
**Joannerie, bijouterie — Dosage du
palladium dans les alliages de palladium
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 palladium in palladium jewellery alloys —
Inductively coupled plasma (ICP) solution-spectrometric method using
yttrium as internal standard element*

ISO 11495:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/20B1c61-c0ed-441a-92e0-285cafb1800f/iso-11495-2008>



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 11495:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/20B1c61-c0ed-441a-92e0-285cafb1800f/iso-11495-2008>



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
Web 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 11495 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 174, *Joannerie, bijouterie*.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11495:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/20B1c61-c0ed-441a-92e0-285cafb1800f/iso-11495-2008>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11495:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/20f31c61-c0ed-441a-92e0-285cafb1800f/iso-11495-2008>

Joannerie, bijouterie — Dosage du palladium dans les alliages de palladium 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 palladium dans les alliages de palladium 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 palladium des alliages se situe, de préférence, entre 500 ‰ (parties pour mille) et 950 ‰ de palladium.

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

Les alliages de palladium 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.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/20B1c61-c0ed-441a-92e0-285cafb1800/iso-11495-2008>

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 palladium de la solution échantillon est mesurée en comparant le rapport des intensités de l'émission spectrale du palladium (à 340,45 nm) et de l'yttrium (à 371,03 nm) avec les rapports de solutions contenant des masses connues de palladium et d'yttrium selon la méthode par encadrement.

D'autres raies d'émission de palladium peuvent être utilisées mais il faut les contrôler afin de déterminer les éventuelles perturbations liées au spectre et vérifier les performances de l'appareil.

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 palladium.

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

5.2 Acide nitrique (HNO₃); $\rho_{20} = 1,41 \text{ g/cm}^3$; 65 % d'HNO₃ (fraction massique).

5.3 Palladium pur (Pd).

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

5.4 Solution d'étalon interne.

Dissoudre environ 680 mg de YCl₃, 6H₂O 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).

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/20B1c61-c0ed-441a-92e0-285cafb1800f/iso-11495-2008>

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire avec, en plus:

6.1 Spectromètre d'émission ICP (à plasma induit), permettant de mesurer simultanément la raie d'émission du palladium à 340,45 nm et la raie d'émission de l'étalon interne 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 palladium (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, pesée à au moins 0,01 g près. Cette solution mère de palladium sert à préparer les solutions d'étalonnage.

Peser environ 4,5 g, 5,5 g, 6,5 g, 7,5 g, 8,5 g, 9,5 g et 9,8 g de solution mère de palladium, 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 0,01 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.

8.2 Solutions échantillons

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 0,01 g près. Ajouter 10 ml de HCl (5.1) et compléter à 100 ml. 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.

NOTE L'attention est attirée sur la possibilité que des échantillons plus petits soient aussi plus affectés par une variation de l'homogénéité du matériau échantillonné.

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 du palladium (340,45 nm) et 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.

ISO 11495:2008

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 du palladium 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_{Pd}/I_Y et les rapports de concentration C_{Pd}/C_Y ou mieux sur les rapports de masse m_{Pd}/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_{Pd} au lieu de m_{Pd}/m_Y , nominal.

D'une manière générale, l'unité informatique fournit les quotients des mesures individuelles des intensités du palladium 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

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

cette valeur moyenne doit alors avoir un écart-type relatif de 0,2 % maximum par rapport à \bar{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 de 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:

$$Q_C = Q \times \frac{W_{IS,n}}{m_{IS}} \quad (2)$$

Les masses exactes de palladium dans les solutions d'étalonnage, $m_{Pd,Cs,n}$, en milligrammes, sont nécessaires pour déterminer la teneur en palladium 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:

$$m_{Pd,Cs,n} = \frac{W_{Pd,SS}}{m_{SS,Pd}} \times W_{SS,Pd,n} \quad (3)$$

où

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

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

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

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

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

où

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

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

$Q_{C,a}$ est le rapport d'intensité corrigé I_{Pd}/I_Y de «l'étalon bas»;

$Q_{C,b}$ est le rapport d'intensité corrigé I_{Pd}/I_Y de «l'étalon haut»;

$Q_{C,s}$ est le rapport d'intensité corrigé I_{Pd}/I_Y de la solution échantillon à mesurer.

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

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

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

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

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

où

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

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

$W_{SS,Sa}$ 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 palladium. Si la différence est plus grande, les dosages doivent être répétés.

10 Rapport d'essai

iTech STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

En faisant référence à cette méthode, le rapport d'essai doit comporter au moins les informations suivantes:

- a) l'identification de l'échantillon, y compris son origine, la date de réception et sa forme;
ISO 11495-2008
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/20B1c61-c0ed-441a-92e0-285cafb1800f/iso-11495-2008>
- b) le mode opératoire d'échantillonnage;
- c) la référence à la méthode utilisée;
- d) la teneur en platine de l'échantillon, en pourcentage ou en parties pour mille, en valeurs individuelles et en moyennes;
- e) les écarts par rapport à la présente méthode normalisée, le cas échéant;
- f) la raie du platine et la raie de l'étalon interne utilisées;
- g) tous les détails inhabituels relevés au cours du dosage;
- h) la date de l'essai;
- i) l'identification du laboratoire effectuant l'essai;
- j) la signature du directeur du laboratoire et de l'opérateur.