

NORME INTERNATIONALE 3943

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

Acétate de sodium anhydre de qualité photographique — Spécifications

Photographic grade sodium acetate, anhydrous — Specification

Première édition — 1976-10-15

CDU 771.4 : 661.833.712.004.11

Réf. n° : ISO 3943-1976 (F)

Descripteurs : produit photographique, acétate de sodium, spécification de matière.

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 3943 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 42, *Photographie*, et a été soumise aux Comités Membres en août 1975.

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

Afrique du Sud, Rép. d'	Espagne	Suède
Allemagne	France	Suisse
Australie	Italie	Turquie
Autriche	Mexique	U.R.S.S.
Belgique	Pologne	U.S.A.
Canada	Roumanie	
Corée, Rép. dém. p. de	Royaume-Uni	

Le Comité Membre du pays suivant a désapprouvé le document pour des raisons techniques :

Japon

Acétate de sodium anhydre 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'acétate de sodium anhydre de qualité photographique.

2 DÉFINITION DU PRODUIT

L'acétate de sodium anhydre se présente sous la forme d'une poudre blanche ou de flocons gris-blanc. Sa formule chimique est $\text{NaC}_2\text{H}_3\text{O}_2$ et sa masse moléculaire relative est 82,0.

3 SPÉCIFICATIONS

3.1 Titre

Le titre, déterminé selon la méthode décrite en 4.1 et exprimé en $\text{NaC}_2\text{H}_3\text{O}_2$, doit être supérieur ou égal à 98,5 % (m/m).

3.2 Aspect de la solution

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

3.3 Teneur en halogénures

La teneur en halogénures, exprimée en chlorure de sodium (NaCl), ne doit pas être supérieure à 0,3 % (m/m).

La conformité à cette spécification doit être contrôlée par l'essai limite décrit en 4.3; la turbidité obtenue dans la solution d'essai ne doit pas être supérieure à celle obtenue dans la solution témoin.

3.4 Acidité

L'acidité, exprimée en acide acétique ($\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$), déterminée selon la méthode décrite en 4.4, ne doit pas être supérieure à 1,0 % (m/m).

3.5 Alcalinité libre

L'alcalinité libre, exprimée en hydroxyde de sodium (NaOH), déterminée selon la méthode décrite en 4.5, ne doit pas être supérieure à 0,04 % (m/m).

3.6 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 4.6, ne doit pas être supérieure à 0,5 % (m/m).

3.7 Teneur en métaux lourds

La teneur en métaux lourds, exprimée en plomb (Pb), 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 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 4.8; 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 par d'autres moyens.

4.1 Détermination du titre

4.1.1 Réactifs

4.1.1.1 Acide perchlorique acétique, solution titrée 0,1 M environ.

Ajouter 10 ml de solution d'acide perchlorique à 70-72 % (m/m) à 900 ml environ d'acide acétique, dans une fiole de 1 l, en agitant constamment.

ATTENTION : Les solutions concentrées d'acide perchlorique sont des oxydants puissants et des explosions peuvent se produire au contact de certains produits organiques.

Ajouter 25 ml d'anhydride acétique et diluer à 1 000 ml avec de l'acide acétique. Laisser reposer durant 24 h.

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

Étalonner au potentiomètre en comparant avec un échantillon étalonné de phtalate d'hydrogène-potassium, en utilisant une électrode en verre et une électrode au calomel. (Les températures du titrant lors de l'étalonnage et du titrage ne doivent pas différer l'une de l'autre de plus de 0,5 °C.)

4.1.1.2 Acétone, séchée sur du chlorure de calcium.

4.1.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.1.2.1 Potentiomètre/pH-mètre, muni d'électrodes en verre et au calomel.

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, 0,25 g environ de l'échantillon pour laboratoire. Transférer cette prise d'essai dans un bécher sec de 250 ml et ajouter 10 ml d'acide acétique. Dissoudre la prise d'essai, puis ajouter 90 ml de l'acétone sec (4.1.1.2). Titrer au potentiomètre avec la solution d'acide perchlorique acétique 0,1 M, comme lors de l'étalonnage (4.1.1.1). Lorsque le virage est proche, ajouter du titrant en portions de 0,1 ml.

