

---

---

**Joannerie, bijouterie — Dosage du platine  
dans les alliages de platine pour la  
joannerie, bijouterie — Méthode par  
spectrométrie d'émission à plasma induit  
en solution, utilisant l'yttrium comme  
étalon interne**

iTeh STANDARD PREVIEW

*Jewellery — Determination of platinum in platinum jewellery alloys —  
Inductively coupled plasma (ICP) solution-spectrometric method using  
yttrium as internal standard element*

ISO 11494:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9244c4f6-edcb-4f74-b710-b0f0a43f8e4a/iso-11494-2008>



**PDF – Exonération de responsabilité**

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

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

ISO 11494:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9244c4f6-edcb-4f74-b710-b0f0a43f8e4a/iso-11494-2008>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2008

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## 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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 11494 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 174, *Joierie, bijouterie*.

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

[ISO 11494:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9244c4f6-edcb-4f74-b710-b0f0a43f8e4a/iso-11494-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9244c4f6-edcb-4f74-b710-b0f0a43f8e4a/iso-11494-2008>

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

ISO 11494:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9244c4f6-edcb-4f74-b710-b0f0a43f8e4a/iso-11494-2008>

# Joannerie, bijouterie — Dosage du platine dans les alliages de platine pour la joannerie, bijouterie — Méthode par spectrométrie d'émission à plasma induit en solution, utilisant l'yttrium comme étalon interne

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit une méthode de dosage du platine dans les alliages de platine pour la joannerie, bijouterie, de préférence dans la gamme de titre établie dans l'ISO 9202 et ce, par spectrométrie d'émission à plasma induit (ICP).

La teneur en platine des alliages se situe, de préférence, entre 850 ‰ (parties pour mille) et 950 ‰ de platine.

NOTE D'autres teneurs en platine peuvent être analysées selon cette méthode.

Les alliages de platine pour la joannerie, bijouterie peuvent contenir de l'argent, de l'indium, du gallium, du cuivre, du cobalt, du nickel, de l'étain et du ruthénium. On n'a pas constaté de perturbations de la méthode de dosage du fait de la présence de ces éléments d'alliage. Si d'autres éléments sont présents dans l'alliage, il faut procéder à des contrôles pour déterminer les perturbations éventuelles.

ISO 11494:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9244c4f6-edcb-4f74-b710-b0f0a43f8e4a/iso-11494-2008>

## 2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 11596, *Joannerie, bijouterie — Échantillonnage des alliages de métaux précieux pour la joannerie, bijouterie et produits associés*

## 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

### 3.1

#### encadrement

passage des étalons et des échantillons dans l'ordre suivant: étalon bas – échantillon – étalon haut – échantillon – étalon bas – échantillon – étalon haut – échantillon – étalon bas – échantillon – étalon haut

## 4 Brève description de la méthode

Au moins deux échantillons pesés avec exactitude sont dissous dans de l'eau régale complétée ensuite jusqu'à une masse pesée avec exactitude. Des quantités pesées exactement (aliquotes) de ces solutions échantillons sont mélangées avec l'étalon interne et complétées au volume défini pour les solutions à mesurer.

À l'aide d'un spectromètre d'émission à plasma induit, la teneur en platine de la solution échantillon est mesurée en comparant le rapport des intensités de l'émission spectrale du platine (à 265,95 nm, à 214,42 nm, à 299,80 nm ou à 306,47 nm) et de l'yttrium (à 371,03 nm) avec les rapports de solutions contenant des masses connues de platine et d'yttrium selon la méthode par encadrement.

Des modifications mineures sont nécessaires lorsque l'alliage contient du ruthénium, du rhodium, de l'iridium, du chrome ou du tungstène.

## 5 Réactifs

Sauf indication contraire, n'utiliser au cours de l'analyse que des réactifs de qualité analytique reconnue et uniquement de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente. Tous les réactifs doivent être exempts de platine.

