
**Dosage du platine dans les alliages de
platine pour la bijouterie-joaillerie —
Méthode gravimétrique après précipitation
de l'hexachloroplatinate de diammonium**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Determination of platinum in platinum jewellery alloys — Gravimetric
method after precipitation of diammonium hexachloroplatinate*

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/75786f45-5ea6-462a-84a0-
d00a3fb2cdb6/iso-11210-1995](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/75786f45-5ea6-462a-84a0-d00a3fb2cdb6/iso-11210-1995)



Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 11210 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 174, *Joaillerie, bijouterie*.

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

FOR STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11210:1995

<https://standards.iteh.ai/en/standards/iso-11210-1995/7579565-5ca6-462a-84a0-d00a3fb2cdb6/iso-11210-1995>

© ISO 1995

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Dosage du platine dans les alliages de platine pour la bijouterie-joaillerie — Méthode gravimétrique après précipitation de l'hexachloroplatinate de diammonium

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode gravimétrique de dosage du platine dans les alliages de platine utilisés en bijouterie-joaillerie, de titres compris, de préférence, dans les limites indiquées dans l'ISO 9202.

Ces alliages peuvent contenir du palladium, de l'iridium, de l'or, du rhodium, du cuivre, du cobalt, du ruthénium, du gallium, du chrome, de l'indium et moins de 5 % de tungstène. Des modifications sont indiquées en cas de présence de palladium, d'or, de ruthénium, d'iridium ou de rhodium.

2 Référence normative

La norme suivante contient des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, l'édition indiquée était en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer l'édition la plus récente de la norme indiquée ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 9202:1991, *Joaillerie — Titre des alliages de métaux précieux.*

3 Principe

L'échantillon est dissous dans l'eau régale. Après avoir traité la solution d'échantillon de façon à être en milieu légèrement acide, le platine est précipité sous

forme d'hexachloroplatinate de diammonium. Le précipité est converti en platine métallique. Les éléments d'alliage coprecipités sont recherchés dans la mousse de platine après mise en solution de celle-ci et dosés au moyen de méthodes telles que l'absorption atomique ou la spectrométrie d'émission plasma à couplage inductif, afin d'appliquer une correction.

4 Réactifs

Sauf spécification contraire, n'utiliser au cours de l'analyse que des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

4.1 Acide chlorhydrique, à 36 % (m/m) jusqu'à 38 % (m/m), $\rho_{20} = 1,19 \text{ g/cm}^3$.

4.2 Acide chlorhydrique dilué, à 18 % (m/m), $\rho_{20} = 1,09 \text{ g/cm}^3$.

4.3 Acide nitrique, à 69 % (m/m), $\rho_{20} = 1,41 \text{ g/cm}^3$.

4.4 Chlorure d'ammonium (NH_4Cl), solution saturée à froid.

4.5 Gaz réducteur, tel que l'hydrogène ou un mélange hydrogène/azote.

4.6 Gaz inerte, tel que le dioxyde de carbone ou l'azote.

4.7 Eau régale.

Mélanger 3 volumes d'acide chlorhydrique (4.1) et 1 volume d'acide nitrique (4.3).

AVERTISSEMENT — Le contact avec l'eau régale pouvant être dangereux, des lunettes ou verres de protection doivent être utilisés. La dissolution doit être effectuée dans une sorbonne bien ventilée.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Dispositif de réduction, voir figure A.1 dans l'annexe A.

5.2 Spectromètre d'absorption atomique ou spectromètre d'émission plasma à couplage inductif, capable de mesurer des quantités de métal à l'état de traces.

5.3 Four à moufle, pouvant atteindre une température minimale de 1 000 °C.

5.4 Papier filtre sans cendre, pouvant retenir des particules de 3 µm.

6 Échantillonnage

La procédure d'échantillonnage des alliages de platine pour la bijouterie-joaillerie doit faire l'objet d'un accord jusqu'à publication d'une méthode normalisée correspondante.

7 Mode opératoire

7.1 Alliages de platine pour la bijouterie-joaillerie, ne contenant pas plus de 5 % d'iridium, de rhodium, de ruthénium ou de tungstène

Peser l'échantillon contenant environ 250 mg à 300 mg de platine à 0,01 mg près et le transférer dans un bécher en verre de 100 ml. Mettre l'échantillon en solution avec 20 ml d'eau régale (4.7) dans le bécher en verre recouvert d'un verre de montre, en chauffant doucement.

En fin d'attaque, tout résidu insoluble doit être filtré et sa composition établie pour corriger, si nécessaire, les résultats.

Faire évaporer la solution cinq fois sans laisser aller à sec le résidu et sans dépasser une température de 90 °C, en ajoutant chaque fois 2 ml d'acide chlorhydrique dilué (4.2) avant chaque évaporation.

