
**Dosage de l'or dans les alliages d'or pour
la bijouterie-joaillerie — Méthode de
coupellation (essai au feu)**

*Determination of gold in gold jewellery alloys — Cupellation method (fire
assay)*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11426:1997

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bab14362-97b2-4e78-8477-
cc9a94a4d407/iso-11426-1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bab14362-97b2-4e78-8477-cc9a94a4d407/iso-11426-1997)



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 11426 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 174, *Joannerie, bijouterie*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 11426:1993), dont elle constitue une révision technique.

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11426:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bab14362-97b2-4e78-8477-cc9a94a4d407/iso-11426-1997>

© ISO 1997

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
Internet central@iso.ch
X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Imprimé en Suisse

Dosage de l'or dans les alliages d'or pour la bijouterie-joaillerie — Méthode de coupellation (essai au feu)

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode de coupellation (essai au feu) permettant de doser l'or dans les alliages d'or pour la bijouterie-joaillerie. La teneur en or des alliages se situe de préférence entre 333 et 99 millièmes (‰) (en masse).

La méthode s'applique spécifiquement aux alliages d'or contenant de l'argent, du cuivre et du zinc. Certaines modifications sont indiquées lorsque du nickel, du palladium ou les deux sont présents dans ce qu'on appelle les alliages d'or blanc, de même que pour des alliages ayant une teneur en or égale ou supérieure à 990 millièmes (‰) (en masse).

La présente méthode est destinée à servir de méthode de référence pour la détermination du titre des alliages traités dans l'ISO 9202.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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

Les alliages d'or sont inquartés avec de l'argent, combinés à du plomb et coupellés dans un four de coupellation jusqu'à ce qu'on obtienne un bouton de métal précieux. Après martelage et laminage, on sépare l'argent avec de l'acide nitrique et on pèse l'or. Les erreurs systématiques possibles de la méthode sont éliminées par un essai en parallèle d'échantillons témoins étalons.

NOTE — Les alliages d'or blanc contenant du palladium, du nickel ou les deux, ainsi que les alliages ayant une teneur en or égale ou supérieure à 990 millièmes (‰) (en masse), exigent quelques modifications de procédure.

4 Réactifs

Durant l'analyse, sauf indication contraire, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

4.1 Acide nitrique, à 33 % (m/m) ($\rho_{20} = 1,2$ g/ml), exempt d'halogénures.

4.2 Acide nitrique, à 49 % (m/m) ($\rho_{20} = 1,3$ g/ml), exempt d'halogénures.

4.3 Plomb, de qualité pour essai, exempt de métaux précieux et de bismuth, en feuille, grenaille ou pastilles.

4.4 Argent, pour inquartation, de titre minimal 999,9 millièmes (‰) (en masse), exempt d'or et de métaux du groupe du platine.

4.5 Or pur, pour échantillons témoins

- pour le dosage de l'or titrant entre 333 et 990 millièmes (‰) (en masse), de titre minimal 999,9 millièmes (‰) (en masse);
- pour le dosage de l'or titrant plus que 990 millièmes (‰) (en masse), de titre minimal 999,99 millièmes (‰) (en masse).

4.6 Palladium, de titre minimal 999,9 millièmes (‰), exempt d'or et de métaux du groupe du platine, pour échantillons témoins.

4.7 Nickel, de titre minimal 999 millièmes (‰), exempt d'or et de métaux du groupe du platine, pour échantillons témoins.

4.8 Cuivre, en feuille ou en fil, de titre minimal 999 millièmes (‰), exempt d'or et de métaux du groupe du platine.

4.9 Borax, ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$), anhydre.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

[ISO 11426:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bab14362-97b2-4e78-8477-cc9a94a4d407/iso-11426-1997)

5.1 Four de coupellation, dans lequel on peut maintenir une atmosphère oxydante.

AVERTISSEMENT – Un four normal à moufle n'est pas indiqué à cet effet.

5.2 Coupelles en magnésie, habituellement de 22 mm de diamètre pour absorber 6 g de plomb, ou de 26 mm de diamètre pour absorber 10 g de plomb, ou blocs de coupelles ayant une absorption similaire.

