
**Joannerie, bijouterie — Dosage
du palladium dans les alliages de
palladium pour la joannerie, bijouterie
— Méthode par ICP-OES utilisant
l'yttrium comme étalon interne**

*Jewellery — Determination of palladium in palladium jewellery alloys
— ICP-OES method using yttrium as internal standard element*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11495:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8dbd70cb-122e-44f8-b333-319a8e6551d9/iso-11495-2014>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11495:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8dbd70cb-122e-44f8-b333-319a8e6551d9/iso-11495-2014>



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

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Brève description de la méthode	1
5 Réactifs	2
6 Matériel	2
7 Échantillonnage	2
8 Mode opératoire	2
8.1 Solution d'étalon interne.....	2
8.2 Solutions d'étalonnage.....	2
8.3 Solutions échantillons.....	3
8.4 Mesurages.....	3
8.5 Calcul et expression des résultats.....	4
9 Répétabilité	7
10 Rapport d'essai	7
Bibliographie.....	8

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 11495:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8dbd70cb-122e-44f8-b333-319a8e6551d9/iso-11495-2014)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8dbd70cb-122e-44f8-b333-319a8e6551d9/iso-11495-2014>

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/CEI, 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/CEI, 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://www.iso.org/standards/information).

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 11495:2008), 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'[Article 8](#), selon lequel il convient de suivre des modes opératoires appropriés en matière de santé et de sécurité;
- c) 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 [8.5.4](#);
- 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 11495:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8dbd70cb-122e-44f8-b333-319a8e6551d9/iso-11495-2014)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8dbd70cb-122e-44f8-b333-319a8e6551d9/iso-11495-2014>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11495:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8dbd70cb-122e-44f8-b333-319a8e6551d9/iso-11495-2014>

Joierie, bijouterie — Dosage du palladium dans les alliages de palladium pour la joierie, bijouterie — Méthode par ICP-OES 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 joierie, 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 teneur en palladium des alliages se situe, de préférence, entre 500 ‰ (millièmes) et 950 ‰ de palladium.

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

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

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, *Joierie, bijouterie — Échantillonnage des alliages de métaux précieux pour la joierie, 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 optique à plasma induit par haute fréquence (ICP-OES), la teneur en palladium de la solution échantillon est mesurée en comparant le rapport des intensités de l'émission spectrale du palladium (raie recommandée: 340,45 nm) et de l'yttrium (à 371,03 nm), ou d'autres raies appropriées, avec les rapports d'intensité pour les 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 détecter d'éventuelles interférences spectrales et de vérifier les performances de l'appareil.

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 palladium.

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 Palladium pur (Pd).

La teneur en palladium doit être d'au moins 999,9 ‰. Si une teneur en palladium 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 (YCl₃ • 6H₂O) ou l'oxyde d'yttrium (Y₂O₃), de qualité analytique.

5.5 Eau régale.

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

6 Matériel

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

6.1 Appareillage courant de laboratoire.

6.2 Spectromètre ICP-OES, permettant de mesurer simultanément la raie d'émission de palladium 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 YCl₃ • 6H₂O (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 Y₂O₃ 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 palladium, à 0,01 mg près, les introduire dans une fiole jaugée tarée de 100 ml et ajouter 40 ml d'eau régale (5.5). 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 palladium.

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 (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, 85 mg, 95 mg et 98 mg de palladium, à 0,01 mg près, en versant chaque fraction dans une fiole de 1 l. Dissoudre dans un mélange de 100 ml de HCl (5.1) et de 30 ml de HNO₃ (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 l 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.

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

8.3 Solutions échantillons

8.3.1 Peser environ 100 mg d'échantillon, à 0,01 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. 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 0,01 mg près, dans une fiole de 1 l, 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 Mesurages

L'unité informatique du spectromètre ICP-OES est utilisée pour établir un programme permettant de mesurer simultanément les intensités des raies d'émission du palladium à 340,45 nm et de l'étalon interne yttrium (à 371,03 nm). Monter l'appareil conformément aux instructions du fabricant et choisir les positions appropriées de correction du fond. La torche, la chambre de nébulisation et les tubes pour échantillons utilisés doivent être propres et le plasma doit être stabilisé avant emploi en suivant les recommandations du fabricant des instruments.

Chaque solution étalon et chaque solution échantillon doivent faire l'objet d'une stabilisation d'une durée minimale de 30 s, suivie des temps d'intégration et du nombre d'intégrations requis pour obtenir un écart-type relatif maximal de 0,2 % [voir 8.5.2, Équation (1)]. La masse exacte de palladium de la solution échantillon résulte du mesurage des deux solutions d'étalonnage encadrant la valeur approximative de la solution échantillon [voir 8.5.3, Équation (4) ou 8.5.4, Équation (9) en fonction du mode de préparation des solutions d'étalonnage et des solutions échantillons].