

---

---

**Joaillerie, bijouterie et métaux  
précieux — Dosage de l'argent à haute  
pureté — Méthode par différence  
utilisant l'ICP-OES**

*Jewellery and precious metals — Determination of high purity silver  
— Difference method using ICP-OES*

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

[ISO 15096:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c069092a-6cea-4dc2-8918-20f091b087ea/iso-15096-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c069092a-6cea-4dc2-8918-20f091b087ea/iso-15096-2020>



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

[ISO 15096:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c069092a-6cea-4dc2-8918-20f091b087ea/iso-15096-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c069092a-6cea-4dc2-8918-20f091b087ea/iso-15096-2020>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2020

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  
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
<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>Termes et définitions</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Principe</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>Échantillonnage</b> .....	<b>3</b>
<b>8</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>3</b>
8.1    Généralités.....	3
8.2    Solution échantillon.....	3
8.3    Solutions d'étalonnage avec une matrice d'argent (10 g/l).....	3
8.4    Solutions d'étalonnage avec une matrice d'eau régale.....	4
8.5    Mesurage.....	4
<b>9</b> <b>Calcul et expression des résultats</b> .....	<b>4</b>
9.1    Courbes d'étalonnage.....	4
9.2    Calcul.....	5
9.3    Répétabilité.....	5
<b>10</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>5</b>
<b>Annexe A</b> (informative) <b>Longueurs d'onde</b> .....	<b>7</b>
<b>Annexe B</b> (normative) <b>Détermination d'un titre supérieur ou égal à 999,9 ‰</b> .....	<b>8</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>10</b>

## 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 attirée 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 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/fr/avant-propos.html](http://www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html).

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

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 15096:2014), qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- a) modification du titre de la norme;
- b) modification du domaine d'application pour inclure également le dosage de l'argent avec une teneur nominale supérieure à 999 ‰ (millièmes);
- c) révision du présent document pour l'aligner sur la structure de l'ISO 15093.

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/fr/members.html](http://www.iso.org/fr/members.html).

# Joellerie, bijouterie et métaux précieux — Dosage de l'argent à haute pureté — Méthode par différence utilisant l'ICP-OES

## 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie le mode opératoire d'analyse pour le dosage de l'argent présentant une teneur nominale supérieure ou égale à 999 ‰ (millièmes).

Le présent document spécifie une méthode destinée à être utilisée comme méthode recommandée pour la détermination du titre de l'argent 999 ‰ ou plus. Pour la détermination d'un titre supérieur ou égal à 999,9 ‰, les modifications décrites dans l'[Annexe B](#) s'appliquent.

## 2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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*

## 3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

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/>

## 4 Principe

L'échantillon est pesé et dissous dans de l'acide nitrique pour préparer une solution à 10 g/l (une concentration plus élevée est utilisée pour un titre supérieur ou égal à 999,9 ‰). La suspension, qui peut être présente dans cette solution, est isolée par centrifugation ou microfiltration et dissoute dans l'eau régale. Les deux solutions d'acide nitrique et d'eau régale sont soumises à une analyse individuelle par ICP-OES et la teneur totale de chaque impureté dans l'échantillon (voir le [Tableau A.1](#) pour les longueurs d'onde) 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 ‰. Pour la détermination d'un titre supérieur ou égal à 999,9 ‰, les modifications décrites dans l'[Annexe B](#) doivent être appliquées.

## 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.

# ISO 15096:2020(F)

**5.1 Acide chlorhydrique** (HCl), de 30 % à 37 % de HCl (fraction massique).

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

**5.3 Eau régale** (qu'il convient de préparer juste avant utilisation). Mélanger 3 volumes d'acide chlorhydrique (5.1) et 1 volume d'acide nitrique (5.2).

**5.4 Solution mère A** (ne devant contenir aucun chlorure), Al, Cd, Cr, Cu, Fe, Mg, Mn (100 mg/l de chacun) dans 3 % à 7 % de HNO<sub>3</sub> (5.2) (fraction massique).

**5.5 Solution mère B** (ne devant contenir aucun chlorure), Ni, Sb, Se, Te, Ti (100 mg/l de chacun) dans 3 % à 7 % de HNO<sub>3</sub> (5.2) (fraction massique).

**5.6 Solution mère C** (ne devant contenir aucun chlorure), As, Bi, Co, Pb, Pt, Si, Sn, Zn (100 mg/l de chacun) dans 3 % à 7 % de HNO<sub>3</sub> (5.2) (fraction massique).

