

---

---

**Joaillerie, bijouterie et métaux  
précieux — Dosage du palladium dans  
les alliages de palladium — Méthode  
par ICP-OES utilisant un étalon interne**

*Jewellery and precious metals — Determination of palladium in  
palladium alloys — ICP-OES method using an internal standard  
element*

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

[ISO 11495:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/56dc99fc-f603-424c-ba1a-7bb301fd3603/iso-11495-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/56dc99fc-f603-424c-ba1a-7bb301fd3603/iso-11495-2019>



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

ISO 11495:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/56dc99fc-f603-424c-ba1a-7bb301fd3603/iso-11495-2019>



### DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2019

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>Matériel</b> .....	<b>2</b>
<b>7</b> <b>Échantillonnage</b> .....	<b>2</b>
<b>8</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>2</b>
8.1    Solution d'étalon interne.....	2
8.2    Solutions d'étalonnage.....	2
8.3    Solutions échantillons.....	2
8.4    Mesurages.....	2
<b>9</b> <b>Calcul et expression des résultats</b> .....	<b>3</b>
9.1    Calcul.....	3
9.2    Répétabilité.....	4
<b>10</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>5</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>6</b>

iTech STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 11495:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/56dc99fc-f603-424c-ba1a-7bb301fd3603/iso-11495-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/56dc99fc-f603-424c-ba1a-7bb301fd3603/iso-11495-2019>

## 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 [www.iso.org/avant-propos](http://www.iso.org/avant-propos).

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

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 11495:2014), qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- a) la définition d'encadrement à l'[Article 3](#) a été supprimée;
- b) les raies recommandées à l'[Article 4](#) ont été supprimées;
- c) les réactifs à l'[Article 5](#) ont été modifiés ou supprimés, et les exigences concernant l'yttrium en [5.4](#) ont été supprimées;
- d) la préparation de la solution d'étalon interne en [8.1](#) a été modifiée;
- e) la liste des étalons à préparer et les précisions sur leur qualification par linéarité ainsi que sur la manière de choisir les étalons bas et haut en [8.2](#) ont été modifiées;
- f) la méthode de préparation des aliquotes à la fois pour les solutions étalons et les solutions échantillons en [8.2](#) et [8.3](#) a été supprimée;
- g) la préparation des solutions étalons et des solutions échantillons en [8.2](#) et [8.3](#) a été modifiée;
- h) la définition d'encadrement et les raies recommandées en [8.4](#) ont été ajoutées;
- i) les formules en [9.1](#) ont été adaptées après avoir supprimé la méthode de préparation des aliquotes;
- j) la raie d'émission a été supprimée des informations à mentionner dans le rapport d'essai à l'[Article 10](#);

k) une révision éditoriale du document a été effectuée.

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).

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

ISO 11495:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/56dc99fc-f603-424c-ba1a-7bb301fd3603/iso-11495-2019>

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

ISO 11495:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/56dc99fc-f603-424c-ba1a-7bb301fd3603/iso-11495-2019>

# Joierie, bijouterie et mtaux prcieux — Dosage du palladium dans les alliages de palladium — Mthode par ICP-OES utilisant un tetalon interne

## 1 Domaine d'application

Le prsent document dcrit un mode opratoire analytique pour le dosage du palladium dans les alliages de palladium, d'une teneur nominale allant jusqu'à 990 ‰ (millièmes), notamment pour les alliages conformes à l'ISO 9202.

## 2 Rfrences normatives

Le prsent document ne contient aucune rfrerence normative.

## 3 Termes et dfinitions

Aucun terme n'est dfini dans le prsent document.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de donnes 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

Au moins deux chantillons pesés avec exactitude sont dissous dans de l'eau rgle complte ensuite jusqu'à une masse pesée avec exactitude. Ces solutions chantillons sont mlanges avec l'talon interne et compltes au volume dfini pour les solutions à mesurer.

À l'aide d'un spectromtre d'mission optique à plasma induit par haute frquence (ICP-OES), la teneur en palladium de la solution chantillon est mesurée en comparant le rapport des intensités de l'mission spectrale du palladium et de la ou des raies d'un tetalon interne approprié (par exemple yttrium), avec les rapports d'intensité pour les solutions contenant des masses connues de palladium et de l'talon interne (par exemple yttrium) selon la mthode par encadrement.

## 5 Ractifs

Sauf spcification contraire, n'utiliser au cours de l'analyse que des ractifs de qualit analytique reconnue et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté quivalente.

**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 Palladium** (Pd), d'une pureté minimale de 999,9 ‰; si une teneur en palladium plus faible (par exemple 999,5 ‰) est utilisée, les corrections appropriées doivent être apportées.

**5.4 Composé d'yttrium**, tel que le chlorure d'yttrium (YCl<sub>3</sub> · 6H<sub>2</sub>O ou Y<sub>2</sub>O<sub>6</sub>), de qualit analytique.

## 6 Matériel

### 6.1 Appareillage courant de laboratoire.

**6.2 Spectromètre ICP-OES**, permettant de mesurer simultanément les raies d'émission du palladium et de l'étalon interne avec une résolution optique minimale de 0,02 nm.

