
**Joaillerie, bijouterie — Dosage des
métaux précieux dans les alliages d'or,
de platine et de palladium 999 ‰ pour la
joaillerie, 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 precious metals in 999 ‰ gold, platinum
and palladium jewellery alloys — Difference method using inductively
coupled plasma optical emission spectroscopy (ICP-OES)*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/55ea7170-3b5d-4b5c-8973-1d345364ede3/iso-15093-2008>



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 15093:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/55ea7170-3b5d-4b5c-8973-1d345364ede3/iso-15093-2008>



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 15093 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 174, *Joannerie, bijouterie*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 15093:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/55ea7170-3b5d-4b5c-8973-1d345364ede3/iso-15093-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/55ea7170-3b5d-4b5c-8973-1d345364ede3/iso-15093-2008>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 15093:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/55ea7170-3b5d-4b5c-8973-1d345364ede3/iso-15093-2008>

Joannerie, bijouterie — Dosage des métaux précieux dans les alliages d'or, de platine et de palladium 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 du platine dans les alliages de platine, de l'or dans les alliages d'or ou du palladium dans les alliages de palladium pour la joannerie, bijouterie présentant une teneur nominale de chacun de ces métaux précieux de 999 ‰ (parties pour mille), en mesurant les éléments spécifiques énumérés dans les Tableaux A.1, A.2 et A.3.

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 Principe

Les échantillons d'alliage de métaux précieux sont pesés et dissous dans de l'eau régale pour préparer une solution à 10 g/l. Les impuretés sont dosées par ICP-OES et la teneur en métaux précieux 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); $\rho_{20} = 1,19 \text{ g/cm}^3$; 37 % d'HCl (fraction massique).

5.2 Acide nitrique (HNO_3); $\rho_{20} = 1,40 \text{ g/cm}^3$; 67 % d' HNO_3 (fraction massique).

5.3 Eau régale (à préparer juste avant utilisation).

Ajouter trois parts en volume d'acide chlorhydrique (5.1) à une part en volume d'acide nitrique (5.2) et mélanger soigneusement.

5.4 Solutions mères.

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

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

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

5.4.3 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 (5.4.1) ou à la solution mère chlorhydrique (5.4.2) au lieu de la solution mère acide (5.4.3), à condition de n'introduire aucun chlorure dans la solution mère nitrique (5.4.1) et aucun nitrate dans la solution mère chlorhydrique (5.4.2).

5.5 Fil de métal précieux ou feuille d'or, de platine ou de palladium, d'une pureté minimale de 999,9 ‰. La teneur de chaque impureté doit être déterminée.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 15093:2008

6 Appareillage

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/55ea7170-3b5d-4b5c-8973-1d345364ede3/iso-15093-2008>

Matériel courant de laboratoire et, en plus

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 une fiole jaugée de 50 ml et ajouter 30 ml d'eau régale (5.3). Chauffer doucement jusqu'à dissolution complète de l'échantillon, puis continuer à chauffer jusqu'à expulsion des oxydes d'azote. Laisser refroidir, compléter au volume avec de l'eau et mélanger soigneusement.

L'écart de volume de la fiole jaugée, dû au chauffage, est acceptable pour cette méthode.

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

7.2 Solutions d'étalonnage

Peser deux prises de $(500 \pm 2,5)$ mg de métal précieux pur (5.5) et dissoudre chacune d'elles conformément à 7.1.

Solution d'étalonnage 1 (solution à blanc): diluer la première solution de métal précieux à 50 ml, puis mélanger soigneusement.

Solution d'étalonnage 2: ajouter 5 ml de chaque solution mère (5.4), diluer cette solution à 50 ml, puis 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 Tableaux A.1, A.2 et A.3) ne doit pas être intégrée au calcul décrit en 8.2.

8 Expression des résultats

8.1 Courbes d'étalonnage

Déterminer la concentration des solutions d'étalonnage 1 et 2, en tenant compte des impuretés introduites dans la solution par la matière de référence (5.5), puis calculer la courbe d'étalonnage pour chaque élément, en prenant les intensités nettes obtenues pour les solutions d'étalonnage 1 et 2.

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 Tableaux A.1, A.2 et A.3 peuvent être utilisées. Dans ce cas, il faut faire attention aux interférences optiques.

Tableau A.1 — Platine

Élément	Longueur d'onde	Autre longueur d'onde possible	Élément	Longueur d'onde	Autre longueur d'onde possible
Ag	328,068	—	Ni	352,454	231,604
Au	242,795	—	Pb	168,220	220,353
Bi	223,061	—	Pt ^a	224,552	273,396
Cd	226,502	—	Pd	340,458	355,308
Co	228,616	238,892	Rh	343,489	—
Cu	324,754	—	Ru	240,272	—
Fe	259,94	—	Sn	189,989	—
Ir	215,278	—	Ti	334,941	—
Mn	257,610	—	Zn	213,856	—

^a Ligne de base recommandée (voir 7.3).

Tableau A.2 — Or

Élément	Longueur d'onde	Autre longueur d'onde possible	Élément	Longueur d'onde	Autre longueur d'onde possible
Ag	328,068	—	Ni	352,454	231,604
Au ^a	389,789	302,920	Pb	168,220	220,353
Bi	223,061	—	Pd	340,458	355,308
Cd	228,802	226,502	Pt	306,471	203,646
Co	228,616	238,892	Rh	343,489	—
Cu	324,754	—	Ru	240,272	—
Fe	259,94	—	Sn	189,989	189,927
Ir	215,278	—	Ti	334,941	—
Mn	257,610	—	Zn	213,856	—

^a Ligne de base recommandée (voir 7.3).