
**Joaillerie, bijouterie et métaux
précieux — Confirmation du titre
de métal précieux par analyse non
destructive ED-XRF**

*Jewellery and precious metals — Non destructive precious metal
fineness confirmation by ED-XRF*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 23345:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8cc1c843-0f07-4c97-97f1-19041e23bb60/iso-23345-2021)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8cc1c843-0f07-4c97-97f1-19041e23bb60/iso-23345-2021>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 23345:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8cc1c843-0f07-4c97-97f1-19041e23bb60/iso-23345-2021>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2021

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée 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 401 • Ch. de Blandonnet 8

CH-1214 Vernier, Genève

Tél.: +41 22 749 01 11

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 Principe	2
5 Appareillage	2
6 Mode opératoire	3
6.1 Étalonnage.....	3
6.1.1 Étalons.....	3
6.1.2 Étalonnage de la méthode.....	3
6.2 Vérification.....	3
6.2.1 Matériau de référence.....	3
6.2.2 Vérification de la méthode.....	4
6.3 Analyse.....	4
6.3.1 Préparation des échantillons.....	4
6.3.2 Analyse des échantillons.....	4
7 Calcul et expression des résultats	4
7.1 Calcul.....	4
7.2 Incertitude.....	5
7.3 Interprétation des résultats.....	5
8 Rapport d'essai	6
Bibliographie	7

ITEH STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO 23345:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8cc1c843-0f07-4c97-97f1-19041e23bb60/iso-23345-2021>

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 nature volontaire des normes, 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'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/avant-propos.html.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 174, *Joellerie, bijouterie et métaux précieux*.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/members.html.

Introduction

Le présent document décrit une méthode non destructive pour vérifier (confirmer) le titre des articles de bijouterie finis et semi-finis considérés homogènes par ED-XRF (fluorescence X à dispersion d'énergie).

De multiples méthodes sont disponibles pour déterminer le titre des alliages de métaux précieux. Toutefois, elles nécessitent toutes la destruction de l'échantillon et une durée d'analyse importante, par exemple pour la coupellation de l'or selon l'ISO 11426. Dans certains cas, la destruction de l'échantillon n'est pas une option. La présente méthode propose une alternative non destructive qui permet de valider un titre déclaré.

La norme n'est pas adaptée à l'application du poinçonnage réglementaire. Compte tenu de la plus grande incertitude inhérente aux mesurages par ED-XRF, certains résultats peuvent être non concluants.

Le document donne des lignes directrices sur

- l'instrumentation,
- le nombre et la composition des étalons nécessaires pour l'étalonnage,
- la composition du matériau de référence nécessaire pour vérifier l'étalonnage,
- le nombre de mesurages et de répliques sur l'échantillon dont le titre doit être vérifié,
- le calcul de l'incertitude, et
- l'interprétation des résultats.

ITIH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8cc1c843-0f07-4c97-97f1-19041e23bb60/iso-23345-2021>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 23345:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8cc1c843-0f07-4c97-97f1-19041e23bb60/iso-23345-2021>

Joellerie, bijouterie et métaux précieux — Confirmation du titre de métal précieux par analyse non destructive ED-XRF

1 Domaine d'application

Le présent document décrit une méthode non destructive pour vérifier (confirmer) le titre de métaux précieux d'un ou de plusieurs articles de bijouterie finis et semi-finis considérés homogènes par ED-XRF (fluorescence X à dispersion d'énergie), incluant les alliages spécifiés dans l'ISO 9202.

Le présent document n'est pas adapté aux articles revêtus. Les appareils WD-XRF (fluorescence X à dispersion de longueur d'onde) ne peuvent pas être utilisés.

2 Références normatives

Le présent document ne contient aucune référence normative.