**5.7 Solution mère D** (ne devant contenir aucun chlorure), Ga, Ge, Hg, In, Pd, Tl (100 mg/l de chacun) dans 3 % à 7 % de HNO<sub>3</sub> (5.2) (fraction massique).

NOTE 1 Les éléments qui n'ont pas besoin d'être analysés peuvent être omis. D'autres éléments peuvent être ajoutés, à condition qu'ils soient stables et qu'ils ne génèrent pas d'interférences significatives.

NOTE 2 Les solutions mères «A à D» sont généralement préparées en mélangeant 10 % (du volume total) de chaque solution élémentaire à 1 000 mg/l avec 5 % d'acide nitrique (5.2) (fraction volumique) et en complétant avec de l'eau. Elles peuvent être conservées pendant 12 mois au maximum dans des conditions de stockage appropriées.

**5.8 Solution mère E** (pouvant contenir des chlorures et des nitrates), Al, Au, Cr, Fe, Mg, Ni, Pt, Sn (100 mg/l de chacun) dans 3 % à 7 % d'eau régale (5.3) (fraction volumique).

NOTE La solution mère «E» est généralement préparée en mélangeant 10 % (du volume total) de chaque solution élémentaire à 1 000 mg/l avec 5 % d'eau régale (5.3) (fraction volumique) et en complétant avec de l'eau. Elle peut être conservée pendant 12 mois au maximum dans des conditions de stockage appropriées.

**5.9 Matières de référence: argent**, d'une pureté minimale de 999,9 ‰. La teneur de chaque impureté doit être spécifiée et prise en compte dans l'étalonnage.

## 6 Appareillage

**6.1 Appareillage courant de laboratoire.**

**6.2 Spectromètre ICP-OES**, ayant une résolution optique minimale de 0,02 nm, une limite de détection de 0,02 mg/l ou mieux, et une capacité de correction du fond.

NOTE Voir l'[Annexe A](#) pour les longueurs 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 au moins 3 000 r/min (tours par minute); ou

**6.5 Système de microfiltration**, avec filtre à membrane en cellulose (d'une taille de pores d'environ 0,45 µm) et un système de vide.

## 7 Échantillonnage

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

## 8 Mode opératoire

### 8.1 Généralités

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

Tous les récipients et les flacons de réactifs doivent être en téflon (par exemple PFA, FEP) ou en plastique.

### 8.2 Solution échantillon

Pour chaque échantillon à analyser, deux solutions échantillons doivent être préparées de la manière suivante et analysées.

Il convient que l'échantillon soit décapé, lavé et séché avant utilisation pour éliminer toute contamination de surface.

Peser une prise d'essai de  $(500 \pm 10)$  mg de l'échantillon, à 0,1 mg près, transvaser dans un bécher de 50 ml et 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 r/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 r/min pendant encore 5 minutes et transvaser la nouvelle phase liquide formée dans la fiole jaugée de 50 ml. Répéter cette opération deux autres fois. Compléter le volume de la fiole jaugée à 50 ml avec de l'eau et mélanger soigneusement.

Sinon, après le refroidissement à la température ambiante, filtrer la solution à travers un système de microfiltration (6.5), ajouter le filtrat dans une fiole jaugée de 50 ml et compléter la solution au volume de 50 ml avec de l'eau et mélanger soigneusement. Analyser cette solution sans attendre, en utilisant les solutions d'étalonnage spécifiées en 8.3.

Ajouter 2 ml d'eau régale fraîchement préparée (5.3) au résidu après centrifugation ou microfiltration (si la microfiltration est utilisée, le filtre doit être également dissous). Chauffer jusqu'à dissolution complète, puis continuer à chauffer jusqu'à évacuation des oxydes d'azote. 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 d'eau régale spécifiées en 8.4.

### 8.3 Solutions d'étalonnage avec une matrice d'argent (10 g/l)

Peser trois prises d'essai de  $(500 \pm 10)$  mg d'argent (5.9) et dissoudre, laisser refroidir et transvaser dans des fioles jaugées de 50 ml chacune d'elles comme spécifié en 8.2.

#### 8.3.1 Solution à blanc 1.

Compléter à 50 ml avec de l'eau et mélanger soigneusement.

#### 8.3.2 Solution d'étalonnage 1.

Ajouter 5 ml de solution mère A (5.4) et 5 ml de solution mère B (5.5), compléter à 50 ml avec de l'eau et mélanger soigneusement. Cette solution est instable dans le temps et il convient de la préparer juste avant utilisation ou de valider sa stabilité.