**5.1 Acide chlorhydrique** (HCl);  $\rho_{20} = 1,16 \text{ g/cm}^3$ ; 32 % d'HCl (fraction massique).

**5.2 Acide nitrique** (HNO<sub>3</sub>);  $\rho_{20} = 1,41 \text{ g/cm}^3$ ; 65 % d'HNO<sub>3</sub> (fraction massique).

**5.3 Platine pur** (Pt).

La teneur en platine doit être d'au moins 99,99 %.

**5.4 Solution d'étalon interne.**

Dissoudre environ 680 mg de YCl<sub>3</sub> · 6H<sub>2</sub>O dans 200 ml d'eau et compléter à 1 000 ml avec de l'eau. En raison de la sensibilité de l'appareil, cette concentration peut être modifiée afin d'obtenir une performance optimale.

Cela s'applique également aux solutions d'étalonnage (voir 8.1) et aux solutions échantillons (voir 8.2).

**5.5 Cuivre pur.**

La teneur en cuivre doit être de 99,99 % et exempt de platine.

**5.6 Acide orthophosphorique** (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>);  $\rho_{20} = 1,71 \text{ g/cm}^3$ , à 85 % (fraction massique).

## 6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire avec, en plus:

**6.1 Spectromètre d'émission ICP** (à plasma induit), permettant de mesurer simultanément les raies d'émission de platine à 265,95 nm, à 214,42 nm, à 299,80 nm ou à 306,47 nm et la raie d'émission de l'étalon interne, l'yttrium, à 371,03 nm, avec une résolution optique minimale de 0,02 nm;

**6.2 Balance analytique**, exacte à 0,01 mg.

## 7 Échantillonnage

Le mode opératoire d'échantillonnage doit être conforme à l'ISO 11596.

## 8 Mode opératoire

### 8.1 Solutions d'étalonnage

Peser environ 100 mg de platine (5.3), à au moins 0,01 mg près, et les dissoudre dans 30 ml d'acide chlorhydrique (5.1) chaud et 10 ml d'acide nitrique (5.2) dans une fiole jaugée tarée de 100 ml. Ajouter de l'eau jusqu'à obtention d'une masse de solution d'environ 100 g, à au moins 0,01 g près. Cette solution mère de platine sert à préparer les solutions d'étalonnage.

Peser environ 8,25 g, 8,75 g, 9,25 g et 9,75 g de solution mère de platine, à au moins 0,001 g près, en versant chaque fraction dans une fiole jaugée de 100 ml. Ajouter 10 g de solution d'étalon interne (5.4), à au moins 0,001 g près. Ajouter 10 ml de HCl (5.1) et compléter à 100 ml avec de l'eau. Mélanger soigneusement.

En présence de certains autres éléments (par exemple de l'argent), il peut s'avérer nécessaire d'augmenter la concentration en HCl jusqu'à 50 ml au maximum. La concentration en acide des solutions d'étalonnage et celle des solutions échantillons doivent être cohérentes.

### 8.2 Solutions échantillons

#### 8.2.1 Généralités

Peser environ 100 mg d'échantillon, à au moins 0,01 mg près, les dissoudre et les mélanger comme décrit en 8.1. Peser environ 10 g de cette «solution mère échantillon», à au moins 0,001 g près, dans une fiole jaugée de 100 ml et ajouter 10 g de solution d'étalon interne (5.4), à au moins 0,001 g près. Ajouter 10 ml de HCl (5.1) et compléter à 100 ml avec de l'eau. Mélanger soigneusement.

En présence de certains autres éléments (par exemple de l'argent), il peut s'avérer nécessaire d'augmenter la concentration en HCl jusqu'à 50 ml au maximum. La concentration en acide des solutions d'étalonnage et celle des solutions échantillons doivent être équivalentes.

NOTE L'attention est attirée sur la possibilité que les échantillons plus petits soient aussi plus affectés par une variation de l'homogénéité de la matière échantillonnée.