Si cette température est dépassée, le platine peut être réduit à l'état de Pt(II) ou même Pt(I) et il peut

être nécessaire de réoxyder avec environ 0,1 ml d'acide nitrique (4.3). Après la dernière évaporation, dissoudre le sel de platine encore humide dans 1 ml d'acide chlorhydrique dilué (4.2) et ajouter 4 ml d'eau. Ajouter à cette solution claire 40 ml de la solution de chlorure d'ammonium saturée (4.4) à 85 °C ± 5 °C. Le platine est précipité sous forme de $(\text{NH}_4)_2\text{PtCl}_6$ jaune. La solution contenant $(\text{NH}_4)_2\text{PtCl}_6$ précipité est ensuite évaporée presque jusqu'à siccité à cette température. Continuer à chauffer lentement jusqu'à l'arrêt de l'émission de vapeurs d'acide chlorhydrique. Laisser refroidir. En agitant, ajouter juste assez d'eau pour dissoudre les cristaux résiduels de chlorure d'ammonium.

Filtrer immédiatement le précipité de $(\text{NH}_4)_2\text{PtCl}_6$ sur un papier filtre (5.4) préalablement humidifié avec une solution de chlorure d'ammonium (4.4). Rincer abondamment le précipité avec la solution d'ammonium. Essuyer le bécher en verre et le verre de montre au moyen d'un second papier filtre. Vérifier le filtrat pour y détecter toute trace résiduelle de platine, au moyen d'une méthode adéquate, comme l'absorption atomique ou la spectrométrie d'émission plasma à couplage inductif, après décomposition du chlorure d'ammonium résiduel, puis corriger le résultat final en conséquence.

NOTE 1 La décomposition du chlorure d'ammonium se produit à 340 °C.

Le papier filtre contenant le précipité est plié dans le second papier filtre, transféré dans un creuset en porcelaine et couvert d'une fine couche (2 mm) de chlorure d'ammonium. Ce creuset est ensuite placé dans un creuset couvert. Sécher avec précaution le contenu des creusets sur une plaque chauffante graduellement réglable. En chauffant au départ à 50 °C à 70 °C et en augmentant progressivement la température jusqu'à atteindre 340 °C, tout le chlorure d'ammonium disparaît. Incinérer sans flamme le papier filtre (5.4) et le résidu de $(\text{NH}_4)_2\text{PtCl}_6$ à une température de 500 °C à 600 °C. Retirer enfin le couvercle du creuset et calciner dans un four à moufle (5.3) pendant 1 h à 3 h à une température de 900 °C à 1 000 °C. Afin d'assurer une décomposition parfaite, il peut être nécessaire de réduire en morceaux le solide contenu dans le creuset pendant la calcination.

Une absorption significative d'oxygène peut survenir pendant la calcination en cas de présence de palladium, d'iridium, de rhodium ou de cuivre dans la mousse de platine. Pour être sûr que la mousse ne contient que des éléments métalliques, effectuer une réduction à 600 °C à 700 °C pendant 10 min dans un dispositif de réduction (5.1), suivie d'un refroidissement sous gaz inerte (4.6).

Peser le platine métallique obtenu.

Doser les éléments copécipités au moyen d'un appareil adéquat, comme, par exemple, le spectromètre d'absorption atomique ou le spectromètre d'émission plasma à couplage inductif (5.2).

7.2 Alliages de platine pour la bijouterie-joaillerie, contenant plus de 5 % d'iridium, de rhodium ou de ruthénium, ou plus de 0,5 % d'or

Le mode opératoire décrit consiste à précipiter complètement le platine contenu dans l'échantillon. Cependant, dans certaines conditions, un peu de palladium peut précipiter sous forme de tetrachloropaladiate de diammonium $[(\text{NH}_4)_2\text{PdCl}_4]$ avec $(\text{NH}_4)_2\text{PtCl}_6$, et l'iridium, le rhodium et le ruthénium peuvent être copécipités. De plus, s'il est présent en quantités dépassant 5 millièmes, l'or peut précipiter sous forme de trichloroaurate de diammonium $[(\text{NH}_4)_2\text{AuCl}_3]$ avec du chlorure d'ammonium. Le cuivre a également tendance à précipiter lorsqu'il se trouve dans des solutions de chlorure d'ammonium à haute concentration.

La présence de ces impuretés dans l'échantillon final de platine pesé peut être identifiée après mise en solution dans 20 ml d'eau régale (4.7), en utilisant, par exemple, la spectroscopie d'absorption atomique.

En présence d'une quantité d'or supérieure à 0,5 % dans l'échantillon, l'or doit être séparé avant précipitation du platine. L'or est précipité par réduction à l'anhydride sulfureux dans une solution d'acide chlorhydrique après élimination de l'acide nitrique. Faire barboter l'anhydride sulfureux dans la solution jusqu'à la fin de la précipitation de l'or. Le précipité est ensuite filtré et pesé si nécessaire.

Si les alliages de platine contiennent plus de 10 % d'iridium ou de rhodium, ou plus de 5 % de ruthénium, la dissolution de l'échantillon dans l'eau régale (4.7) peut nécessiter un traitement dans un conteneur scellé sous pression.

Le ruthénium doit être éliminé de la solution obtenue avant l'étape de précipitation du platine par un barbotage de chlore dans la solution et une filtration du précipité.

