
**Joaillerie, bijouterie — Dosage
du palladium dans les alliages de
palladium pour la bijouterie-joaillerie
— Dosage gravimétrique par la
diméthylglyoxime**

*Jewellery — Determination of palladium in palladium jewellery alloys
— Gravimetric determination with dimethylglyoxime*

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

[ISO 11490:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c6e253e5-066c-4d06-bf44-6068f3648d0f/iso-11490-2015)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c6e253e5-066c-4d06-bf44-6068f3648d0f/iso-11490-2015>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11490:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c6e253e5-066c-4d06-bf44-6068f3648d0f/iso-11490-2015>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2015, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

	Page
Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Réactifs	1
5 Appareillage	2
6 Échantillonnage	2
7 Mode opératoire	2
8 Calcul et expression des résultats	4
8.1 Calcul.....	4
8.2 Répétabilité.....	4
9 Rapport d'essai	4
Annexe A (informative) Dispositif de réduction conformément à Rose	6
Bibliographie	7

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 11490:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c6e253e5-066c-4d06-bf44-6068f3648d0f/iso-11490-2015)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c6e253e5-066c-4d06-bf44-6068f3648d0f/iso-11490-2015>

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [Avant-propos — Informations supplémentaires](http://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c6c253e5-066c-4d06-b144-6068B648d0f/iso-11490-2015).

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 174, *Joaillerie, bijouterie*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 11490:1995), qui a fait l'objet d'une révision technique. Les modifications sont les suivantes:

- a) ajout d'une balance analytique à [l'Article 5](#);
- b) modification d'exigence pour l'échantillonnage à [l'Article 6](#);
- c) ajout d'un avertissement à [l'Article 7](#), spécifiant qu'il convient de suivre des procédures adéquates en matière de santé et de sécurité;
- d) norme révisée au niveau éditorial.

Introduction

Les définitions suivantes permettent de comprendre la manière dont les Normes internationales et les autres documents normatifs ISO (Spécification technique, Spécification publiquement disponible ou Accord international d'atelier) doivent être appliqués:

- le verbe «devoir» indique une exigence;
- l'expression «il convient de» indique une recommandation;
- en anglais, l'auxiliaire «may» («pouvoir» en français) est utilisé pour indiquer que quelque chose est autorisé; et
- l'auxiliaire «can» (également «pouvoir» en français) est employé pour indiquer que quelque chose est possible, par exemple, qu'une organisation ou qu'un individu est susceptible de faire quelque chose.

Le paragraphe 3.3.1 des Directives ISO/IEC, Partie 2 (sixième édition, 2011) définit une exigence comme une «expression dans le contenu d'un document formulant les critères à respecter afin de prétendre à la conformité avec le document, et avec lesquels aucun écart n'est permis».

Le paragraphe 3.3.2 des Directives ISO/IEC, Partie 2 (sixième édition, 2011) définit une recommandation comme une «expression dans le contenu d'un document formulant qu'entre plusieurs possibilités, une est particulièrement appropriée, sans pour autant mentionner ou exclure les autres, ou qu'une certaine manière de faire est préférée sans être nécessairement exigée, ou encore (à la forme négative) qu'une certaine possibilité ou manière de faire est déconseillée mais non interdite».

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 11490:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c6e253e5-066c-4d06-bf44-6068f3648d0f/iso-11490-2015)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c6e253e5-066c-4d06-bf44-6068f3648d0f/iso-11490-2015>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11490:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c6e253e5-066c-4d06-bf44-6068f3648d0f/iso-11490-2015>

Joannerie, bijouterie — Dosage du palladium dans les alliages de palladium pour la bijouterie-joannerie — Dosage gravimétrique par la diméthylglyoxime

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode gravimétrique de dosage du palladium dans les alliages de palladium utilisés en bijouterie-joannerie, de titres compris, de préférence, dans les limites indiquées dans l'ISO 9202.

Ces alliages peuvent contenir de l'argent, de l'indium, du gallium, du cuivre, du cobalt, du nickel, de l'étain et du ruthénium. Les éléments coprécipités doivent être dosés au moyen d'une méthode adéquate, et une correction doit être appliquée.

2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à 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 11490:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c6e253e5-066c-4d06-bf44-6068B648d0f/iso-11490-2015)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c6e253e5-066c-4d06-bf44-6068B648d0f/iso-11490-2015>

3 Principe

L'échantillon est dissous dans de l'eau régale. Le palladium est précipité par la diméthylglyoxime. S'il est présent, l'argent est séparé sous forme de chlorure d'argent. Le composé de diméthylglyoxime de palladium est converti en palladium métallique par calcination, et ce dernier est ensuite dosé par gravimétrie.

4 Réactifs

4.1 Sauf spécification contraire, n'utiliser au cours de l'analyse que des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

4.2 Acide nitrique (HNO₃), environ à 65 % jusqu'à 70 % HNO₃ (fraction massique).

4.3 Acide chlorhydrique (HCl), à 30 % jusqu'à 37 % HCl (fraction massique).

4.4 Acide chlorhydrique dilué, à 8,5 % (fraction massique).

4.5 Diméthylglyoxime, solution.

Dissoudre 10 g de diméthylglyoxime dans 1 000 ml d'éthanol.

4.6 Chlorure d'ammonium.

4.7 Acide nitrique dilué, à 1,39 %.

Ajouter avec précaution 10 ml d'acide nitrique (4.2) à 1 000 ml d'eau et mélanger.

