,05 M et 5 ml d'éthanol à 95 % (V/V). Lorsque la dissolution est achevée, ajouter 125 ml d'éthanol à 95 % (V/V) et diluer à 250 ml avec de l'eau.

4.1.1.6 **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

Matériel courant de laboratoire, et

4.1.2.1 **Fiole jaugée**, de capacité 500 ml, conforme à l'ISO 1042, classe A.

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

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

4.1.3 Mode opératoire

Peser, à 0,01 g près, 8 g environ de l'échantillon pour laboratoire et diluer cette prise d'essai avec 100 ml d'eau. Ajouter quelques gouttes d'indicateur au rouge de méthyle (4.1.1.5) et titrer immédiatement avec la solution d'acide chlorhydrique (4.1.1.2) jusqu'au premier virage. Diluer la solution neutralisée à 500 ml dans la fiole jaugée (4.1.2.1). À une partie aliquote de 50 ml de cette solution, ajouter 75 ml d'eau et 2 ml de l'indicateur à l'amidon (4.1.1.6). Titrer avec la solution d'iode (4.1.1.4) jusqu'à l'obtention d'une coloration bleue persistante. Ajouter avec précaution une quantité juste suffisante de la solution de thiosulfate de sodium (4.1.1.1) pour faire disparaître la couleur bleue, ajouter quelques gouttes de l'indicateur au rouge de méthyle et titrer avec la solution d'hydroxyde de sodium (4.1.1.3) jusqu'au premier virage.

4.1.4 Expression des résultats

Le titre, exprimé en pourcentage en masse de thiosulfate d'ammonium $[(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_3]$, est donné par la formule

$$\frac{296,4 (V_2 T_2 - 0,667 V_3 T_3)}{m}$$

L'alcalinité, exprimée en pourcentage en masse d'hydroxyde d'ammonium (NH_4OH) , est donnée par la formule

$$\frac{3,5 V_1 T_1}{m}$$

La teneur en sulfites, exprimée en pourcentage en masse de sulfite d'ammonium $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_3]$, est donnée par la formule

$$\frac{38,8 V_3 T_3}{m}$$

où

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution d'acide chlorhydrique (4.1.1.2) utilisé pour le titrage;

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution d'iode (4.1.1.4) utilisé pour le titrage;

V_3 est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de sodium (4.1.1.3) utilisé pour le titrage;

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

T_2 est la molarité exacte de la solution d'iode (4.1.1.4);

T_3 est la molarité exacte de la solution d'hydroxyde de sodium (4.1.1.3);

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

4.2 Détermination de la masse volumique

Effectuer le mesurage à 20 °C au moyen d'un hydromètre dont l'échelle couvre au moins l'intervalle 1,30 à 1,35 g/ml.

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 **Monohydrogène-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 monohydrogéné-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 $600 \pm 50^\circ\text{C}$, 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 sulfures

4.4.1 Réactifs

4.4.1.1 Plomb, solution alcaline.

Préparer une solution d'acétate de plomb trihydraté $[\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ à 100 g/l et ajouter une quantité suffisante d'une solution d'hydroxyde de sodium à 100 g/l pour dissoudre le précipité et pour donner un léger excès d'hydroxyde de sodium.

4.4.1.2 Sulfure, solution étalon.

Immédiatement avant l'emploi, dissoudre 1,5 g de sulfure de sodium nonahydraté ($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) dans 200 ml d'eau bouillie puis refroidie. Diluer à (1 + 99) 1 ml de cette solution avec de l'eau bouillie puis refroidie.

1 ml de cette solution est équivalent à 0,021 mg de sulfure d'ammonium $[(\text{NH}_4)_2\text{S}]$.

NOTE — Certains expérimentateurs ont trouvé les solutions de sulfures alcalino-terreux plus stables que les solutions de sulfure de sodium.

4.4.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

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

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

4.4.3 Mode opératoire

Peser, à 0,5 g près, 20 g environ de l'échantillon pour laboratoire et diluer cette prise d'essai avec 40 ml d'eau. Traiter cette solution et 4,75 ml de la solution étalon de sulfure (4.4.1.2) dans chacun des deux tubes de Nessler (4.4.2.2) de la manière suivante. Ajouter 2 ml de la solution alcaline de plomb (4.4.1.1) à chaque solution, 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 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 0,05 g près, 2,5 g environ de l'échantillon pour laboratoire dans le creuset (4.5.1.1) préalablement taré. Évaporer à siccité sur un bain de vapeur, puis chauffer doucement au-dessus d'un brûleur. 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.

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 diluée (1 + 99).

4.6.1.2 Hydroxyde d'ammonium, solution diluée (1 + 2).

4.6.1.3 Peroxyde d'hydrogène, solution à 167 g/l environ.

Diluer à (1 + 1) une «solution de peroxyde d'hydrogène à 30 %».

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 aqueuse 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, 5 g environ de l'échantillon pour laboratoire et diluer cette prise d'essai avec 30 ml d'eau. Prélever 5 ml de la solution étalon de métaux lourds (4.6.1.4) et traiter les deux solutions de la manière suivante. Ajouter 5 ml de la solution d'hydroxyde d'ammonium (4.6.1.2), puis ajouter, lentement et avec précaution, en plusieurs parties, 40 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène (4.6.1.3). Laisser reposer 10 min et évaporer jusqu'à siccité sur un bain de vapeur. Reprendre les résidus par 30 ml d'eau.

Ajouter 2 gouttes de la solution de *p*-nitrophénol (4.6.1.6) à chaque solution, puis, goutte à goutte, la solution d'hydroxyde d'ammonium jusqu'à ce que les solutions virent au jaune. Ajouter, goutte à goutte, la solution d'acide chlorhydrique (4.6.1.1) jusqu'à ce que les solutions deviennent incolores, puis en ajouter un excès de 1 ml. Diluer chaque solution à 100 ml avec de l'eau.

Introduire des parties aliquotes de 20 ml de chaque solution dans chacun des deux 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). Enfin, 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 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.

4.7.1.2 Thiocyanate de potassium, solution butanolique.

Dissoudre 10 g de thiocyanate de potassium dans 10 ml d'eau et ajouter, en secouant vigoureusement, 90 ml de butanol-1.

4.7.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.7.2.1 Deux tubes à essais, de capacité 50 ml, avec bouchon rodé.

4.7.3 Mode opératoire

Prélever 5 ml de la solution étalon de fer (4.7.1.1) et les traiter de la même manière que les 5 ml de la solution étalon de métaux lourds (4.6.1.4) (voir 4.6.3) jusqu'à l'opération de dilution à 100 ml.

Introduire 5 ml de cette solution étalon de fer traitée dans l'un des tubes à essais (4.7.2.1) et 5 ml du reste de la solution d'essai traitée en 4.6.3 dans l'autre tube à essais. Ajouter 15 ml de la solution butanolique de thiocyanate de potassium (4.7.1.2) dans chaque tube et agiter durant 1 min.

Comparer, dans les tubes à essais, les colorations obtenues dans la solution d'essai et dans la solution témoin.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3619:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/971ff6b8-8639-4684-9ef0-b798dd7f0b43/iso-3619-1976>