
**Joannerie, bijouterie et métaux
précieux — Dosage de l'or — Méthode
de coupellation (essai au feu)**

*Jewellery and precious metals — Determination of gold —
Cupellation method (fire assay)*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/PRF 11426](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d16fc6b8-6b67-4c2a-904c-46a97270d0e2/iso-prf-11426)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d16fc6b8-6b67-4c2a-904c-46a97270d0e2/iso-prf-11426>

PROOF / ÉPREUVE



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO/PRF 11426

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d16fc6b8-6b67-4c2a-904c-46a97270d0e2/iso-prf-11426>



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
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Réactifs	2
6 Appareillage	3
7 Échantillonnage	3
8 Mode opératoire	3
8.1 Choix de la méthode.....	3
8.2 Méthode générale.....	4
8.2.1 Échantillons à analyser.....	4
8.2.2 Échantillons témoins.....	4
8.2.3 Coupellation et traitement des boutons de métal précieux.....	4
8.2.4 Séparation de l'or et de l'argent contenus dans les échantillons.....	4
8.3 Échantillon à teneur élevée en métaux communs.....	5
8.4 Échantillon contenant du platine ou du palladium.....	5
8.5 Échantillon au rapport argent/or supérieur à 3.....	6
9 Calcul et expression des résultats	6
9.1 Coefficient des échantillons témoins.....	6
9.2 Calcul de la teneur en or.....	6
9.3 Répétabilité.....	6
10 Rapport d'essai	7
Annexe A (informative) Concentration d'autres métaux communs, influant sur le résultat du dosage de l'or	8
Bibliographie	9

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 le lien suivant: [www.iso.org/iso/foreword.html](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d161c6b8-6b67-4c2a-904c-46a97270d0c2/iso-pr-11426).

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

Cette quatrième édition annule et remplace la troisième édition (ISO 11426:2014), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- extension du domaine d'application de façon à traiter le dosage de l'or dans de multiples types d'alliages, et pas uniquement dans les alliages utilisés en joellerie-bijouterie;
- redéfinition de la pureté des échantillons témoins à [l'Article 5](#);
- description de modes opératoires spécifiques, à [l'Article 8](#), pour des échantillons à teneur élevée en métaux communs, contenant du platine ou du palladium, ou dont le rapport argent-or est supérieur à 3;
- adaptation des calculs pour prendre en compte l'ajout d'or pur et le titre de l'or utilisé dans l'échantillon témoin;
- modification des exigences relatives à la répétabilité;
- suppression du recours à la scorification.

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.

Joannerie, bijouterie et métaux précieux — Dosage de l'or — Méthode de coupellation (essai au feu)

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de coupellation (essai au feu) permettant le dosage de l'or dans un matériau considéré comme homogène. La teneur en or de l'échantillon se situe de préférence entre 100 millièmes et 999,5 millièmes (‰) en poids. Un titre supérieur à 999,5 ‰ peut être déterminé par spectroscopie selon la méthode par différence (par exemple, ISO 15093).

Ce mode opératoire s'applique à la plupart des types d'échantillons d'or. Des modifications sont indiquées en rapport avec des cas particuliers (teneur élevée en métaux communs, en platine ou palladium, en argent). Il est incompatible avec la présence d'iridium, de rhodium et de ruthénium à des teneurs supérieures aux niveaux traces (plus de 0,25 ‰ pour la somme des trois éléments).

La présente méthode est également destinée à servir de méthode recommandée pour la détermination du titre des alliages utilisés en joannerie-bijouterie traités dans l'ISO 9202.

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

cornet

alliage d'or et de métaux précieux façonné dans un laminoir, avant le processus de séparation

3.2

cornet d'or

or façonné dans un laminoir, après le processus de *séparation* (3.3)

3.3

séparation

dissociation de l'argent et d'autres métaux de l'or par digestion desdits métaux à l'acide nitrique, dans un environnement exempt de chlorures

3.4

échantillon témoin

échantillon de synthèse servant de référence, de composition aussi proche que possible de celle de l'échantillon; l'échantillon témoin et l'échantillon sont soumis ensemble à la coupellation et le résultat est utilisé pour corriger le dosage final

3.5

inquartation

ajout d'argent aux alliages d'or dans une proportion spécifique, afin de permettre la *séparation* (3.3) de l'or et de l'argent à l'aide d'acide nitrique

4 Principe

Les alliages d'or sont inquartés avec de l'argent, combinés à du plomb et coupellés dans un four de coupellation jusqu'à obtention d'un bouton de métal précieux. Après martelage et laminage, l'argent est extrait (séparé) dans l'acide nitrique et l'or est pesé. Les erreurs systématiques possibles du mode opératoire sont éliminées par un essai en parallèle d'échantillons témoins.

L'[Annexe A](#) donne des informations concernant des métaux susceptibles d'influer sur le résultat du dosage de l'or.

5 Réactifs

Durant l'analyse, sauf mention contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et uniquement de l'eau distillée ou une eau de pureté équivalente.

5.1 Acide nitrique (HNO₃), environ 33 % (fraction massique), à faible teneur en halogénures (teneur approximativement inférieure à 2 mg/l; la présence d'halogénures peut être détectée à l'aide d'un essai au nitrate d'argent).

iTeh STANDARD PREVIEW

5.2 Acide nitrique (HNO₃), environ 49 % (fraction massique), à faible teneur en halogénures (teneur approximativement inférieure à 2 mg/l; la présence d'halogénures peut être détectée à l'aide d'un essai au nitrate d'argent).

ISO/PRF 11426

5.3 Plomb, de qualité pour essai, exempt d'or et de métaux du groupe du platine, contenant moins de 0,1 ‰ de bismuth, en feuille, grenaille ou pastilles.

