

---

---

**Joannerie, bijouterie — Dosage de  
l'argent dans de l'argent 999 0/00 —  
Méthode de la différence utilisant ICP  
OES**

*Jewellery — Determination of silver in 999 0/00 silver jewellery alloys  
— Difference method using ICP-OES*

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

[ISO 15096:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f27da2d6-b986-44a1-90a6-232573566b81/iso-15096-2014)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f27da2d6-b986-44a1-90a6-232573566b81/iso-15096-2014>



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

ISO 15096:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f27da2d6-b986-44a1-90a6-232573566b81/iso-15096-2014>



**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](mailto:copyright@iso.org)

Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Principe</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Échantillonnage</b> .....	<b>1</b>
<b>5</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>1</b>
<b>6</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>2</b>
<b>7</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>2</b>
7.1   Solutions échantillons.....	2
7.2   Solutions d'étalonnage de la matrice d'argent (10 g/l).....	3
7.3   Solutions d'étalonnage de la matrice de l'eau régale.....	3
7.4   Mesurages.....	3
<b>8</b> <b>Calcul et expression des résultats</b> .....	<b>3</b>
8.1   Courbes d'étalonnage.....	3
8.2   Calculs.....	4
8.3   Répétabilité.....	4
<b>9</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>4</b>
<b>Annexe A (normative) Longueurs d'onde</b> .....	<b>6</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>7</b>

iTech STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)  
ISO 15096:2014  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f27da2d6-b986-44a1-90a6-232573566b81/iso-15096-2014>

## 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](http://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](http://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/standards/sist/f27da2d6-b986-44a1-90a6-232573566b81/iso-15096-2014).

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 15096:2008), 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 de l'argent et du nitrate d'argent dans l'[Article 5](#);
- c) ajout d'un avertissement dans l'[Article 7](#), selon lequel il convient de suivre des modes opératoires appropriés en matière de santé et de sécurité;
- d) modification de la solution échantillon en [7.1](#);
- e) division du Paragraphe 7.2 « Solutions d'étalonnage » en [7.2](#) « Solutions d'étalonnage de la matrice d'argent » et [7.3](#) « Solutions d'étalonnage de la matrice de l'eau régale »;
- f) modification du Paragraphe [8.2](#) « Méthode de calcul »;
- g) modification de la répétabilité à 0,1 ‰;
- h) changement des longueurs d'onde dans le [Tableau A.1](#);
- i) révision éditoriale de la norme.

## 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 15096:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f27da2d6-b986-44a1-90a6-232573566b81/iso-15096-2014)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f27da2d6-b986-44a1-90a6-232573566b81/iso-15096-2014>

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

ISO 15096:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f27da2d6-b986-44a1-90a6-232573566b81/iso-15096-2014>

# Joellerie, bijouterie — Dosage de l'argent dans de l'argent 999 0/00 — Méthode de la différence utilisant ICP OES

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie le mode opératoire d'analyse pour le dosage de l'argent présentant une teneur nominale minimale de 999 ‰ (millièmes), en mesurant les éléments spécifiques énumérés dans le [Tableau A.1](#).

La présente Norme internationale spécifie une méthode destinée à être utilisée comme méthode recommandée pour la détermination du titre des alliages d'argent 999 ‰ 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, *Joellerie, bijouterie — Échantillonnage des alliages de métaux précieux pour la joellerie, bijouterie et produits associés*

(standards.iteh.ai)

## 3 Principe

L'échantillon est pesé et dissout dans de l'acide nitrique pour préparer une solution à 10 g/l. La matière qui peut être présente en suspension dans cette solution est isolée par centrifugation et dissoute dans de l'eau régale. Les deux solutions sont soumises à une analyse individuelle par ICP-OES; la teneur totale de chaque impureté dans l'échantillon est obtenue en additionnant les résultats des deux analyses. 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.

## 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.

**5.1 Acide chlorhydrique (HCl):** à environ 30 % jusqu'à 37 % de HCl (fraction massique).

**5.2 Acide nitrique (HNO<sub>3</sub>):** à environ 65 % jusqu'à 70 % de HNO<sub>3</sub> (fraction massique).

**5.3 Solution mère 1** (ne devant contenir aucun chlorure): tous les éléments donnés dans le [Tableau A.1](#) (100 mg/l de chacun) dans 1 mol/l de HNO<sub>3</sub> (5.2). Il convient de préparer la solution juste avant utilisation.

**5.4 Solution mère 2** (pouvant contenir des chlorures et des nitrates): Al, Au, Cr, Fe, Mg, Ni, Pt et Sn (100 mg/l de chacun) dans 1 mol/l de HCl (5.2) ou de HNO<sub>3</sub> (5.3). Il convient de préparer la solution juste avant utilisation.

