

NORME
INTERNATIONALE

ISO
11490

Première édition
1995-05-01

**Dosage du palladium dans les alliages de
palladium pour la bijouterie-joaillerie —
Dosage gravimétrique par la
diméthylglyoxime**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Determination of palladium in palladium jewellery alloys — Gravimetric
determination with dimethylglyoxime*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f3a25c66-0a59-4c5f-a0ba-6913d0d949fe/iso-11490-1995>



Numéro de référence
ISO 11490:1995(F)

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 11490 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 174, *Joellerie, bijouterie*.

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

PDF STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11490:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/85c16-0a59-4c5f-a0ba-6913d0d949fe/iso-11490-1995>

© 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 palladium dans les alliages de palladium pour la bijouterie-joaillerie — Dosage gravimétrique par la diméthylglyoxime

1 Domaine d'application

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

Ces alliages peuvent contenir de l'argent, de l'indium, du gallium, du cuivre, du cobalt, du nickel, de l'étain et du ruthénium. Les éléments coprecipités doivent être dosés au moyen d'une méthode adéquate et une correction doit être appliquée.

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. Le palladium est précipité par la diméthylglyoxime. S'il est présent, l'argent est séparé sous forme de chlorure d'argent. Le composé de diméthylglyoxime de palladium est converti en palladium métallique par calcination et ce dernier est ensuite dosé par gravimétrie.

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

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

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

4.4 Diméthylglyoxime, solution.

Dissoudre 10 g de diméthylglyoxime dans 1 litre d'éthanol.

4.5 Chlorure d'ammonium.

4.6 Acide nitrique dilué, à 1,39 % (m/m), $\rho_{20} = 1,00 \text{ g/cm}^3$.

Ajouter avec précaution 10 ml d'acide nitrique (4.1) à 1 000 ml d'eau et mélanger.

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

4.8 Acide sulfurique dilué, à 49 % (m/m), $\rho_{20} = 1,4 \text{ g/cm}^3$.

Ajouter avec précaution 100 ml d'acide sulfurique [à 98 % (m/m), $\rho_{20} = 1,86 \text{ g/cm}^3$] à 100 ml d'eau et mélanger.

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

4.10 Gaz inerte sous pression, tel que le dioxyde de carbone ou l'azote sont couramment utilisés.

4.11 Eau régale.

Mélanger 3 volumes d'acide chlorhydrique (4.2) et 1 volume d'acide nitrique (4.1).

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 tout autre moyen 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 d'une taille supérieure à 3 µm.

6 Échantillonnage

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

Lorsque les articles sont revêtus, des précautions appropriées faisant l'objet d'un accord doivent être prises pour exclure le revêtement du dosage.

7 Mode opératoire

7.1 Réduire l'épaisseur de l'échantillon jusqu'à ce qu'elle soit inférieure à 0,5 mm et peser à 0,01 mg près un échantillon représentatif contenant 150 mg à

200 mg de palladium. Transférer l'échantillon dans un bécher de forme haute de 800 ml. Ajouter 10 ml d'acide nitrique (4.1) et chauffer à une température de 70 °C à 80 °C pendant 20 min dans le bécher couvert de verre de montre avant d'ajouter 30 ml d'acide chlorhydrique (4.2) pour achever la mise en solution.

7.2 Si du chlorure d'argent insoluble se forme, le briser au moyen d'un agitateur en verre afin de s'assurer que tout le métal est dissous.

7.3 Retirer le verre de montre et laisser évaporer doucement jusqu'à siccité. Dissoudre le résidu avec 10 ml d'acide chlorhydrique (4.2) et diluer à 100 ml environ.

7.4 Si un précipité se forme, le laisser reposer pendant environ 12 h dans un lieu sombre. Filtrer et rincer avec de l'acide nitrique dilué (4.6). Conserver le précipité pour le dosage des traces de palladium au moyen d'un dispositif adéquat (5.3).

7.5 Ajouter à la solution claire de 7.3 (ou au filtrat et aux produits de lavage de 7.4) 20 ml d'acide chlorhydrique, diluer à 400 ml environ, faire refroidir à 15 °C et ajouter une solution de diméthylglyoxime par fractions de 5 ml jusqu'à un total de 30 ml par 100 mg de palladium prévus.

7.6 Laisser reposer pendant 1 h, filtrer et rincer avec une solution de diméthylglyoxime (4.4) diluée 10 fois avec de l'eau. Conserver le filtrat et les produits de lavage rassemblés pour doser le palladium avec un dispositif adéquat (5.3) et effectuer une correction, si nécessaire.

7.7 Transférer le précipité et le filtre dans un creuset en porcelaine taré. Aplatir légèrement le filtre et sécher dans une étuve à 110 °C à 120 °C pendant 3 h. Couvrir avec une couche de chlorure d'ammonium (4.5) d'environ 3 mm d'épaisseur (environ 4 g pour un creuset de 40 mm de diamètre), afin d'éviter toute perte de palladium pendant la calcination.

7.8 Chauffer doucement le creuset (pendant environ 40 min) pour carboniser le papier, puis pour décomposer le complexe du palladium et éliminer le chlorure d'ammonium. Lorsque la fumée a disparu, calciner à 800 °C ± 50 °C pendant 1 h.

NOTE 1 Le chlorure d'ammonium se décompose à 340 °C.

7.9 Le palladium partiellement oxydé est réduit à l'état métallique en le chauffant, en présence d'un gaz réducteur (4.9) et en le laissant refroidir dans une atmosphère de gaz inerte (4.10).

