NORME INTERNATIONALE

ISO 11494

Deuxième édition 2014-12-01

Joaillerie, bijouterie — Dosage du platine dans les alliages de platine pour la joaillerie, bijouterie — Méthode par ICP-OES utilisant l'yttrium comme étalon interne

iTeh STAICP-OES method using yttrium as internal standard element

(standards.iteh.ai)

ISO 11494:2014

https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b26f8714-3a9e-4c9a-9226-ba0daa54a054/iso-11494-2014



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 11494:2014 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b26f8714-3a9e-4c9a-9226-ba0daa54a054/iso-11494-2014



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2014

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
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

| Sor | Sommaire | | |
|-------|-----------------------------------|--|----|
| Avar | ıt-prop | OS | iv |
| Intro | ductio | n | v |
| 1 | Dom | aine d'application | 1 |
| 2 | Références normatives | | 1 |
| 3 | Tern | nes et définitions | 1 |
| 4 | | | |
| 5 | | | |
| 6 | Réactifs Matériel Échantillonnage | | |
| 7 | | | |
| 8 | Mode opératoire | | |
| | 8.1 | Solution d'étalon interne | |
| | 8.2 | Solutions d'étalonnage | |
| | 8.3 | Solutions échantillons | 3 |
| | 8.4 | Préparation de la solution d'alliage de platine contenant du ruthénium, de | |
| | | l'iridium ou du tungstène | 3 |
| | 8.5 | Mesurages | |
| | 8.6 | Calcul et expression des résultats | 4 |
| 9 | Rép | étabilité iTeh STANDARD PREVIEW | 7 |
| 10 | Rap | port d'essai (standards.iteh.ai) | 7 |
| Bibli | | nie | |

ISO 11494:2014

https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b26f8714-3a9e-4c9a-9226-ba0daa54a054/iso-11494-2014

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 commo dité, 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.

https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b26f8714-3a9e-4c9a-9226-

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'150/TC 174, Joaillerie, bijouterie.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 11494:2008), qui a fait l'objet d'une révision technique. Les modifications suivantes ont été apportées:

- a) modification du domaine d'application, faisant de la présente méthode la méthode recommandée;
- b) ajout d'un avertissement dans l'<u>Article 8</u>, selon lequel il convient de suivre des modes opératoires appropriés en matière de santé et de sécurité;

ajout d'une solution étalon en 8.1;

- d) ajout d'une solution d'étalonnage alternative en 8.2.2;
- e) ajout d'une solution échantillon alternative en 8.3.2;
- f) ajout d'un mode de calcul alternatif en 8.6.4;
- g) révision éditoriale de la Norme internationale.

Introduction

Les définitions suivantes s'appliquent lorsqu'il s'agit de comprendre comment mettre en œuvre une Norme internationale ISO et d'autres référentiels ISO normatifs (TS, PAS, IWA):

- « doit » indique une exigence;
- « il convient de » indique une recommandation;
- « peut » (en anglais « may ») est utilisé pour indiquer que quelque chose est autorisé;
- « peut » (en anglais « can ») est employé pour indiquer que quelque chose est possible, par exemple, qu'une organisation ou un individu est susceptible de faire quelque chose.

Au paragraphe 3.3.1 des Directives ISO/IEC, Partie 2, (sixième édition, 2011), le terme exigence est défini de la façon suivante: « 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 ».

Au paragraphe 3.3.2 des Directives ISO/IEC, Partie 2, (sixième édition, 2011), le terme recommandation est défini de la façon suivante: « 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 11494:2014 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b26f8714-3a9e-4c9a-9226-ba0daa54a054/iso-11494-2014

© ISO 2014 - Tous droits réservés

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 11494:2014

https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b26f8714-3a9e-4c9a-9226-ba0daa54a054/iso-11494-2014

Joaillerie, bijouterie — Dosage du platine dans les alliages de platine pour la joaillerie, bijouterie — Méthode par ICP-OES utilisant l'vttrium comme étalon interne

Domaine d'application

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

La présente méthode s'applique aux alliages de platine pour la joaillerie, bijouterie pouvant contenir de l'argent, de l'indium, de l'iridium, du gallium, du cuivre, du cobalt, du nickel, de l'étain et du ruthénium, Toutefois, cette liste n'est pas exhaustive et il faut toujours prendre soin de rechercher d'éventuels effets d'interférences.

La présente méthode est destinée à être utilisée comme méthode recommandée pour la détermination du titre des alliages traités dans l'ISO 9202 jusqu'à 990 ‰.

Références normatives TANDARD PREVIEW

Les documents suivants, en totalité ou en partie, sont référencés de manière normative dans le présent document et sont indispensables pour son application. 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 11494:2014

https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b26f8714-3a9e-4c9a-9226-ISO 11596, Joaillerie, bijouterie — <u>Léchantillonnage1</u> des <u>ralliages</u> de métaux précieux pour la joaillerie, bijouterie et produits associés

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 Principe

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 optique à plasma induit par haute fréquence (ICP-OES), la teneur en platine de la solution échantillon est mesurée en comparant le rapport des intensités de l'émission spectrale du platine (raies recommandées: 265,95 nm, 214,42 nm, 299,80 nm ou 306,47 nm) et des raies appropriées de l'yttrium avec les rapports d'intensité pour les 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 ou du tungstène.

