
**Joannerie, bijouterie — Dosage de l'argent
dans les alliages d'argent 999 ‰ pour
la joannerie, bijouterie — Méthode de la
différence utilisant la spectrométrie
d'émission à plasma induit par haute
fréquence (ICP-OES)**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

*Jewellery — Determination of silver in 999 ‰ silver jewellery alloys —
Difference method using inductively coupled plasma optical emission
spectroscopy (ICP-OES)*

ISO 15096:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/add4693f-3162-4b2a-a91c-c65b4d5e3094/iso-15096-2008>



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 15096:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/add4693f-3162-4b2a-a91c-c65b4d5e3094/iso-15096-2008>



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 15096 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 174, *Joannerie, bijouterie*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 15096:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/add4693f-3162-4b2a-a91c-c65b4d5e3094/iso-15096-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/add4693f-3162-4b2a-a91c-c65b4d5e3094/iso-15096-2008>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 15096:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/add4693f-3162-4b2a-a91c-c65b4d5e3094/iso-15096-2008>

Joannerie, bijouterie — Dosage de l'argent dans les alliages d'argent 999 ‰ pour la joannerie, bijouterie — Méthode de la différence utilisant la spectrométrie d'émission à plasma induit par haute fréquence (ICP-OES)

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie un mode opératoire analytique de dosage de l'argent dans les alliages d'argent pour la joannerie, bijouterie présentant une teneur nominale de 999 ‰ (parties pour mille), en mesurant les éléments spécifiques énumérés dans le Tableau A.1.

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*

ISO 15096:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/add4693f3162-4b2a-a91c-c65b4d5e3094/iso-15096-2008>

3 Principe

Les échantillons d'alliages d'argent sont pesés et dissous dans de l'acide nitrique pour préparer une solution à 10 g/l. De l'acide chlorhydrique est ajouté pour précipiter l'argent. Les solutions sont filtrées pour séparer le chlorure d'argent. Les impuretés sont dosées dans le filtrat par ICP-OES et la teneur en argent est obtenue en soustrayant la teneur totale en impuretés de l'échantillon de 1 000 ‰.

4 Échantillonnage

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

NOTE Des méthodes équivalentes peuvent être appliquées comme décrit dans l'ISO 5725-1.

Dans le cas d'articles revêtus, les précautions appropriées doivent être prises, après accord, afin d'exclure le revêtement du dosage.

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.

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

5.2 Acide nitrique (HNO_3); $\rho_{20} = 1,20 \text{ g/cm}^3$; 33 % d' HNO_3 (fraction massique).

5.3 Solutions mères.

À l'aide de réactifs appropriés certifiés, préparer les solutions mères suivantes afin d'obtenir les concentrations indiquées.

5.3.1 Solution mère nitrique (exempte de chlorure): Bi, Pb (100 mg/l de chacun) dans 2 mol/l d'acide nitrique (5.2).

5.3.2 Solution mère chlorhydrique (exempte de nitrate): Sn, Ti (100 mg/l de chacun) dans 2 mol/l d'acide chlorhydrique (5.1).

5.3.3 Solution mère acide (pouvant contenir des chlorures et des nitrates): tous les éléments pertinents restants (100 mg/l de chacun) dans 1 mol/l d'acide chlorhydrique (5.1) et 1 mol/l d'acide nitrique (5.2).

Tout élément recherché peut être ajouté à la solution mère nitrique (5.3.1) ou à la solution mère chlorhydrique (5.3.2) au lieu de la solution mère acide (5.3.3), à condition de n'introduire aucun chlorure dans la solution mère nitrique (5.3.1) et aucun nitrate dans la solution mère chlorhydrique (5.3.2).

5.4 Papier filtre, ayant un diamètre de pore $< 7 \mu\text{m}$, par exemple du ruban blanc.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et, en plus

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

6.1 Spectromètre d'émission à plasma induit (ICP),

- doté de canaux fixes et/ou à balayage
- ayant une résolution optique de 0,02 nm pour les éléments concernés et une limite de détection de 0,05 mg/l ou mieux,
- ayant une capacité de correction de fond.

NOTE Pour la longueur d'onde recommandée, voir l'Annexe A.

6.2 Balance analytique, exacte à 0,01 mg.

7 Mode opératoire

7.1 Solution d'essai

Deux solutions d'essai doivent être préparées de la manière suivante pour chaque échantillon à analyser.

Peser ($500 \pm 2,5$) mg de prise d'essai, à 0,01 mg près, les transférer dans un bécher de 50 ml et ajouter 15 ml d'acide nitrique (5.2). Chauffer doucement jusqu'à dissolution complète de l'échantillon et disparition totale des oxydes nitriques. Si nécessaire, ajouter de l'eau distillée.

Si l'on décèle des éléments insolubles, ils doivent être pesés et leur masse doit être ajoutée aux impuretés.

Ajouter 2 ml d'acide chlorhydrique (5.1). Attendre 10 min à 15 min pour précipiter l'argent sous forme de chlorure d'argent.