4.8 Acide fluorhydrique à 40 % (fraction massique).

4.9 Acide sulfurique dilué, à 50 % (fraction massique).

4.10 Gaz réducteur, tel que l'hydrogène ou un mélange hydrogène/azote.

4.11 Gaz inerte sous pression, le dioxyde de carbone ou l'azote sont couramment utilisés.

4.12 Eau régale.

Mélanger 3 volumes d'acide chlorhydrique (4.3) et 1 volume d'acide nitrique (4.2).

5 Appareillage

5.1 Appareillage ordinaire de laboratoire.

5.2 Dispositif de réduction, voir [Figure A.1](#).

5.3 Capsules en platine, d'un volume de 10 ml.

5.4 Spectrométrie d'absorption atomique (SAA) ou d'émission plasma à couplage inductif (ICP-OES), ou tout autre moyen permettant de doser des quantités de traces de métaux.

5.5 Four à moufle, pouvant atteindre une température minimale de 900 °C.

5.6 Papier filtre sans cendre, pouvant retenir des particules d'une taille supérieure à 3 µm.

5.7 Balance analytique, d'une précision de lecture de 0,01 mg.

6 Échantillonnage

La procédure d'échantillonnage doit être exécutée conformément à l'ISO 11596.

7 Mode opératoire

AVERTISSEMENT — Il convient de suivre des procédures adéquates en matière de santé et de sécurité.

7.1 Réduire l'épaisseur de l'échantillon jusqu'à ce qu'elle soit inférieure à 0,5 mm et peser à 0,01 mg près un échantillon contenant 150 mg à 200 mg de palladium. Transférer l'échantillon dans un bécher de forme haute de 800 ml. Ajouter 10 ml d'acide nitrique (4.2) et chauffer à une température de 70 °C à 80 °C pendant 20 min dans le bécher couvert d'un verre de montre avant d'ajouter 30 ml d'acide chlorhydrique (4.3) pour achever la mise en solution.

7.2 Si du chlorure d'argent insoluble se forme, le briser au moyen d'un agitateur en verre afin de s'assurer que tout le métal est dissous.

7.3 Retirer le verre de montre et laisser évaporer doucement jusqu'à siccité. Dissoudre le résidu avec 10 ml d'acide chlorhydrique (4.3) et diluer à 100 ml environ.

7.4 Si un précipité se forme, le laisser se reposer pendant environ 12 h dans un lieu sombre. Filtrer et rincer avec de l'acide nitrique dilué (4.7). Conserver le précipité pour le dosage des traces de palladium au moyen d'un dispositif adéquat (5.4).

7.5 Ajouter à la solution claire de 7.3 (ou au filtrat et aux produits de lavage de 7.4) 20 ml d'acide chlorhydrique, diluer à 400 ml environ, faire refroidir à une température de 15 °C et ajouter une solution de diméthylglyoxime par fractions de 5 ml jusqu'à un total de 30 ml par 100 mg de palladium prévu.

7.6 Laisser reposer pendant 1 h, filtrer et rincer avec une solution de diméthylglyoxime (4.5) diluée 10 fois avec de l'eau. Conserver le filtrat et les produits de lavage rassemblés pour doser le palladium avec un dispositif adéquat (5.4) et effectuer une correction si nécessaire.

7.7 Transférer le précipité et le filtre dans un creuset en porcelaine taré. Aplatir légèrement le filtre pour obtenir une surface plate et sécher dans une étuve à une température de 110 °C à 120 °C pendant 3 h. Couvrir avec une couche de chlorure d'ammonium (4.6) d'environ 3 mm d'épaisseur (environ 4 g pour un creuset de 40 mm de diamètre) afin d'éviter toute perte de palladium pendant la calcination.

7.8 Chauffer doucement le creuset (pendant environ 40 min) pour carboniser le papier, puis pour décomposer le complexe du palladium et éliminer le chlorure d'ammonium. Lorsque la fumée a disparu, calciner à une température de 800 °C ± 50 °C pendant 1 h.

NOTE Le chlorure d'ammonium se décompose à une température de 340 °C.

7.9 Le palladium partiellement oxydé est réduit à l'état métallique en le chauffant en présence d'un gaz réducteur (4.10) et en le laissant refroidir dans une atmosphère de gaz inerte (4.11).

7.10 Peser le produit afin d'obtenir la masse approximative du palladium.

7.11 Transférer le palladium impur dans une capsule en platine (5.3). Humecter avec de l'acide fluorhydrique (4.8) et ajouter trois gouttes d'acide sulfurique dilué (4.9). Chauffer jusqu'à ce que la solution commence à fumer. Refroidir, puis reprendre le résidu avec un peu d'eau chaude. Filtrer et rincer avec de l'eau. Combiner le filtrat et les eaux de lavage avec celles de la filtration précédente. Transférer le palladium et le filtre dans un creuset, calciner à une température d'environ 700 °C, et réduire de la manière décrite en 7.9. Effectuer une nouvelle pesée afin d'obtenir la masse finale.

7.12 Si l'on suspecte une contamination du palladium, celui-ci doit être dissous dans de l'eau régale (4.12), les éléments dosés au moyen d'une méthode spectrométrique et leur masse soustraite de la masse finale du palladium; le palladium peut également être purifié en répétant les étapes du mode opératoire de 7.1 à 7.11.

7.13 La présence éventuelle de palladium dans les filtrats et produits de lavage combinés est vérifiée par des moyens instrumentaux, comme des spectrométries d'absorption atomique (SAA) ou d'émission plasma à couplage inductif (ICP-OES) (5.4). L'excédent de diméthylglyoxime est détruit par évaporation jusqu'à siccité, puis en traitant les résidus par l'eau régale (4.12). La solution ainsi obtenue est comparée aux solutions étalons de palladium contenant des quantités équivalentes d'acides et de tampons spectroscopiques.