

NORME INTERNATIONALE **ISO** 3622



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

Thiocyanate d'ammonium de qualité photographique — Spécifications

Photographic grade ammonium thiocyanate — Specification

Première édition — 1976-05-01

ITh STANDARD PREVIEW
(standards.itih.ai)

ISO 3622:1976

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/sist/8b4d44ce-5287-4d59-bd2a-61834f002d6a/iso-3622-1976>

CDU 771.7 : 661.528.38.004.11

Réf. n° : ISO 3622-1976 (F)

Descripteurs : produit photographique, thiocyanate d'ammonium, 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 3622 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'	Espagne	Suède
Allemagne	France	Turquie
Australie	Italie	U.R.S.S.
Autriche	Japon	U.S.A.
Belgique	Mexique	Yougoslavie
Bulgarie	Roumanie	
Canada	Royaume-Uni	

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Thiocyanate d'ammonium 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 thiocyanate d'ammonium à usage photographique.

2 DÉFINITION DU PRODUIT

Le thiocyanate d'ammonium se présente sous la forme de cristaux incolores déliquescents. Sa formule chimique est NH_4CNS et sa masse moléculaire est 76,1.

3 SPÉCIFICATIONS

3.1 Titre

Le titre, déterminé selon la méthode décrite en 4.1 et exprimé en NH_4CNS , doit être supérieur ou égal à 97,0 % (*m/m*).

3.2 Aspect de la solution

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

3.3 Valeur du pH

Le pH d'une solution aqueuse à 50 g/l, déterminé selon la méthode décrite en 4.3, doit être compris entre 4,5 et 6,0 à 20 °C.

3.4 Teneur en chlorures

La teneur en chlorures, exprimée en chlorure d'ammonium (NH_4Cl), ne doit pas être supérieure à 0,1 % (*m/m*).

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

3.5 Teneur en sulfates

La teneur en sulfates, exprimée en sulfate d'ammonium [$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$], ne doit pas être supérieure à 0,06 % (*m/m*).

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

3.6 Résidu après calcination

Le résidu après calcination, déterminé selon la méthode décrite en 4.6, ne doit pas être supérieur à 0,10 % (*m/m*).

3.7 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 4.7; la coloration obtenue dans la solution d'essai ne doit pas être supérieure à celle obtenue dans la solution témoin.

3.8 Teneur en fer

La teneur en fer, exprimée en fer (Fe), ne doit pas être supérieure à 5 mg/kg.

La conformité à cette spécification doit être contrôlée par l'essai limite décrit en 4.8; la coloration obtenue dans la solution d'essai ne doit pas être supérieure à celle obtenue dans la solution témoin.

3.9 Teneur en composés soufrés précipitables par le nitrate d'argent ammoniacal

La teneur en composés soufrés précipitables par le nitrate d'argent ammoniacal, exprimée en soufre (S), ne doit pas être supérieure à 50 mg/kg.

La conformité à cette spécification doit être contrôlée par l'essai limite décrit en 4.9; 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.

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

4.1 Détermination du titre

4.1.1 Réactifs

4.1.1.1 **Acide nitrique**, solution diluée (1 + 9).

4.1.1.2 **Sulfate double d'ammonium et de fer(III)**, solution à 50 g/l.

4.1.1.3 **Nitrate d'argent**, solution titrée 0,1 M.

4.1.1.4 **Thiocyanate d'ammonium**, solution titrée 0,1 M.

4.1.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

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

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

4.1.3 Mode opératoire

Peser, à 0,001 g près, 0,3 g environ de l'échantillon pour laboratoire et dissoudre cette prise d'essai dans 50 ml d'eau. Ajouter 5 ml de la solution d'acide nitrique (4.1.1.1) puis 50,00 ml de la solution de nitrate d'argent (4.1.1.3) à l'aide de la pipette (4.1.2.2). Agiter soigneusement, ajouter 2 ml de la solution de sulfate double d'ammonium et de fer(III) (4.1.1.2) et titrer l'excès de nitrate d'argent avec la solution de thiocyanate d'ammonium (4.1.1.4).