**6.3 Balance analytique**, d'une précision de 0,01 mg.

## 7 Échantillonnage

Il convient que le mode opératoire d'échantillonnage soit conforme à l'ISO 11596.

## 8 Mode opératoire

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

### 8.1 Solution d'étalon interne

Dissoudre environ 20 mg de  $YCl_3 \cdot 6H_2O$  (5.4) dans 200 ml d'eau et compléter à 1 000 ml avec de l'eau. Il est également possible de préparer une solution pour obtenir une concentration d'environ 6 mg/l d'yttrium. En raison de la sensibilité de l'appareil, cette concentration peut être modifiée afin d'obtenir une performance optimale.

### 8.2 Solutions d'étalonnage

La séquence par encadrement nécessite d'utiliser seulement deux étalons qui doivent correspondre aux points les plus proches (étalon bas et étalon haut utilisés en 8.4) de la teneur en palladium attendue dans l'échantillon. Il est recommandé de préparer un ensemble d'au moins trois étalons et de vérifier leur linéarité.

Peser environ 45 mg, 55 mg, 65 mg, 75 mg, 82,5 mg, 87,5 mg, 92,5 mg, 97,5 mg et 100 mg de palladium à 0,01 mg près, en versant chaque fraction dans un bécher en verre. Chauffer doucement l'échantillon dans le bécher en verre recouvert d'un verre de montre dans un mélange de 100 ml de HCl (5.1) et de 30 ml de  $HNO_3$  (5.2) jusqu'à dissolution complète, et continuer de chauffer pour éliminer les oxydes d'azote. Transférer la solution dans une fiole de 1 000 ml. Ajouter 100 g de solution d'étalon interne (8.1) à 0,01 g près. Ajouter 100 ml de HCl (5.1) 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.

### 8.3 Solutions échantillons

Peser 100 mg d'échantillon, à 0,01 mg près, dans un bécher en verre et les dissoudre puis procéder comme décrit en 8.2.

La concentration en acide des solutions d'étalonnage et celle des solutions échantillons doivent être équivalentes.

### 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 et de l'étalon interne yttrium. 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.

L'encadrement consiste à faire passer les étalons et les échantillons dans l'ordre suivant: étalon bas – échantillon – étalon haut – échantillon – étalon bas – échantillon – étalon haut – échantillon – étalon haut.

Chaque solution doit faire l'objet d'une stabilisation d'une durée minimale de 30 s, suivie d'un temps d'intégration minimal de 10 s et de 3 intégrations au minimum. L'écart-type relatif (RSD) ne doit pas être supérieur à 0,3 % après le calcul final [voir la [Formule \(1\)](#)]. La masse exacte de palladium de la solution échantillon résulte du mesurage des deux solutions d'étalonnage encadrant la valeur de la solution échantillon [voir la [Formule \(4\)](#)].

Les raies recommandées pour le palladium sont 340,458 nm, 351,694 nm ou 360,955 nm. Seules des raies ne présentant pas d'effets d'interférences doivent être sélectionnées pour le calcul. Les résultats analytiques obtenus avec les raies d'émission mesurées doivent être comparés. Les raies recommandées pour l'yttrium sont 371,029 nm, 377,433 nm ou 321,669 nm.

## 9 Calcul et expression des résultats

### 9.1 Calcul

La méthode d'étalonnage interne repose sur la relation linéaire entre les rapports d'intensité ( $I_{Pd}/I_Y$ ) et les rapports de concentration ( $C_{Pd}/C_Y$ ), ou mieux, les rapports de masse ( $m_{Pd}/m_Y$ ). En utilisant la même masse d'yttrium (solution d'étalon interne) pour préparer toutes les solutions, il n'est pas nécessaire d'avoir un volume exact des solutions à mesurer. L'exactitude de la fiole jaugée de 1 000 ml est suffisante. La référence constante à la même masse d'étalon interne présente un autre avantage important: tous les calculs peuvent être faits avec  $m_{Pd}$  au lieu de  $m_{Pd}/m_Y$ , nominal.

D'une manière générale, l'unité informatique fournit les quotients des mesures individuelles des intensités du palladium et de l'yttrium enregistrées simultanément.

Si la valeur moyenne,  $\bar{Q}$ , des cinq quotients d'intensité ( $Q_1, Q_2, Q_3, Q_4, Q_5$ ) concernant chaque solution est calculée à l'aide de la [Formule \(1\)](#):

$$\bar{Q} = \frac{1}{5} \left( \sum_{n=1}^5 \frac{I_{Pd}}{I_Y} \right) \quad (1)$$

cette valeur moyenne doit alors avoir un écart-type relatif de 0,3 % au maximum par rapport à  $Q$ .

Du fait des écarts par rapport à la masse nominale,  $m_{IS}$ , exprimée en grammes, de la solution d'étalon interne ( $m_{IS} = 100,00$  g), chaque quotient d'intensité correspondant à une solution à mesurer doit être corrigé par la masse réelle correspondante de la solution d'étalon interne,  $W_{IS,n}$ , exprimée en grammes, utilisée pour préparer cette solution à mesurer. Le quotient corrigé,  $Q_C$ , est calculé à l'aide de la [Formule \(2\)](#):

$$Q_C = Q \cdot \frac{W_{IS,n}}{m_{IS}} \quad (2)$$