#### 8.2.2 Alliages de platine contenant du ruthénium, du rhodium, de l'iridium ou du tungstène

Les alliages de platine contenant plus de 5 % des éléments cités peuvent nécessiter une dissolution sous pression ou impliquer une phase préliminaire de mise en alliage en ajoutant le décuple de cuivre exempt de platine (5.5).

En présence de tungstène, 200 µl d'acide orthophosphorique (5.6) doivent être ajoutés.

Les solutions d'étalonnage et les solutions échantillons doivent faire l'objet d'une compensation de l'effet de la matrice.

#### 8.2.3 Alliages de platine contenant du ruthénium, du rhodium, de l'iridium ou du chrome

Il est utile de comparer les résultats d'analyse obtenus avec les quatre raies de platine (265,95 nm, 214,42 nm, 299,80 nm et 306,47 nm). Le ruthénium, le rhodium ou le chrome peuvent avoir une incidence sur la raie de platine 265,95 nm et l'iridium et le chrome sur les raies de platine 299,80 nm et 306,47 nm. Il est donc nécessaire d'être prudent.

### 8.3 Mesurages

L'unité informatique du spectromètre d'émission à plasma ICP est utilisée pour établir un programme permettant de mesurer simultanément les intensités des raies d'émission de platine (265,95 nm, 214,42 nm, 299,80 nm ou 306,47 nm) et celles de l'étalon interne yttrium (371,03 nm). Avant utilisation, laisser la torche

ICP se stabiliser pendant au moins 15 min après allumage. Aspirer successivement les solutions d'étalonnage et les solutions échantillons.

Chaque solution étalon et chaque solution échantillon doivent avoir une période minimale de préintégration de 30 s, suivie de temps d'intégration et du nombre requis d'intégrations pour obtenir un écart-type relatif maximal de 0,2 % [voir 8.4.1, Équation (1)]. La masse exacte de platine de la solution échantillon résulte du mesurage des deux solutions d'étalonnage encadrant la valeur approximative de la solution échantillon, [voir 8.4.2, Équation (4)].

**8.4 Calculs**

**8.4.1** La méthode d'étalonnage interne repose sur la relation linéaire entre les rapports d'intensité  $I_{Pt}/I_Y$  et les rapports de concentration  $C_{Pt}/C_Y$  ou mieux sur les rapports de masse  $m_{Pt}/m_Y$ . En utilisant la même masse d'yttrium (solution d'étalon interne) pour préparer toutes les solutions, il n'est pas nécessaire d'avoir un volume exact des solutions à mesurer. L'exactitude de la fiole jaugée de 100 ml est suffisante. La référence constante à la même masse d'étalon interne présente un autre avantage important: tous les calculs peuvent être faits avec  $m_{Pt}$  au lieu de  $m_{Pt}/m_Y$ , nominal.

D'une manière générale, l'unité informatique fournit les quotients des mesures individuelles des intensités du platine et de l'yttrium enregistrées simultanément.

Si la valeur moyenne,  $\bar{Q}$ , des cinq quotients d'intensité ( $Q_1, Q_2, Q_3, Q_4, Q_5$ ) concernant chaque solution est

$$\bar{Q} = \frac{1}{5} \left( \sum_{n=1}^5 \frac{I_{Pt}}{I_Y} \right) \tag{1}$$

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

cette valeur moyenne doit alors avoir un écart-type relatif de 0,2 % maximum par rapport à  $Q$ .

