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

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 11494:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6bd09c7f-7fba-4cc6-ad7b-e061588d4c42/iso-11494-2019)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6bd09c7f-7fba-4cc6-ad7b-
e061588d4c42/iso-11494-2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6bd09c7f-7fba-4cc6-ad7b-e061588d4c42/iso-11494-2019)



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 11494:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6bd09c7f-7fba-4cc6-ad7b-e061588d4c42/iso-11494-2019>



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
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Réactifs	1
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.....	2
8.4 Préparation de la solution d'alliage de platine contenant du ruthénium, de l'iridium ou du tungstène.....	3
8.5 Mesurages.....	3
9 Calcul et expression des résultats	3
9.1 Calcul.....	3
9.2 Répétabilité.....	5
10 Rapport d'essai	5
Bibliographie	6

[ISO 11494:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6bd09c7f-7fba-4cc6-ad7b-e061588d4c42/iso-11494-2019)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6bd09c7f-7fba-4cc6-ad7b-e061588d4c42/iso-11494-2019>

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).

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).

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.

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

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 11494:2014), 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 modifiées;
- 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) des précisions concernant les quantités d'acides à utiliser en cas de dissolution sous pression en [8.4](#) ont été ajoutées;
- i) la définition d'encadrement et les raies recommandées en [8.5](#) ont été ajoutées;

- j) les formules en [9.1](#) ont été adaptées après avoir supprimé la méthode de préparation des aliquotes;
- k) la raie d'émission a été supprimée des informations à mentionner dans le rapport d'essai à l'[Article 10](#);
- l) une révision rédactionnelle 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.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 11494:2019](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6bd09c7f-7fba-4cc6-ad7b-e061588d4c42/iso-11494-2019>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11494:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6bd09c7f-7fba-4cc6-ad7b-e061588d4c42/iso-11494-2019>

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

1 Domaine d'application

Le prsent document dcrie un mode opratoire analytique pour le dosage du platine dans les alliages de platine, d'une teneur nominale allant jusqu'à 990 ‰ (milliemes), 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 tchantillons pesés avec exactitude sont dissous dans de l'eau rgle complte ensuite jusqu'à une masse pesée avec exactitude. Ces solutions tchantillons sont mlangees 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 platine de la solution tchantillon est mesurée en comparant le rapport des intensités de l'mission spectrale du platine et de la ou des raies d'un tbron interne approprié (par exemple yttrium), avec les rapports d'intensité pour les solutions contenant des masses connues de platine et de l'talon interne (par exemple yttrium) selon la mthode par encadrement.

Des modifications mineures sont ncessaires lorsque l'alliage contient du ruthnium, du rhodium, de l'iridium ou du tungstène.

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 (HNO₃), à environ 65 % jusqu'à 70 % de HNO₃ (fraction massique).

5.3 Platine (Pt), d'une pureté minimale de 999,9 ‰; si une teneur en platine 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 ($YCl_3 \cdot 6H_2O$ ou Y_2O_6), de qualité analytique.

5.5 **Cuivre**, d'une pureté minimale de 999,9 ‰ et exempt de platine.

5.6 **Acide orthophosphorique** (H_3PO_4), à 85 % (fraction massique).

6 Matériel

6.1 **Appareillage courant de laboratoire.**

6.2 **Spectromètre ICP-OES**, permettant de mesurer simultanément les raies d'émission du platine 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.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

8.1 Solution d'étalon interne

ISO 11494:2019

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 8.5) de la teneur en platine 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 platine 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 Préparation de la solution d'alliage de platine contenant du ruthénium, de l'iridium ou du tungstène

Les alliages de platine contenant plus de 5 % des éléments cités peuvent nécessiter une dissolution sous pression (quantités d'acides à adapter en fonction des récipients utilisés et selon les recommandations du fabricant) ou impliquer une phase préliminaire de mise en alliage en ajoutant le décuple de cuivre exempt de platine (5.5).

En présence de tungstène, 200 µl d'acide orthophosphorique (5.6) doivent être ajoutés.

Les solutions d'étalonnage et les solutions échantillons doivent faire l'objet d'une compensation de l'effet de la matrice.

8.5 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 platine 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 platine 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 platine sont 265,945 nm, 214,424 nm, 299,796 nm ou 306,471 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.

NOTE Le ruthénium, le rhodium et le chrome peuvent avoir une incidence sur la raie du platine à 265,945 nm, et l'iridium et le chrome sur les raies du platine à 299,796 nm et à 306,471 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_{Pt}/I_Y) et les rapports de concentration (C_{Pt}/C_Y), ou mieux, les rapports de masse (m_{Pt}/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_{Pt} au lieu de m_{Pt}/m_Y , nominal.

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