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

3.1

ED-XRF

fluorescence X à dispersion d'énergie

méthode d'analyse élémentaire par fluorescence de rayons X où tous les éléments de l'échantillon sont excités simultanément et où les intensités du rayonnement de fluorescence caractéristique émis par chaque élément sont quantifiées en séparant les énergies différentielles spécifiques à chaque élément

3.2

foyer

zone cible sur l'échantillon où le faisceau du rayon X percute la surface

3.3

étalon

matériau avec une homogénéité appropriée dont la composition exacte est connue et qui peut être utilisé pour étalonner l'instrument ED-XRF (3.1)

3.4

matériau de référence

MR

matériau avec une homogénéité appropriée dont la composition exacte est connue et qui a été établi pour être adapté au mesurage par ED-XRF (3.1)

3.5
élément majeur

principal élément métallique précieux d'intérêt dans l'alliage dont il faut vérifier la concentration, ainsi que tout autre élément dont la concentration est plus élevée

EXEMPLE Dans le cas de l'alliage d'or 375 ‰ avec 500 ‰ de cuivre, l'or et le cuivre sont les éléments majeurs.

3.6
élément mineur

tout *élément non majeur* (3.5) dans l'alliage dont la concentration est supérieure ou égale à 1 ‰

3.7
élément trace

élément présent dans l'alliage dont la concentration est inférieure à 1 ‰

Note 1 à l'article: Les éléments trace ne sont pas pris en compte pour l'étalonnage. La somme de tous les éléments trace doit être inférieure à 1 ‰

3.8
revêtement

fine couche qui recouvre la surface de l'article

4 Principe

Un étalonnage spécifique est requis pour chaque composition d'alliage. Cet étalonnage est obtenu à partir d'au moins 3 étalons dont la composition correspond approximativement à celle de l'échantillon à analyser. Un matériau de référence est analysé pour vérifier l'étalonnage. Les échantillons peuvent ensuite être analysés et le titre du métal précieux vérifié.

Le présent document n'est pas approprié pour les articles revêtus. Si la détermination du titre est nécessaire sur un article revêtu, le revêtement doit être éliminé par tout moyen approprié.

5 Appareillage

5.1 Équipement ED-XRF, présentant les spécifications suivantes:

- tube à rayons X: adapté pour l'analyse des métaux précieux, tension et puissance minimales de 50 kV et de 40 W;
- filtre primaire: adapté pour l'analyse des métaux précieux;
- collimateur: au moins 2 collimateurs, dont au moins un <1 mm et un ≥1 mm;
- caméra: avec agrandissement de l'image de la zone de mesurage;
- détecteur: Si-PIN, SDD;
- résolution énergétique: ≤160 eV (pour la raie K α du Mn), plus la valeur eV est faible, meilleur sera le résultat;
- éléments pouvant être détectés: de Z = 22 (Ti) à Z = 92 (U).

6 Mode opératoire

6.1 Étalonnage

6.1.1 Étalons

Pour étalonner l'instrument pour un alliage donné, des étalons présentant les caractéristiques suivantes doivent être utilisés:

- surface plane et propre de taille appropriée, dont le diamètre est au moins 5 fois plus important que le collimateur utilisé pour les mesurages;
- suffisamment épais (au moins 0,5 mm);
- homogènes;
- composition exacte connue;
- composition des éléments majeurs et mineurs correspondant approximativement à celle de l'échantillon à analyser; les éléments traces peuvent être ignorés; au moins 3 étalons doivent être utilisés, avec la composition du ou des éléments majeurs qui couvre une gamme allant jusqu'à 50 %.
- il n'est pas nécessaire que les éléments mineurs en dessous de 5 % soient présents dans les étalons, mais ils doivent être déclarés dans l'étalonnage; ils peuvent être étalonnés à l'aide de l'étalonnage du fabricant de l'instrument.

EXEMPLE Pour le mesurage d'un alliage avec Au = 750 ‰, le titre en Au dans les étalons peut être 730 ‰, 750 ‰ et 770 ‰.

iTeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

6.1.2 Étalonnage de la méthode

ISO 23345:2021

L'instrument ED-XRF (5.1) doit être spécifiquement étalonné pour chaque échantillon à analyser. Chaque étalon doit être analysé au moins sur 5 positions différentes. L'écart-type obtenu pour les mesurages de chaque étalon ne doit pas dépasser 1,2 ‰ pour l'élément majeur.