**8.4.2** Du fait des écarts par rapport à la masse nominale,  $m_{IS}$ , en grammes, de la solution d'étalon interne ( $m_{IS} = 10,000$  g), chaque quotient d'intensité correspondant à une solution à mesurer doit être corrigé par la masse réelle correspondante de la solution d'étalon interne  $W_{IS,n}$  en grammes, utilisée pour préparer la solution à mesurer. Le quotient corrigé,  $Q_C$ , est calculé comme suit:

$$Q_C = Q \times \frac{W_{IS,n}}{m_{IS}} \tag{2}$$

Les masses exactes de platine dans les solutions d'étalonnage,  $m_{Pt,Cs,n}$ , en milligrammes, sont nécessaires pour déterminer la teneur en platine de l'échantillon en utilisant ces quotients d'intensité corrigés. Ces masses doivent être calculées individuellement pour chaque solution ou point d'étalonnage selon l'équation suivante:

$$m_{Pt,Cs,n} = \frac{W_{Pt,SS}}{m_{SS,Pt}} \times W_{SS,Pt,n} \tag{3}$$

où

$W_{Pt,SS}$  est la masse, en milligrammes, du platine utilisé pour préparer la solution mère de platine;

$m_{SS,Pt}$  est la masse, en grammes, de la solution mère de platine préparée;

$W_{SS,Pt,n}$  est la masse, en grammes, de la solution mère de platine utilisée pour préparer la solution d'étalonnage,  $n$ .

Les deux points d'étalonnage les plus proches de la teneur en échantillon de platine et correspondant à la masse faible,  $a$ , et à la masse élevée,  $b$ , servent à déterminer la masse de platine dans la solution échantillon comme suit:

$$m_{\text{Pt}} = a + \frac{(b-a) \times (Q_{\text{C},s} - Q_{\text{C},a})}{(Q_{\text{C},b} - Q_{\text{C},a})} \quad (4)$$

où

$a$  est la masse, en milligrammes, de platine dans la solution d'étalonnage utilisée comme «étalon bas», selon l'Équation (3);

$b$  est la masse, en milligrammes, de platine dans la solution d'étalonnage utilisée comme «étalon haut», selon l'Équation (3);

$Q_{\text{C},a}$  est le rapport d'intensité corrigé  $I_{\text{Pt}}/I_{\text{Y}}$  de «l'étalon bas»;

$Q_{\text{C},b}$  est le rapport d'intensité corrigé  $I_{\text{Pt}}/I_{\text{Y}}$  de «l'étalon haut»;

$Q_{\text{C},s}$  est le rapport d'intensité corrigé  $I_{\text{Pt}}/I_{\text{Y}}$  de la solution échantillon à mesurer.

La valeur moyenne de cinq cycles de mesure et d'évaluations de ce type,  $\bar{m}_{\text{Pt}}$ , donne la masse finale de platine de la solution échantillon comme suit:

$$\bar{m}_{\text{Pt}} = \frac{1}{5} \left( \sum_{n=1}^5 m_{\text{Pt}} \right) \quad (5)$$

L'écart-type relatif de cette valeur moyenne ne doit pas être supérieur à 0,30 %.

Après détermination de la valeur moyenne,  $\bar{m}_{\text{Pt}}$ , à partir des cinq dosages individuels de la solution échantillon, la teneur en platine de l'échantillon,  $X_{\text{Pt}}$ , exprimée en parties pour mille, est finalement calculée à l'aide de l'Équation (6):

$$X_{\text{Pt}} = \frac{\bar{m}_{\text{Pt}} \times m_{\text{SS,Sa}}}{W_{\text{Sa}} \times W_{\text{SS,Sa}}} \times 1000 \quad (6)$$

où

$W_{\text{Sa}}$  est la masse, en milligrammes, de l'échantillon utilisé pour préparer la solution mère échantillon;

$m_{\text{SS,Sa}}$  est la masse, en grammes, de la solution mère échantillon préparée;

$W_{\text{SS,Sa}}$  est la masse, en grammes, de la solution mère échantillon utilisée pour préparer la solution échantillon à mesurer.

## 9 Répétabilité

Des dosages réalisés deux fois doivent donner des résultats différant de moins de 3 ‰ pour le platine. Si la différence est plus grande, les dosages doivent être répétés.