
**Dosage du platine dans les alliages de
platine pour la bijouterie-joaillerie —
Dosage gravimétrique par réduction au
chlorure de mercure(II)**
(standards.iteh.ai)

*Determination of platinum in platinum jewellery alloys — Gravimetric
determination by reduction with mercury(II) chloride*
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c065c960-aad9-4af7-877d-9e1a9ec8596c/iso-11489-1995>



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 11489 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.

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11489:1995

<https://international.org/catalogue/catalogue.htm?c10-aad9-4af7-877d-9e1a9ec8596c/iso-11489-1995>

© 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 — Dosage gravimétrique par réduction au chlorure de mercure(II)

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.

Le mode opératoire s'applique de manière spécifique aux alliages de platine contenant 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 de l'eau régale. Après élimination par évaporation de tous les nitrates, le résidu est dissous dans de l'acide chlorhydrique. Le platine est ensuite précipité par réduction avec du

chlorure de mercure(II). Le mercure est éliminé par calcination et le platine pesé. Si de l'or ou du palladium sont présents, ils seront également précipités au moyen de cette méthode de réduction. Leur teneur doit être déterminée séparément, par exemple, par absorption atomique ou par spectrométrie d'émission plasma à couplage inductif, et une correction est appliquée.

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 chlorhydrique dilué, à 8,5 % (m/m), $\rho_{20} = 1,04 \text{ g/cm}^3$.

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

4.5 Chlorure de mercure(II) (Hg_2Cl_2), en suspension.

Mettre en solution 200 g de nitrate de mercure(II) dihydraté [$\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$] dans 300 ml d'eau dans un bécher et ajouter environ 50 ml d'acide nitrique, juste assez pour s'assurer que le nitrate de mercure(II) initial est correctement dissous. Diluer la solution avec de l'eau, jusqu'à obtention d'un volume de 4 litres et ajouter 400 ml d'une solution de chlorure d'ammonium saturée à froid. Laisser reposer le précipité de chlorure de mercure(II), le décanter et le rincer environ

20 fois pour s'assurer qu'il ne contient pas de nitrate libre. Ajouter 2 litres d'eau et stocker dans un récipient fermé.

NOTE 1 Cette suspension est stable et peut être utilisée même après plusieurs mois de stockage.

4.6 Acide fluorhydrique,
à 40 % (m/m), $\rho_{20} = 1,13 \text{ g/cm}^3$.

4.7 Acide sulfurique dilué, à 50 % (m/m),
 $\rho_{20} = 1,42 \text{ g/cm}^3$.

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

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

4.10 Eau régale.

Mélanger 3 volume d'acide chlorhydrique (4.1) et 1 volume d'acide nitrique (4.4).

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 Capsules en platine, d'un volume de 10 ml.

5.3 Spectromètre d'absorption atomique ou spectromètre d'émission plasma à couplage inductif, ou autres moyens permettant de doser des traces de métaux.

5.4 Four à moufle, pouvant atteindre une température minimale de 900 °C.

5.5 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 ou de ruthénium

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. Mettre l'échantillon en solution avec 20 ml d'eau régale (4.10) 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.

Chauffer la solution sur une plaque chauffante et laisser évaporer à la limite de la siccité. Dissoudre le résidu de sel encore humide dans 10 ml d'acide chlorhydrique dilué (4.2) et laisser évaporer à la limite de la siccité. Répéter ce processus de dissolution dans l'acide chlorhydrique d'évaporation trois fois, en dissolvant finalement le résidu dans 10 ml d'acide chlorhydrique dilué (4.2), puis en diluant la solution avec de l'eau chaude pour obtenir un volume total de 300 ml.

Chauffer et maintenir à ébullition la solution en ajoutant après l'avoir agitée la suspension de chlorure de mercure(II), par fractions de 5 ml à 10 ml. Ajouter progressivement la suspension jusqu'à ce que le précipité vire du noir au gris suite à un excès de réactif. Laisser reposer le précipité pendant environ 15 min à une température supérieure à 85 °C et filtrer sur un papier filtre double (5.5). Rincer abondamment le précipité et le bécher avec de l'acide chlorhydrique dilué (4.3). Conserver le filtrat pour vérifier la présence de platine par un moyen approprié et, si on en détecte, appliquer une correction.

Plier le papier filtre contenant le précipité, le placer dans un creuset en porcelaine vitrifiée préalablement pesé et sécher à 120 °C sous courant d'air. Augmenter progressivement la température jusqu'à 400 °C sur 30 min environ. Il est important de contrôler la vitesse de chauffage jusqu'à 400 °C, car une distillation rapide du mercure peut entraîner des pertes de platine.

Lorsque la température de 400 °C est atteinte, le creuset et son contenu peuvent être chauffés à 900 °C pendant 60 min dans un four à moufle (5.4) afin de calciner le précipité.

AVERTISSEMENT — Les risques pour la santé dus à l'inhalation des vapeurs de mercure entraînent la nécessité de s'assurer que toutes les précautions ont été prises afin d'éviter leur présence dans l'atmosphère.