5.3 Matras d'essayeur, ou **panier en platine**.

5.4 Creusets à recuire, en porcelaine poreuse.

5.5 Pincettes de coupellation.

5.6 Pincettes d'essayeur.

5.7 Enclume polie, peut être remplacée par une presse polie, réservée à cet effet.

5.8 Marteau poli, de masse minimale 400 g, peut être remplacé par une presse polie, réservée à cet effet.

5.9 Scorificatoires, normalement de 50 mm de diamètre.

5.10 Laminoirs de bijoutier-joailler.

5.11 Pincettes à creuset à embouts en platine.

5.12 Brosse de nettoyage, à poils raides en soie ou en nylon mais pas en laiton.

6 Echantillonnage

Jusqu'à la publication d'une méthode normalisée, le mode d'échantillonnage des alliages d'or pour la bijouterie-joaillerie doit faire l'objet d'un accord.

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

7 Mode opératoire

NOTE – Lorsqu'on ne connaît pas la composition des échantillons, procéder à un essai préliminaire pour estimer le titre de l'or. Pour distinguer entre les ors blancs à base de palladium et ceux à base de nickel, on peut également utiliser l'essai à la pierre de touche. La division du cornet pendant la séparation est souvent signe d'une trop grande quantité d'argent.

7.1 Alliages d'or jaune

7.1.1 Echantillons pour analyse

Transférer dans une feuille de plomb de qualité pour essai (4.3) au moins deux échantillons de l'alliage, de masse comprise de préférence entre 125 mg et 250 mg, pesés à 0,01 mg près. La masse de la feuille (ou de la feuille et des grenailles) doit être au moins de 4 g pour les échantillons d'or jaune pesant au plus 200 mg et de 6 g pour les échantillons de 201 mg à 300 mg (250 mg). Ajouter de l'argent pur (4.4) équivalent à 2,3 à 3 fois la masse d'or fin présent. Replier et comprimer la feuille de plomb en une boule serrée.

7.1.2 Prises d'essai témoins

Peser de la même manière qu'en 7.1.1 au moins deux prises d'essai d'or témoin (4.5) et d'argent pur (4.4) de masses correspondant aux teneurs attendues en or et en argent (ajout d'inquartation compris) de la prise d'essai à analyser. La teneur totale en métaux communs des prises d'essai à analyser est prise en compte en ajoutant une quantité correspondante de cuivre.

Traiter de la même manière les prises d'essai témoins et les prises d'essai à analyser, en les faisant passer par les étapes décrites en 7.1.3 et 7.1.4.

7.1.3 Coupellation et traitement des boutons de métal précieux

Placer les prises d'essai à analyser et les prises d'essai témoins (7.1.2), enveloppées étroitement dans une feuille de plomb, sur des coupelles en magnésie (5.2) préalablement portées à une température d'au moins 1000 °C dans le four de coupellation (5.1).

Placer les coupelles contenant les prises d'essai témoin aussi près que possible des prises d'essai à analyser correspondantes dans le four de coupellation réglé à une température comprise entre 1050 °C et 1150 °C. Continuer à chauffer jusqu'à l'achèvement de cette étape de l'opération (environ 25 min) dans des conditions d'oxydation. Sortir les coupelles du four. Laisser les boutons de métal précieux refroidir avant de les ôter des coupelles à l'aide des pinces d'essayeur (5.6). Pincer les boutons et brosser soigneusement leur partie inférieure afin d'éliminer tout matériau de la coupelle qui pourrait y adhérer. Aplatir les boutons au marteau poli (5.8) sur l'enclume polie (5.7) et les recuire en les chauffant au rouge.

Les laminier pour obtenir des bandes de 0,12 mm à 0,15 mm d'épaisseur et le recuire à nouveau. Rouler les bandes en cornets sans les contaminer et sans perdre aucune quantité d'or.

NOTE – Examiner soigneusement la coupelle pour contrôler que la grenaille de métal précieux contient tout l'or échantillon. Des petites gouttelettes résiduelles impliquent nécessairement de refaire le dosage dans une coupelle plus petite.

7.1.4 Séparation de l'or et de l'argent contenus dans les prises d'essai

AVERTISSEMENT – Pour les opérations de séparation avec acide nitrique une hotte d'aspiration devrait être gardée propre et être utilisée uniquement pour ce travail.

Placer les cornets de métal précieux dans des matras (5.3). Plonger d'abord les cornets dans 20 ml d'acide nitrique (4.1) à une température d'au moins 5 °C inférieure à la température d'ébullition, puis amener à l'ébullition.