4.1.4 Expression des résultats

Le titre, exprimé en pourcentage en masse de thiocyanate d'ammonium (NH₄CNS), est donné par la formule

$$\frac{7,61 (50 T_1 - VT_2)}{m}$$

où

V est le volume, en millilitres, de la solution de thiocyanate d'ammonium (4.1.1.4) utilisé pour le titrage;

T_1 est la molarité exacte de la solution de nitrate d'argent (4.1.1.3);

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

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

4.2 Contrôle de l'aspect de la solution

Préparer une solution à 100 g/l de l'échantillon pour laboratoire et contrôler la limpidité et l'absence de sédiments.

4.3 Détermination de la valeur du pH

4.3.1 Appareillage

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

4.3.2 Mode opératoire

Peser, à 0,1 g près, 5 g environ de l'échantillon pour laboratoire, dissoudre cette prise d'essai dans 80 ml environ d'eau préalablement bouillie et diluer à 100 ml. Déterminer le pH de cette solution à 20 °C en utilisant le pH-mètre conformément aux instructions du fabricant.

4.4 Contrôle de la teneur limite en chlorures

4.4.1 Réactifs

4.4.1.1 **Hydroxyde de sodium**, solide.

4.4.1.2 **Acide nitrique**, solution diluée (1 + 9).

4.4.1.3 **Peroxyde d'hydrogène**, solution à 67 g/l environ.

Diluer à (1 + 4) une «solution de peroxyde d'hydrogène à 30 %».

4.4.1.4 **Chlorure**, solution étalon.

Dissoudre 0,01 g de chlorure d'ammonium dans 1 000 ml de la solution d'acide nitrique (4.4.1.2).

4.4.1.5 **Nitrate d'argent**, solution à 100 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

Peser, à 0,1 g près, 1 g environ de l'échantillon pour laboratoire et dissoudre cette prise d'essai dans 30 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène (4.4.1.3) dans une fiole conique. Ajouter 1 g de l'hydroxyde de sodium (4.4.1.1) et faire tourner la fiole jusqu'à ce que la réaction vigoureuse ait cessé. Ajouter alors 30 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène (4.4.1.3) et faire bouillir durant 2 min. Refroidir et diluer à 100 ml avec de l'eau.

Introduire des parties aliquotes de 10 ml de cette solution d'essai et de la solution étalon de chlorure (4.4.1.4) dans chacun des deux tubes de Nessler (4.4.2.1) et traiter chaque solution de la manière suivante. Ajouter 10 ml de la solution d'acide nitrique (4.4.1.2), diluer à 50 ml, puis ajouter 1 ml de la solution de nitrate d'argent (4.4.1.5) et homogénéiser.

Comparer, dans les tubes de Nessler, les turbidités obtenues, après 5 min, dans la solution d'essai et dans la solution témoin.

4.5 Contrôle de la teneur limite en sulfates

4.5.1 Réactifs

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

4.5.1.2 Chlorure de baryum, solution.

Dissoudre 100 g de chlorure de baryum dihydraté (BaCl₂·2H₂O) dans 1 000 ml d'eau.

4.5.1.3 Sulfate, solution étalon.

Dissoudre un sel soluble de sulfate dans l'eau afin d'obtenir une solution contenant 100 mg de sulfate (SO₄²⁻) par 1 000 ml.

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

Peser, à 0,1 g près, 0,9 g de l'échantillon pour laboratoire et dissoudre cette prise d'essai dans 30 ml d'eau, dans l'un des tubes de Nessler (4.5.2.1). Introduire 4 ml de la solution étalon de sulfate (4.5.1.3) dans l'autre tube de Nessler. Ajouter 0,5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.5.1.1) et 1 ml de la solution de chlorure de baryum (4.5.1.2) à chaque solution, diluer à 50 ml, homogénéiser et laisser reposer 15 min.