Passer le liquide sur un papier filtre (5.4), par exemple un ruban blanc, pour le transvaser dans une fiole jaugée de 50 ml. Laver le filtre avec 10 ml d'eau. Ajouter 15 ml d'acide chlorhydrique (5.1), compléter au volume avec de l'eau et mélanger soigneusement.

7.2 Solutions d'étalonnage

Solution d'étalonnage 1 (solution à blanc): transvaser 15 ml d'acide chlorhydrique (5.1) dans une fiole jaugée de 50 ml, diluer à 50 ml et mélanger soigneusement.

Solution d'étalonnage 2: transvaser 15 ml d'acide chlorhydrique (5.1) dans une fiole jaugée de 50 ml, ajouter 5 ml de chaque solution mère (5.3), diluer la solution à 50 ml et mélanger soigneusement.

7.3 Mesurage

Monter l'appareil conformément aux instructions du fabricant et choisir les positions appropriées de correction de fond ainsi qu'une ligne de base appropriée pour établir l'identité. Utiliser une torche propre, une chambre de nébulisation et des tubes pour échantillons, le plasma devant être stabilisé pendant au moins 30 min avant emploi.

Nébuliser les solutions d'étalonnage 1 et 2 selon le mode opératoire d'étalonnage défini pour l'appareil, puis lancer le mode opératoire d'analyse pour les solutions échantillons. Le résultat doit être affiché avec suffisamment de décimales pour bien indiquer les concentrations à la limite de détection des éléments concernés.

Chaque solution doit faire l'objet d'une préintégration pendant au moins 30 s, suivie de cinq intégrations d'au moins 5 s chacune pour la détermination des intensités nettes (c'est-à-dire corrigées du fond).

L'intensité de la ligne de base appropriée (voir Tableau A.1) ne doit pas être intégrée au calcul décrit en 8.2.

ISO 15096:2008

8 Expression des résultats

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/add4693f3162-4b2a-a91c-c65b4d5e3094/iso-15096-2008>

8.1 Courbes d'étalonnage

Déterminer la concentration des solutions d'étalonnage 1 et 2 et calculer la courbe d'étalonnage pour chaque élément, en prenant les intensités nettes obtenues pour ces solutions.

8.2 Méthode de calcul

À l'aide des courbes d'étalonnage (voir 8.1), convertir les valeurs d'intensité nette en valeurs de concentration et utiliser l'Équation (1) pour calculer le rapport de masse de chaque élément concerné, W_i :

$$W_i = \frac{c_i \times V_s}{m_s} \quad (1)$$

où

c_i est la concentration de l'élément i dans la solution échantillon ou la limite de détection de l'élément i , en milligrammes/litre, en prenant la valeur la plus élevée;

V_s est le volume de la solution échantillon, en litres;

m_s est la masse de l'échantillon métallique, en milligrammes.

La limite de détection est définie comme étant égale à trois écarts-types de la concentration de chaque élément isolé, mesurée dans la solution d'étalonnage 1.

Le titre du métal précieux spécifique, W_{sp} , exprimé en parties pour mille, est donc:

$$W_{sp} = 1000 - \left(\sum W_i \times 1000 \right) \quad (2)$$

où $\sum W_i$ est la somme des rapports de masse des divers éléments.

8.3 Répétabilité

Les résultats de dosages réalisés deux fois ne doivent pas différer de plus de 0,2 ‰ du métal précieux. Si la variation est plus grande, les dosages doivent être répétés.

9 Rapport d'essai

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;
- b) le mode opératoire d'échantillonnage;
- c) la méthode d'essai utilisée en se référant à la présente Norme internationale;
- d) la teneur en métaux précieux de l'échantillon, en parties pour mille, en valeurs individuelles et en moyennes; les résultats doivent être consignés dans le rapport à une décimale uniquement;
- e) le cas échéant, tout écart par rapport à la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale;
- f) tous les détails inhabituels relevés au cours du dosage;
- g) la date de l'essai;
- h) l'identification du laboratoire effectuant cette analyse;
- i) la signature du directeur du laboratoire et de l'opérateur.

Annexe A (normative)

Longueurs d'onde

Des longueurs d'onde autres que celles figurant dans le Tableau A.1 peuvent être utilisées. Dans ce cas, il faut faire attention aux interférences optiques.

Tableau A.1 — Argent

Élément	Longueur d'onde	Autre longueur d'onde possible	Élément	Longueur d'onde	Autre longueur d'onde possible
Au	242,795	—	Pt	306,471	203,646
Bi	223,061	—	Rh	343,489	—
Cd	228,802	226,502	Ru	240,272	—
Co	228,616	238,892	Sb	206,833	217,581
Cu	324,754	—	Sc	361,384	—
Fe	259,94	—	Se	196,090	203,985
Ir	215,278	—	Sn	189,989	—
Mn	257,610	—	Te	214,281	238,578
Ni	352,454	231,604	Ti	334,941	—
Pb	168,220	220,353	Y	371,030	—
Pd	340,458	355,308	Zn	213,856	—