Poursuivre le chauffage pendant 15 min ou, si c'est plus long, jusqu'à la fin de l'émission de fumées nitreuses. Décanter, laver à l'eau chaude, et plonger dans 20 ml d'acide nitrique (4.2). Porter à ébullition douce pendant 15 min et décanter. Laver, plonger dans 20 ml d'acide nitrique (4.2) et faire bouillir pendant 10 min. Décanter et laver l'or qui n'est pas mis en solution avec de l'eau chaude (60 °C à 70 °C) jusqu'à élimination du nitrate d'argent. Transférer les cornets d'or dans des petits creusets à recuire en porcelaine poreuse (5.4) (creusets à or), les sécher et calciner à une température comprise entre 700 °C à 750 °C pendant environ 5 min. Refroidir et peser le cornet d'or.

Si l'on essaie une série d'échantillons de composition similaire, au lieu d'utiliser un certain nombre de matras d'essayeur, on peut séparer les cornets de métal précieux en les plaçant dans un panier de mise en solution en Pt/Ir ou Pt/Rh pourvu d'un certain nombre de dés en quartz à fond perforé. Les cornets étant placés dans les dés, abaisser lentement le panier dans un bain d'acide nitrique (4.1) à environ 90 °C. Porter l'acide à ébullition et laisser bouillir doucement pendant 15 min ou, si c'est plus long, jusqu'à la fin de l'émission de fumées nitreuses.

Oter le panier de l'acide, rincer à l'eau et répéter le traitement dans un second bain d'acide nitrique (4.2), en faisant de nouveau bouillir pendant 15 min.

Oter le panier de l'acide, rincer à l'eau jusqu'à élimination complète du nitrate d'argent et laisser sécher. Placer enfin le panier contenant les échantillons d'or pendant environ 5 min dans un four à moufle porté à environ 700 °C à 750 °C. Après refroidissement, peser les échantillons d'or.

7.2 Alliages d'or blanc contenant du nickel

En présence de nickel, deux variantes équivalentes de la méthode prescrite dans la présente Norme internationale sont acceptables. Celles-ci impliquent soit l'ajout de plomb, soit une scorification.

7.2.1 Coupellation avec ajout de plomb

Il est difficile d'extraire tout le nickel de l'alliage dans la coupelle en utilisant la quantité normale de plomb. Une coupellation effective requiert l'ajout de 4 g de plomb (4.3) supplémentaire et l'emploi de coupelles plus grandes. Ce plomb supplémentaire peut être incorporé en début d'essai si la coupelle est assez grande pour contenir ce volume supplémentaire de métal fondu. On peut sinon (de préférence) ajouter une pastille de plomb au bouton de métal précieux chaud dans la coupelle une fois qu'ont cessé les émanations de fumées d'oxyde de plomb dues à l'opération initiale. Il est nécessaire de procéder avec soin si le four de coupellation (5.1) n'est pas adapté à cet ajout.

Les prises d'essai témoins doivent renfermer à peu près la même proportion de nickel que l'échantillon.

7.2.2 Scorification

Pour les alliages d'or blanc contenant du nickel, un pré-traitement de l'échantillon par scorification implique son enveloppement dans une feuille de plomb (4.3) de 2 g. L'échantillon consiste en 125 mg à 250 mg d'or in quarté avec une masse d'argent équivalent à 2,3 à 3 fois la masse d'or fin présent. Placer le tout dans un scorificateur (5.9) avec 15 g de plomb et 1,5 g à 2 g de borax anhydre (4.9), et porter à 1000 °C dans le four. Une arrivée d'air plus grande peut être nécessaire pour oxyder la grande quantité de plomb. Après 20 min à 30 min, lorsqu'un laitier liquide recouvre la surface du scorificateur, porter brièvement la température à 1100 °C (pendant environ 2 min). Enlever le scorificateur du four avec les pinces, refroidir et séparer la pastille de plomb du laitier. Coupeller cette pastille qui contient l'or et l'argent d'origine de la manière décrite en 7.1.3.

Les échantillons d'or témoins contenant la quantité appropriée de nickel ajouté sont traitées de la même manière.