**5.5 Eau régale** (qu'il convient de préparer juste avant utilisation).

Mélanger 3 volumes d'acide chlorhydrique (5.2) et 1 volume d'acide nitrique (5.3).

**5.6 Argent**, 999,9 ‰ au minimum, ou;

**5.7 Nitrate d'argent** de qualité photographique.

## 6 Appareillage

**6.1 Appareillage courant de laboratoire.**

**6.2 Spectromètre ICP-OES**

- 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, et
- ayant une capacité de correction du fond.

NOTE Voir l'Annexe A pour la longueur d'onde à privilégier.

**6.3 Balance analytique**, d'une précision de 0,1 mg.

**6.4 Centrifugeuse**, convenant pour des tubes de 10 ml à 50 ml et tournant à 3 000 tr/min (tours par minute) ou plus.

## 7 Mode opératoire

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

**7.1 Solutions échantillons**

Chaque échantillon doit être analysé deux fois et doit être préparé de la manière suivante:

Peser environ 500 mg de la portion d'échantillon, à 0,1 mg près, les introduire dans un bécher de 50 ml; ajouter 7,5 ml de H<sub>2</sub>O et 7,5 ml de HNO<sub>3</sub> (5.2). Chauffer doucement jusqu'à dissolution complète de l'échantillon, puis continuer à chauffer jusqu'à évacuation des oxydes d'azote. Ajouter 10 ml d'eau. Après refroidissement à la température ambiante, transvaser la solution du bécher de 50 ml dans le tube de la centrifugeuse. Centrifuger le mélange à 3 000 tr/min pendant 5 min et transvaser la phase liquide dans une fiole jaugée de 50 ml. Ajouter 5 ml d'eau au résidu, centrifuger à nouveau le mélange à 3 000 tr/min pendant encore 5 min et transvaser la nouvelle phase liquide formée dans la fiole jaugée de 50 ml. Répéter cette opération trois fois. Compléter la solution au volume de 50 ml avec de l'eau. Analyser cette solution sans attendre, en utilisant les solutions d'étalonnage spécifiées en 7.2.

Ajouter 2 ml d'eau régale fraîchement préparée (5.5) au résidu après centrifugation. Chauffer à 80 °C pendant 2 h. Refroidir à la température ambiante. Transvaser dans une fiole jaugée de 5 ml, rincer avec de l'eau et compléter à 5 ml avec de l'eau. Analyser cette solution, en utilisant les solutions d'étalonnage de l'eau régale spécifiées en 7.3.

## 7.2 Solutions d'étalonnage de la matrice d'argent (10 g/l)

**Solution à blanc 1.** Peser environ 500 mg d'argent (5.6) ou environ 787 mg de nitrate d'argent (5.7) et dissoudre conformément à 7.1. Laisser refroidir, compléter à 50 ml avec de l'eau et mélanger soigneusement.

**Solution d'étalonnage 1.** Peser environ 500 mg d'argent (5.6) ou environ 787 mg de nitrate d'argent (5.7) et dissoudre conformément à 7.1. Laisser refroidir. Ajouter 2,5 ml de solution mère 1 (5.3), compléter la solution à 50 ml avec de l'eau et mélanger soigneusement. Cette solution est instable et il convient de la préparer juste avant utilisation.

## 7.3 Solutions d'étalonnage de la matrice de l'eau régale

**Solution à blanc 2.** Verser 20 ml d'eau régale (5.5) dans une fiole jaugée de 50 ml. Compléter à 50 ml avec de l'eau et mélanger soigneusement.

**Solution d'étalonnage 2.** Verser 20 ml d'eau régale (5.5) dans une fiole jaugée de 50 ml, ajouter 2,5 ml de solution mère 2 (5.4), compléter à 50 ml avec de l'eau et mélanger soigneusement.

## 7.4 Mesurages

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.

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 indiquer exactement les concentrations à la limite de détection des éléments concernés.

Chaque solution doit faire l'objet d'une stabilisation d'une durée minimale de 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).

La durée du rinçage entre deux mesurages doit être suffisante pour permettre le retour du signal de chaque impureté à la ligne de base.

Chaque analyse (argent à 10 g/l et eau régale) doit être réalisée séparément avec les solutions d'étalonnage spécifiées en 7.2 et en 7.3.

## 8 Calcul et expression des résultats

### 8.1 Courbes d'étalonnage

Calculer les courbes d'étalonnage pour chaque élément en utilisant les solutions à blanc et les solutions d'étalonnage.