7.10 Peser le produit afin d'obtenir la masse approximative du palladium.

7.11 Transférer le palladium impur dans une capsule en platine (5.2). Humecter avec de l'acide fluorhydrique (4.7) et ajouter 3 gouttes d'acide sulfurique dilué (4.8). Chauffer jusqu'à ce que l'acide sulfurique commence à fumer. Refroidir, puis reprendre le résidu avec un peu d'eau chaude. Filtrer et rincer avec de l'eau. Combiner le filtrat et les eaux de lavage avec celles de la filtration précédente. Transférer le palladium et le filtre dans un creuset, calciner à environ 700 °C et réduire de la manière décrite en 7.9. Effectuer une nouvelle pesée afin d'obtenir la masse finale.

7.12 Si l'on suspecte une contamination du palladium, celui-ci doit être dissous dans de l'eau régale (4.11), les éléments dosés au moyen d'une méthode spectrométrique et leur masse soustraite de la masse finale du palladium; le palladium peut également être purifié en répétant les étapes du mode opératoire de 7.1 à 7.11.

7.13 La présence éventuelle de palladium dans les filtrats et produits de lavage combinés est vérifiée par des moyens instrumentaux comme des spectromètres d'absorption atomique ou d'émission plasma à couplage inductif (5.3). L'excédent de diméthylglyoxime est détruit par évaporation jusqu'à siccité, puis en traitant les résidus par l'eau régale. La solution ainsi obtenue est comparée aux solutions étalons de palladium contenant des quantités équivalentes d'acides et de tampons spectroscopiques.

8 Expression des résultats

8.1 Mode de calcul

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

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

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 palladium, w_{Pd} , en millièmes (‰) (en masse), de l'alliage à l'aide de la formule suivante:

$$w_{Pd} = \frac{m_3 + m_2 - m_X}{m_1} \times 10^3$$

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

8.1.3 La teneur en palladium, w_{Pd} , en millièmes (‰) (en masse), est corrigé de la masse, m_Y , de palladium dans le chlorure d'argent précipité en 7.4, à l'aide de la formule suivante:

$$w_{Pd} = \frac{m_3 + m_2 - m_X + m_Y}{m_1} \times 10^3$$

où m_Y est la masse de palladium dans le chlorure d'argent, en milligrammes.

8.2 Répétabilité

Des dosages en double doivent donner des résultats différant de moins de 5 millièmes (‰) (en masse) de palladium. 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 palladium 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;
- 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 11490:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f3a25c66-0a59-4c5f-a0ba-6913d0d949fe/iso-11490-1995>

Annexe A (informative)

Dispositif de réduction conformément à Rose

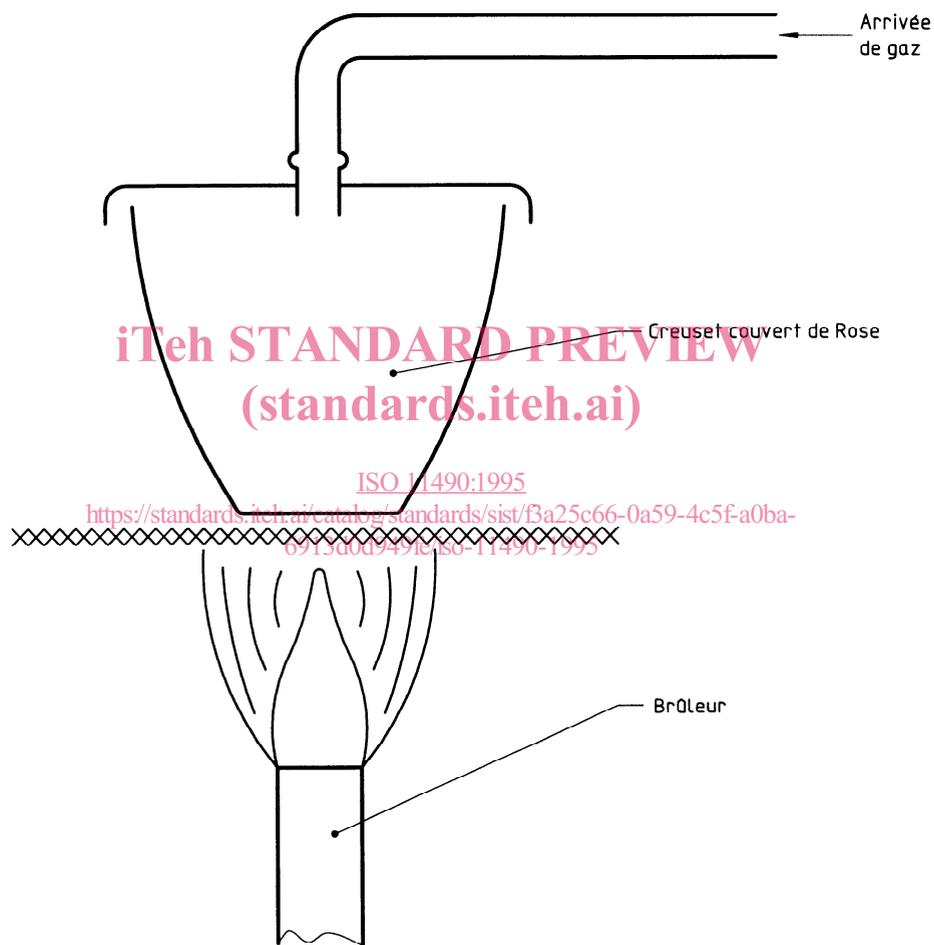


Figure A.1 — Dispositif de réduction

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11490:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f3a25c66-0a59-4c5f-a0ba-6913d0d949fe/iso-11490-1995>

ICS 39.060

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

Prix basé sur 4 pages