Il convient d'appliquer des corrections pour les interférences entre les éléments.

L'analyse des étalons, du matériau de référence et des échantillons doit être réalisée en utilisant la même taille de collimateur et avec les mêmes paramètres (tension du tube, courant, etc.). Il convient d'utiliser le plus grand collimateur possible compatible avec la zone cible de l'échantillon.

6.2 Vérification

6.2.1 Matériau de référence

Pour vérifier l'étalonnage, un matériau de référence présentant les caractéristiques suivantes doit être utilisé:

- surface plane et propre de taille appropriée, dont le diamètre est au moins 5 fois plus important que le collimateur utilisé pour les mesurages;
- suffisamment épais (au moins 0,5 mm);
- homogène;
- composition exacte connue;
- non utilisé comme étalon;
- de préférence, matériau de référence certifié (MRC) et matériaux préparés conformément à l'accréditation ISO 17034;

- il convient que la composition du matériau de référence corresponde autant que possible à celle de l'échantillon: la différence absolue entre la concentration dans l'échantillon et dans le matériau de référence ne doit pas dépasser 10 ‰ pour les éléments majeurs et 20 ‰ pour les éléments mineurs. Les éléments traces peuvent être ignorés.

EXEMPLE Pour l'analyse d'un alliage Au à 750 ‰ – Ag à 240 ‰ – Cu à 10 ‰, les concentrations dans le matériau de référence sont comprises entre 740 ‰ et 760 ‰ pour l'Au, entre 260 ‰ et 220 ‰ pour l'Ag et entre 30 ‰ et 0 ‰ pour le Cu.

6.2.2 Vérification de la méthode

Avant chaque analyse de lot, l'étalonnage doit être contrôlé en analysant le matériau de référence.

Le matériau de référence doit être analysé au moins sur 5 positions différentes. La durée d'analyse pour chaque réplique ne doit pas dépasser la durée consacrée à l'étalonnage. L'écart-type obtenu pour les mesurages dans le matériau de référence ne doit pas dépasser 1,2 ‰ pour l'élément majeur. L'étalonnage est vérifié en comparant le titre mesuré pour le matériau de référence (obtenu en utilisant la valeur moyenne des analyses) et sa valeur déclarée. La différence, Δ_{MR} , entre ces deux valeurs ne doit pas être supérieure à 1,2 ‰ et sera prise en compte pour l'évaluation de l'incertitude de la méthode.

Si l'écart-type pour les mesurages ou la différence entre le titre mesuré pour le matériau de référence et sa valeur déclarée sont en dehors des tolérances, l'étalonnage doit être répété.

Le matériau de référence doit être analysé à intervalles réguliers dans les mêmes conditions pour contrôler la stabilité de l'instrument.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

6.3 Analyse

6.3.1 Préparation des échantillons

ISO 23345:2021

Les échantillons à analyser peuvent être nettoyés (généralement avec de l'alcool, mais il est également possible de réaliser un polissage mécanique d'une couche très mince) et préparés en vue d'obtenir une meilleure exactitude et d'exclure les erreurs systématiques potentielles.

NOTE La répétabilité et l'exactitude sont améliorées si la surface à analyser est préparée ou abrasée.

6.3.2 Analyse des échantillons

L'échantillon doit être analysé au moins sur 3 positions différentes. Chaque position est analysée avec au moins 3 répliques. La durée d'analyse pour chaque réplique doit être égale à la durée consacrée au matériau de référence.

Pour l'élément majeur, l'écart-type obtenu pour chaque ensemble de répliques ne doit pas dépasser 1,2 ‰, et l'écart-type obtenu pour chaque mesurage, $\sigma_{\text{échantillon}}$, ne doit pas dépasser 1,2 ‰.

Si ces écarts-types sont supérieurs aux tolérances, le résultat n'est pas valable et il faut renouveler l'analyse.

7 Calcul et expression des résultats

7.1 Calcul

Le titre de l'échantillon, en partie par mille (‰), est directement obtenu à partir du logiciel d'ED-XRF et doit correspondre à la moyenne de tous les mesurages effectués.