Faire refroidir le creuset qui contient maintenant la mousse de platine. En présence de palladium, la mousse absorbe de l'oxygène. Par conséquent, il faut la chauffer en présence d'un gaz réducteur (4.8) dans un dispositif de réduction (5.1) et la refroidir sous atmosphère de gaz inerte (4.9). Une pesée de vérification peut être effectuée à ce stade afin de confirmer que la teneur en platine s'approche de celle prévue.

Transférer la mousse dans une capsule en platine et la purifier en l'humectant d'une petite quantité d'acide fluorhydrique (4.6) et de trois gouttes d'acide sulfurique dilué (4.7). Chauffer jusqu'à formation de fumée puis laisser refroidir, ajouter une petite quantité d'eau chaude, filtrer et rincer au moyen d'acide chlorhydrique dilué chaud (4.3). Incinérer le filtre et la mousse dans un creuset en porcelaine, et calciner à 700 °C dans un four à moufle (5.4). La mousse doit encore passer dans le dispositif de réduction (5.1) et être refroidie sous atmosphère de gaz inerte (4.9) avant d'être finalement pesée.

La présence éventuelle d'or ou de palladium dans la mousse est ensuite déterminée par des moyens adéquats, tels que l'absorption atomique ou la spectrométrie d'émission plasma à couplage inductif, et une correction est ensuite appliquée. Il est également possible que de l'iridium, du rhodium ou du ruthénium soient encore présents dans la mousse finale. Il est recommandé de vérifier leur présence dans la mousse par des méthodes adéquates, comme l'absorption atomique ou la spectrométrie d'émission plasma à couplage inductif. Si leur présence est détectée, une correction doit être appliquée.

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

Suivre le même mode opératoire que celui décrit en 7.1. Utiliser, toutefois, pour la mise en solution une méthode sous pression.

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:

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

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:

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

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 11489:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c065c960-aad9-4af7-877d-9e1a9ec8596c/iso-11489-1995>

Annexe A (informative)

Dispositif de réduction conformément à Rose

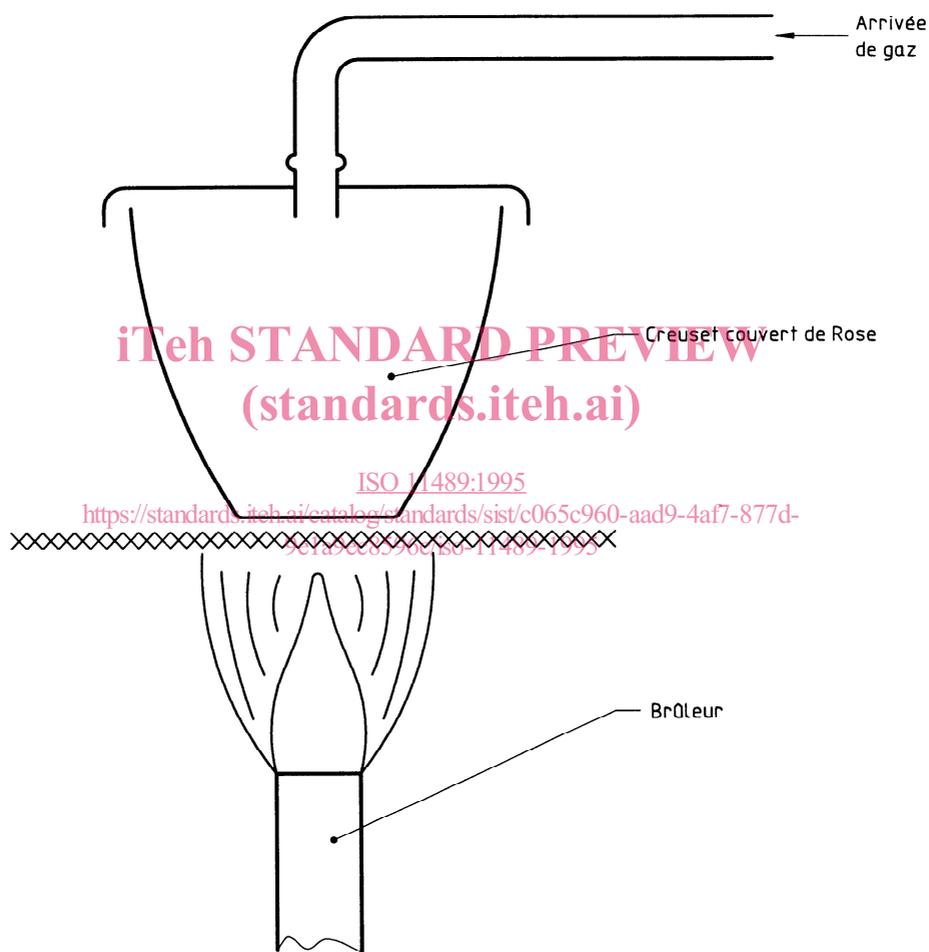


Figure A.1 — Dispositif de réduction

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11489:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c065c960-aad9-4af7-877d-9e1a9ec8596c/iso-11489-1995>

ICS 39.060

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

Prix basé sur 4 pages