NOTE — Ne pas ajouter d'acide acétique pour rincer, etc.

4.1.4 Expression des résultats

Le titre, exprimé en pourcentage en masse d'acétate de sodium anhydre ($\text{NaC}_2\text{H}_3\text{O}_2$), est donné par la formule :

$$\frac{8,20 VT}{m}$$

où

V est le volume, en millilitres, de la solution d'acide perchlorique acétique (4.1.1.1), utilisé pour le titrage;

T est la molarité exacte de la solution d'acide perchlorique acétique (4.1.1.1);

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

4.2 Contrôle de l'aspect de la solution

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

4.3 Contrôle de la teneur limite en halogénures

4.3.1 Réactifs

4.3.1.1 Acide nitrique, solution diluée (1 + 9).

4.3.1.2 Nitrate d'argent, solution à 100 g/l.

4.3.1.3 Chlorure, solution étalon.

Dissoudre 20 mg de chlorure de sodium dans 1 000 ml d'eau.

4.3.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.3.2.1 Fiole jaugée à un trait, de capacité 100 ml, conforme à l'ISO 1042, classe A.

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

4.3.3 Mode opératoire

Peser, à 0,1 g près, 1 g de l'échantillon pour laboratoire; dissoudre cette prise d'essai dans de l'eau et compléter à 100 ml dans la fiole jaugée (4.3.2.1). Prélever une partie aliquote de 10 ml et ajouter 5 ml de la solution d'acide nitrique (4.3.1.1), puis ajouter 1 ml de la solution de nitrate d'argent (4.3.1.2), diluer à 50 ml et homogénéiser. Traiter 5 ml de la solution étalon de chlorure (4.3.1.3) de la même manière et comparer, dans les tubes de Nessler (4.3.2.2), les turbidités obtenues dans la solution d'essai et dans la solution témoin.

4.4 Détermination de l'acidité

4.4.1 Réactifs

4.4.1.1 Hydroxyde de sodium, solution titrée 1 M environ.

4.4.1.2 Phénolphthaléine (indicateur), solution éthanolique aqueuse à 5 g/l.

Dissoudre 5 g de phénolphthaléine dans 500 ml d'éthanol et ajouter 500 ml d'eau, en agitant constamment. Filtrer si nécessaire.

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.

4.4.3 Mode opératoire

Peser, à 0,1 g près, 3 g de l'échantillon pour laboratoire et dissoudre cette prise d'essai dans 50 ml d'eau exempte de dioxyde de carbone. Ajouter 3 gouttes de la solution de phénolphthaléine (4.4.1.2). Si aucune coloration rose n'apparaît, titrer avec la solution d'hydroxyde de sodium 1 M (4.4.1.1), jusqu'à l'apparition d'une faible coloration rose. Si une coloration rose était présente à l'origine, poursuivre directement comme indiqué en 4.5.

4.4.4 *Expression des résultats*

L'acidité, exprimée en pourcentage en masse d'acide acétique ($C_2H_4O_2$), est donnée par la formule :

$$\frac{6,0 VT}{m}$$

où

V est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de sodium (4.4.1.1), utilisé pour le titrage;

T est la molarité exacte de la solution d'hydroxyde de sodium (4.4.1.1);

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

4.5 **Contrôle de l'alcalinité libre**

4.5.1 *Réactif*

4.5.1.1 **Acide chlorhydrique**, solution titrée 0,1 M environ.

4.5.2 *Appareillage*

Matériel courant de laboratoire, et

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

4.5.3 *Mode opératoire*

Si la solution présente une coloration rose après l'adjonction de l'indicateur en 4.4.3, titrer avec la solution d'acide chlorhydrique (4.5.1.1), jusqu'à disparition de la coloration rose. Si la solution n'était pas rose à l'origine, l'alcalinité libre est nulle.