### 8.3.3 Solution d'étalonnage 2.

Ajouter 5 ml de solution mère C (5.6) et 5 ml de solution mère D (5.7), compléter à 50 ml avec de l'eau et mélanger soigneusement. Cette solution est instable dans le temps et il convient de la préparer juste avant utilisation ou de valider sa stabilité.

Les volumes des solutions mères doivent être diminués pour qu'ils correspondent à la concentration en impuretés de l'échantillon. Il est possible d'utiliser un étalonnage en plusieurs points en ajoutant des solutions d'étalonnage ayant d'autres concentrations.

## 8.4 Solutions d'étalonnage avec une matrice d'eau régale

### 8.4.1 Solution à blanc 2.

Verser 20 ml d'eau régale (5.3) dans une fiole jaugée de 50 ml. Compléter à 50 ml avec de l'eau et mélanger soigneusement.

### 8.4.2 Solution d'étalonnage 3.

Verser 20 ml d'eau régale (5.3) dans une fiole jaugée de 50 ml, ajouter 2,5 ml de solution mère E (5.8), compléter à 50 ml avec de l'eau et mélanger soigneusement.

Le volume de la solution mère E (5.8) doit être diminué pour qu'il corresponde à la concentration en impuretés de l'échantillon.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

## 8.5 Mesurage

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 la solution à blanc et 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 d'au moins trois intégrations pour la détermination des intensités nettes (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 8.3 et en 8.4.

## 9 Calcul et expression des résultats

### 9.1 Courbes d'étalonnage

Déterminer la concentration de la solution à blanc et de la solution d'étalonnage, en tenant compte des impuretés introduites dans la solution par l'argent (5.9), puis calculer la courbe d'étalonnage pour chaque élément, en prenant les intensités nettes obtenues pour la solution à blanc et pour la solution d'étalonnage.



## 9.2 Calcul

À l'aide des courbes d'étalonnage (voir 9.1), convertir les valeurs d'intensité nette en valeurs de concentration pour chaque analyse, dans la matrice d'argent à 10 g/l et dans la matrice d'eau régale et utiliser la [Formule \(1\)](#) pour calculer le rapport de masse de chaque élément concerné ( $W_i$ ).

$$W_i = \frac{c_{i,Ag} \times V_{s,Ag}}{m_s} + \frac{c_{i,ar} \times V_{s,ar}}{m_s} \quad (1)$$

où

$c_{i,Ag}$  est la concentration de l'élément  $i$  dans la solution échantillon étalonnée avec la matrice d'argent (à 10 g/l), en milligrammes/litre;

$V_{s,Ag}$  est le volume de la solution échantillon étalonnée avec la matrice d'argent (à 10 g/l), en litres, (0,05 l comme défini en 8.2);

$c_{i,ar}$  est la concentration de l'élément  $i$  dans la solution échantillon étalonnée avec la matrice d'eau régale, en milligrammes/litre;

$V_{s,ar}$  est le volume de la solution échantillon étalonnée avec la matrice d'eau régale, en litres, (0,005 l comme défini en 8.2);

$m_s$  est la masse de l'échantillon métallique, en milligrammes.

La limite de détection est définie comme étant égale à trois écarts-types de la concentration de chaque élément isolé, mesurée dans la solution à blanc pour la matrice correspondante.

Le titre de l'argent ( $W_{sp}$ ), exprimé en millièmes (‰), est ainsi calculé à l'aide de la [Formule \(2\)](#):

$$W_{sp} = 1000 - (\sum W_i \times 1000) \quad (2)$$

où  $\sum W_i$  est la somme des rapports de masse de chaque élément trouvé au-dessus de sa limite de détection.

## 9.3 Répétabilité

Des dosages réalisés deux fois doivent donner des résultats différant de moins de 10 % de la somme des impuretés. Si la différence est plus grande, les dosages doivent être répétés.

## 10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comporter au moins les informations suivantes:

- l'identification de l'échantillon, y compris sa source, sa date de réception et sa forme;
- le mode opératoire d'échantillonnage;
- la méthode utilisée en se référant au présent document, c'est-à-dire l'ISO 15096:2020;
- la teneur en métaux précieux de l'échantillon, en millièmes (‰) (en masse), en valeurs individuelles et en moyennes; consigner les résultats à quatre décimales significatives;
- le cas échéant, tout écart par rapport à la méthode spécifiée dans le présent document;
- tous les détails inhabituels relevés au cours du dosage;
- la date de l'essai;
- l'identification du laboratoire effectuant l'essai;