8 Expression des résultats

8.1 Mode de calcul

8.1.1 Si la masse finale contient exclusivement du platine, calculer la teneur en platine, w_{Pt} , en millièmes (‰) (en masse), de l'alliage à l'aide de la formule suivante:

$$w_{\text{Pt}} = \frac{m_3 + m_2}{m_1} \times 10^3$$

où

m_1 est la masse de l'échantillon, en milligrammes;

m_2 est la masse du filtrat, en milligrammes;

m_3 est la masse finale, en milligrammes.

8.1.2 Si la masse finale contient d'autres éléments, calculer la teneur en platine, w_{Pt} , en millièmes (‰) (en masse), de l'alliage à l'aide de la formule suivante:

$$w_{\text{Pt}} = \frac{m_3 + m_2 + m_x}{m_1} \times 10^3$$

où m_x est la masse totale des autres éléments, en milligrammes.

8.2 Répétabilité

Des dosages en double doivent donner des résultats différant de moins de 3 millièmes (‰) (en masse) de platine. Si la différence est plus élevée, les essais doivent être répétés.

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- identification de l'échantillon, y compris sa source, sa date de réception, sa forme, etc.;
- mode d'échantillonnage;
- méthode utilisée avec référence à la présente Norme internationale;
- teneur en platine de l'échantillon, en millièmes (‰) (en masse), en valeur individuelle et en valeur moyenne;
- le cas échéant, tous écarts par rapport à la méthode prescrite dans la présente Norme internationale;

- f) tous faits inhabituels observés durant le dosage;
- g) date de l'essai;
- h) identification du laboratoire ayant effectué l'analyse;
- i) signatures du directeur du laboratoire et de l'opérateur.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11210:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/75786f45-5ea6-462a-84a0-d00a3fb2cdb6/iso-11210-1995>

Annexe A
(informative)

Dispositif de réduction conformément à Rose

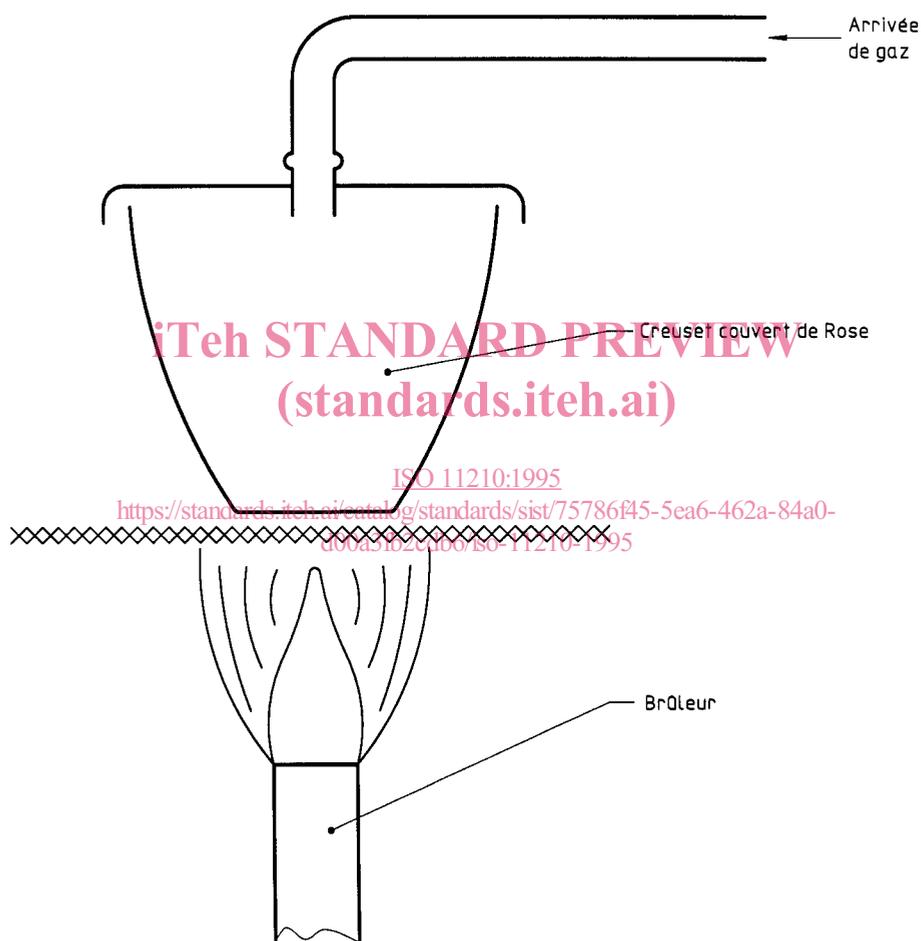


Figure A.1 — Dispositif de réduction

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11210:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/75786f45-5ea6-462a-84a0-d00a3fb2cdb6/iso-11210-1995>

ICS 39.060

Descripteurs: bijouterie-joaillerie, alliage de platine, analyse chimique, dosage, platine, méthode gravimétrique.

Prix basé sur 4 pages