5 Réactifs

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. Tous les réactifs doivent être exempts de platine.

- **5.1 Acide chlorhydrique** (HCl): à environ 30 % jusqu'à 37 % de HCl (fraction massique).
- **5.2 Acide nitrique** (HNO₃): à environ 65 % jusqu'à 70 % de HNO₃ (fraction massique).
- **5.3** Platine pur (Pt).

La teneur en platine doit être d'au moins 999,9 ‰. Si une teneur en platine plus faible (999,5 ‰) est utilisée, il convient d'apporter les corrections appropriées.

5.4 Étalon interne: composé d'yttrium tel que le chlorure d'yttrium (YCl $_3 \cdot 6H_2O$) ou l'oxyde d'yttrium (Y $_2O_3$), de qualité analytique.

5.5 Cuivre pur.

La teneur en cuivre doit être de 999,9 ‰ et exempte de platine.

5.6 Acide orthophosphorique (H₃PO₄): à 85 % (fraction massique).

5.7 Eau régale. iTeh STANDARD PREVIEW

Mélanger 3 volumes d'acide chlorhydrique (5.1) et 1 volume d'acide nitrique (5.2).

6 Matériel

ISO 11494:2014 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b26f8714-3a9e-4c9a-9226-ba0daa54a054/iso-11494-2014

- 6.1 Appareillage courant de laboratoire.
- **6.2 Spectromètre ICP-OES**, permettant de mesurer simultanément l'émission du platine et la raie d'émission de l'étalon interne yttrium, avec une résolution optique minimale de 0,02 nm;
- **6.3 Balance analytique**, d'une précision de 0,01 mg.

7 Échantillonnage

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

8 Mode opératoire

AVERTISSEMENT — Il convient de suivre des modes opératoires appropriés en matière de santé et de sécurité.

8.1 Solution d'étalon interne

Dissoudre environ 680 mg de YCl $_3 \cdot 6H_2O$ (5.4) dans 200 ml d'eau et compléter à 1 000 ml avec de l'eau. En méthode alternative, dissoudre environ 250 mg de Y $_2O_3$ dans un mélange contenant 25 ml d'eau et 25 ml d'acide nitrique, 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 8.2) et aux solutions échantillons (voir 8.3).

8.2 Solutions d'étalonnage

8.2.1 Peser environ 100 mg de platine, à 0,01 mg près, les introduire dans une fiole jaugée tarée de 100 ml et ajouter 40 ml d'eau régale (5.7). Chauffer doucement jusqu'à dissolution complète de l'échantillon. Laisser refroidir. Compléter à 100 ml avec de l'eau et mélanger soigneusement. Peser cette solution mère de platine.

Peser environ 4,5 g, 5,5 g, 6,5 g, 7,5 g, 8,25 g, 8,5 g, 8,75 g, 9,25 g, 9,5 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 (8.1), 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.

8.2.2 En méthode alternative, peser 45 mg, 55 mg, 65 mg, 75 mg, 82,5 mg, 85 mg, 87,5 mg, 92,5 mg, 95 mg et 97,5 mg de platine, à 0,01 mg près, en versant chaque fraction dans une fiole de 1 000 ml. Dissoudre dans un mélange de 100 ml de HCl (5.1) et de 30 ml de HNO $_3$ (5.2). Ajouter 100 g de solution d'étalon interne (8.1) à 0,01 g près. Ajouter 100 ml de HCl (5.2) et compléter à 1 000 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 500 ml au maximum. La concentration en acide des solutions d'étalonnage et celle des solutions échantillons doivent être équivalentes. EVIEV

NOTE En fonction de la gamme des teneurs en platine des échantillons, les étalons ne sont pas tous nécessaires.

8.3 Solutions échantillons

ISO 11494:2014

https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b26f8714-3a9e-4c9a-9226-

8.3.1 Peser environ 100 mg d'échantillon, à 0,011 mg près, les dissoudre puis procéder comme décrit en 8.2.1. Peser environ 10 g de cette solution mère échantillon, à 0,001 g près, les introduire dans une fiole jaugée de 100 ml et ajouter 10 g de solution d'étalon interne (8.1), à 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.

8.3.2 En méthode alternative, peser 100 mg d'échantillon, à au moins 0,01 mg près, les introduire dans une fiole de 1 000 ml, les dissoudre puis procéder comme décrit en 8.2.2.

En présence de certains autres éléments (par exemple de l'argent), il peut s'avérer nécessaire d'augmenter la concentration en HCl jusqu'à 500 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 davantage affectés par une variation de l'homogénéité de la matière échantillonnée.

8.4 Préparation de la solution d'alliage de platine contenant du ruthénium, 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.