7.3 Alliages d'or blanc contenant du palladium (nickel absent)

Lorsque les alliages d'or blanc contiennent du palladium, des traces de ce métal peuvent demeurer dans le cornet après une seule coupellation et séparation. Les cornets d'échantillons et de prises d'essai témoins doivent, pour ces alliages, être recouplés avec 4 g de plomb, une quantité d'argent égale à 2,5 fois le poids d'or et un petit morceau (environ 50 mg) de cuivre (4.8). Répéter la séparation et peser les cornets finaux.

Les prises d'essai témoins doivent contenir à peu près la même quantité de palladium que l'échantillon.

7.4 Alliages d'or renfermant plus de 40 % d'argent

Ces alliages doivent être traités comme des alliages d'or jaune, en tenant dûment compte de la teneur plus élevée en argent lors de la détermination (par calcul) de l'ajout d'in quartation.

7.5 Alliages d'or titrant 999 ‰ d'or

Lorsque des échantillons titrant approximativement 999 ‰ d'or sont analysés, un soin encore plus important dans les manipulations et dans le contrôle des paramètres est nécessaire.

Pour obtenir les meilleurs résultats, procéder comme décrit en 7.1, en introduisant les modifications suivantes.

- a) Peser au moins 250 mg d'alliage; ajouter à l'échantillon (20 ± 5) mg de cuivre (4.8) et une quantité d'argent d'in quartation comme indiqué en 7.1.1.
- b) Pour les prises d'essai témoins procéder exactement comme pour les prises d'essai à analyser; utiliser de l'or titrant 999,99 ‰ (4.5) et prendre soin que la masse d'argent d'in quartation ajouté soit approximativement égale (± 10 mg) à celle des échantillons pour analyse. Traiter toujours en parallèle au moins deux échantillons témoins.
- c) Procéder à la coupellation avec une quantité totale de plomb d'au moins 2 g de plomb (4.3).

NOTE – La durée de la coupellation sera d'environ 15 min.

- d) Après la coupellation, aplatir tous les boutons de façon qu'ils aient approximativement la même forme et la même épaisseur; les boutons aplatissés seront recuits jusqu'au rouge dans un four à moufle pour assurer des mêmes conditions de recristallisation.
- e) Procéder à la séparation comme pour 7.1.4. Prendre soin que la quantité d'acide et le temps de séparation soient les mêmes pour tous les échantillons d'une même série, et finalement sécher et recuire en parallèle tous les cornets d'or fin. Pour la séparation, l'utilisation d'un panier (5.3) sera préférable.

8 Expression des résultats

8.1 Mode de calcul

Calculer la teneur en or, w_{Au} , en millièmes (‰) (en masse), de l'alliage à l'aide de la formule suivante:

$$w_{Au} = \frac{m_2 + \Delta}{m_1} \times 10^3$$

où

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

m_2 est la masse du cornet d'échantillon, en milligrammes;

Δ est la moyenne de la différence entre la masse de la prise d'essai témoin d'or et la masse du cornet de la prise d'essai témoin, en milligrammes.

8.2 Répétabilité

Des dosages en double doivent donner des résultats différant de moins de 0,5 millième (‰) (en masse) pour les alliages d'or jaune et rouge, de moins de 1,0 millième (‰) (en masse) pour les alliages d'or blanc et de moins de 0,2 millième (‰) (en masse) pour les alliages titrant 990 millièmes d'or (‰) (en masse) ou plus. Si la différence est plus élevée, répéter l'essai.

Lorsqu'on analyse des alliages titrant 990 millièmes d'or (‰) (en masse) ou plus, les valeurs individuelles de Δ pour les prises d'échantillon témoins (voir 8.1) traitées en parallèle ne devront pas différer entre elles de plus de 0,04 mg. Si la différence est plus élevée, répéter l'essai.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bab14362-97b2-4e78-8477-cc9a94a4d407/iso-11426-1997>

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- l'identification de l'échantillon: source, date de réception, forme;
- le mode d'échantillonnage;
- la méthode utilisée avec référence à la présente Norme Internationale;
- la teneur en or 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;
- la date de l'essai;
- l'identification du laboratoire ayant effectué l'analyse;
- les signatures du directeur du laboratoire et de l'opérateur.

iTeh STANDARD PREVIEW **(standards.iteh.ai)**

ISO 11426:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bab14362-97b2-4e78-8477-cc9a94a4d407/iso-11426-1997>