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

4.6 Détermination du résidu après calcination

4.6.1 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.6.1.1 Creuset en platine.

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

4.6.2 Mode opératoire

Peser, à 0,1 g près, 5 g environ de l'échantillon pour laboratoire dans le creuset (4.6.1.1) préalablement taré. Chauffer à 300 °C sous une hotte jusqu'à ce que la volatilisation soit achevée, puis calciner le résidu dans le four à moufle (4.6.1.2), maintenu à 600 ± 50 °C, durant 4 h. Laisser refroidir dans un dessiccateur et peser le creuset et son contenu à 1 mg près.

4.6.3 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.

4.7 Contrôle de la teneur limite en métaux lourds

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 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.

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

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

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

Peser, à 0,05 g près, 2 g environ de l'échantillon pour laboratoire et dissoudre cette prise d'essai dans 20 ml d'eau, dans l'un des tubes de Nessler (4.7.2.1). Introduire 4 ml de la solution étalon de métaux lourds (4.7.1.3) dans l'autre tube de Nessler. Ajouter 1 goutte de la solution de p-nitrophénol (4.7.1.5) à chaque solution, puis, goutte à goutte, la solution d'hydroxyde d'ammonium (4.7.1.2) jusqu'à ce que les solutions virent au jaune. Ajouter, goutte à goutte, la solution d'acide chlorhydrique (4.7.1.1) jusqu'à ce que les solutions deviennent incolores, puis en ajouter un excès de 0,5 ml. Enfin, ajouter 5 ml de l'eau saturée de sulfure d'hydrogène (4.7.1.4), 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.

4.8 Contrôle de la teneur limite en fer**4.8.1 Réactifs****4.8.1.1 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.

4.8.1.2 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.

4.8.1.3 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 (4.8.1.1).

4.8.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et

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

Peser, à 0,1 g près, 10 g environ de l'échantillon pour laboratoire et dissoudre cette prise d'essai dans 20 ml d'eau, dans l'un des tubes de Nessler (4.8.2.1). Introduire 5 ml de la solution étalon de fer (4.8.1.2) dans l'autre tube de Nessler. Ajouter 10 ml de la solution réactive de phénanthroline-1,10 (4.8.1.3) à chaque solution, 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.

4.9 Contrôle de la teneur limite en composés soufrés précipitables par le nitrate d'argent ammoniacal**4.9.1 Réactifs****4.9.1.1 Hydroxyde d'ammonium, solution ρ 0,91 g/ml environ.****4.9.1.2 Sulfure de sodium nonahydraté, solution à 10 g/l.****4.9.1.3 Nitrate d'argent, solution à 100 g/l.****4.9.1.4 Nitrate d'argent, solution titrée 0,001 M.****4.9.2 Appareillage**

Matériel courant de laboratoire, et

4.9.2.1 Deux tubes de Nessler, identiques, de capacité 50 ml.**4.9.3 Mode opératoire**

Peser, à 0,01 g près, 1 g environ de l'échantillon pour laboratoire et dissoudre cette prise d'essai dans 25 ml d'eau. Ajouter cette solution à un mélange constitué par 20 ml de la solution d'hydroxyde d'ammonium (4.9.1.1) et 2 ml de la solution de nitrate d'argent (4.9.1.3). Préparer une solution témoin en ajoutant quelques gouttes de la solution de sulfure de sodium (4.9.1.2) à un mélange constitué par 30 ml d'eau, 20 ml de la solution d'hydroxyde d'ammonium et 3 ml de la solution de nitrate d'argent (4.9.1.4). Chauffer ces deux solutions sur un bain d'eau bouillante durant 15 min, refroidir, transvaser dans les tubes de Nessler (4.9.2.1) et diluer à 50 ml.

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

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3622:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8b4d44ce-5287-4d59-bd2a-61834f002d6a/iso-3622-1976>