4.5.4 *Expression des résultats*

L'alcalinité libre, exprimée en pourcentage en masse d'hydroxyde de sodium (NaOH), est donnée par la formule :

$$\frac{4,0 VT}{m}$$

où

V est le volume, en millilitres, de la solution d'acide chlorhydrique (4.5.1.1), utilisé pour le titrage;

T est la molarité exacte de la solution d'acide chlorhydrique (4.5.1.1);

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

4.6 **Détermination de la teneur en calcium, magnésium et autres matières insolubles dans l'hydroxyde d'ammonium**

4.6.1 *Réactifs*

4.6.1.1 **Oxalate d'ammonium**, solution à 40 g/l.

4.6.1.2 **Monohydrogéo-orthophosphate d'ammonium**, solution à 100 g/l.

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

4.6.1.4 **Hydroxyde d'ammonium**, solution diluée (1 + 39).

4.6.2 *Appareillage*

Matériel courant de laboratoire, et

4.6.2.1 **Creuset**

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

4.6.3 *Mode opératoire*

Peser, à 0,1 g près, 10 g environ de l'échantillon pour laboratoire et dissoudre cette prise d'essai dans 75 ml d'eau. Ajouter 10 ml de la solution d'oxalate d'ammonium (4.6.1.1) et 4 ml de la solution de monohydrogéo-orthophosphate d'ammonium (4.6.1.2), puis 20 ml de la solution d'hydroxyde d'ammonium (4.6.1.3). Laisser reposer la nuit durant. Si un précipité s'est formé, le filtrer à travers un papier filtre exempt de cendre et le laver avec la solution d'hydroxyde d'ammonium (4.6.1.4). Transférer le papier filtre et le précipité dans le creuset (4.6.2.1) préalablement taré, sécher et calciner le résidu dans le four (4.6.2.2), maintenu à 600 ± 50 °C, durant 4 h. Laisser refroidir dans un dessiccateur et peser le creuset et son contenu à 1 mg près.

4.6.4 *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.

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

4.7.1 *Réactifs*

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

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

4.7.1.3 Hydroxyde d'ammonium, solution titrée (1 + 9).

4.7.1.4 Métaux lourds, solution étalon.

Dissoudre un sel de plomb soluble dans l'eau, afin d'obtenir une solution contenant 10 mg de plomb par 1 000 ml.

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

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

4.7.3 Mode opératoire

Peser, à 0,1 g près, 5 g environ de l'échantillon pour laboratoire et dissoudre cette prise d'essai dans 25 ml d'eau. Prélever également 25 ml de la solution étalon de métaux lourds (4.7.1.4) et traiter les deux solutions comme suit. Ajouter 15 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.7.1.1) et évaporer à siccité sur un bain de vapeur. Reprendre le résidu par 25 ml d'eau. À chaque solution, ajouter 2 gouttes de la solution de *p*-nitrophénol (4.7.1.6), puis ajouter la solution d'hydroxyde d'ammonium (4.7.1.3), goutte à goutte, jusqu'à ce que les solutions virent au jaune. Ajouter la solution d'acide chlorhydrique diluée (4.7.1.2), jusqu'à ce que les solutions deviennent incolores, puis ajouter 2,5 ml en excès. Chauffer durant 10 min sur un bain de vapeur, refroidir et diluer à 50 ml avec de l'eau. Traiter une partie aliquote de 20 ml de chaque solution dans les tubes de Nessler (4.7.2.1), en conservant le reste de la solution d'essai pour l'essai de contrôle de la teneur en fer en 4.8.3. Ajouter à chaque solution 5 ml de l'eau saturée de sulfure d'hydrogène (4.7.1.5), diluer à 50 ml et homogénéiser.

4.8 Contrôle de la teneur limite en fer

4.8.1 Réactifs

Réactifs spécifiés en 4.7.1, et

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 $5,0 \pm 0,1$, 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 de fer(III) soluble 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

Prélever 25 ml de la solution étalon de fer (4.8.1.2) et traiter de la même manière que la solution étalon de métaux lourds en 4.7.3, jusqu'à l'opération de dilution à 50 ml. Transférer 20 ml de cette solution dans l'un des tubes de Nessler (4.8.2.1) et 20 ml de la solution d'essai conservée après 4.7.3 dans l'autre tube de Nessler. Ajouter 5 ml de la solution réactive de phénanthroline-1,10 (4.8.1.3) dans chaque tube, homogénéiser et laisser reposer durant 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.