5.4 Argent pur, pour inquartation, d'une pureté minimale de 999,9 ‰, à faible teneur en or et en métaux du groupe du platine ($\leq 0,01$ ‰ par élément).

5.5 Or pur, pour échantillons témoins, d'une pureté minimale de 999,90 ‰, de titre déterminé à 5 chiffres significatifs; une pureté de 999,99 ‰ est préférée.

5.6 Platine pur, pour échantillons témoins, d'une pureté minimale de 999,5 ‰, à faible teneur en or ($\leq 0,01$ ‰).

5.7 Palladium pur, pour échantillons témoins, d'une pureté minimale de 999,5 ‰, à faible teneur en or ($\leq 0,01$ ‰).

5.8 Métaux communs, pour échantillons témoins, sous la forme d'un pré-alliage adéquat (exempt de métaux précieux).

5.9 Cuivre (en feuille, en fil, en grenaille ou en pastilles), d'une pureté minimale de 999 ‰, exempt d'or et de métaux du groupe du platine.

NOTE 1 Le terme «exempt de» correspond à une concentration inférieure ou égale à 0,002 ‰ de chaque élément.

NOTE 2 Pour la détermination du titre des métaux selon 5.4 à 5.9, la teneur en oxygène n'est pas prise en compte.

6 Appareillage

6.1 Four de coupellation, permettant d'atteindre une température relativement homogène de 1 050 °C à 1 150 °C et dans lequel il est possible de maintenir une atmosphère oxydante. Un four à moufle classique n'est pas indiqué à cet effet.

6.2 Coupelles en magnésie (ou similaire), sous forme individuelle ou de blocs de coupelles, capables d'absorber le plomb et les métaux communs pendant la coupellation.

6.3 Matras d'essayeur ou **panier résistant à l'acide nitrique équipé de dés**.

6.4 Creusets de recuit, en matériaux réfractaires ou autres matériaux non contaminants.

6.5 Pinces de coupellation.

6.6 Pinces d'essayeur, pinces/brucelles.

6.7 Enclume polie, pouvant être remplacée par une presse polie, réservée à cet effet.

6.8 Marteau poli, pouvant être remplacé par une presse polie, réservée à cet effet.

6.9 Laminoirs de bijoutier-joaillier.

6.10 Brosse de nettoyage.

6.11 Balance analytique, d'une précision de lecture d'au moins 0,01 mg; pour la détermination d'un titre d'or supérieur à 995 ‰, une précision de lecture de 0,001 mg est préférée.

7 Échantillonnage

Il convient que le mode opératoire d'échantillonnage des alliages d'or pour la joaillerie-bijouterie et les produits associés soit mis en œuvre conformément à l'ISO 11596.

8 Mode opératoire

8.1 Choix de la méthode

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

Lorsque la composition des échantillons n'est pas connue, une analyse préliminaire utilisant des moyens adéquats, par exemple la fluorescence X, doit être réalisée pour déterminer la composition approximative du matériau.

La méthode appropriée doit être choisie d'après les résultats de l'analyse préliminaire:

Pour les échantillons à teneurs élevées en métaux communs (y compris les alliages d'or gris contenant du nickel; voir l'[Annexe A](#) pour la concentration maximale de chaque élément), [8.3](#) doit être appliqué;

Pour les échantillons à teneur élevée en platine ou en palladium, [8.4](#) doit être appliqué;

Pour les échantillons à teneur élevée en argent, [8.5](#) doit être appliqué;

Pour tous les autres échantillons, la méthode générale décrite en [8.2](#) doit être appliquée.

8.2 Méthode générale

8.2.1 Échantillons à analyser

Transférer dans une feuille de plomb de qualité pour essai (5.3) au moins deux échantillons de l'alliage d'une masse d'environ 250 mg, pesés à 0,01 mg près. Il convient que la masse de plomb (feuilles, grenaille, pastilles ou mélange de celles-ci) soit comprise entre 4 g et 6 g. Ajouter de l'argent pur (5.4) pour atteindre une masse totale d'argent équivalant à 2,3 fois à 3 fois la masse d'or fin présent. Si la somme attendue de tous les métaux précieux est supérieure à 900 ‰, il convient d'ajouter 25 mg à 50 mg de cuivre (5.9). Replier et comprimer la feuille de plomb en une boule serrée.

NOTE La masse de l'échantillon peut être ajustée entre 125 mg et 500 mg, sous réserve que toutes les autres masses soient adaptées et que la coupelle puisse absorber la quantité d'oxydes générée.

8.2.2 Échantillons témoins

Peser de la même manière qu'en 8.2.1 au moins deux échantillons témoins d'or pur (5.5) et d'argent pur (5.4) de masses correspondant à la teneur attendue en or et à la teneur totale en argent (ajout d'inquartation compris) de l'échantillon à analyser. La teneur totale en métaux communs des échantillons à analyser (cuivre ajouté compris) est prise en compte par l'ajout d'une quantité correspondante de cuivre.

8.2.3 Coupellation et traitement des boutons de métal précieux

Traiter de la même manière les échantillons à analyser (8.2.1) et les échantillons témoins (8.2.2).

Placer les échantillons à analyser et les échantillons témoins sur des coupelles en magnésie (6.2) préalablement portées à une température comprise entre 1 050 °C et 1 150 °C dans le four de coupellation (6.1).

NOTE En variante, les échantillons peuvent être placés à l'extérieur du four dans des coupelles ayant été préalablement chauffées et refroidies jusqu'à température ambiante.

Placer les coupelles contenant les échantillons témoins aussi près que possible des coupelles contenant les échantillons à analyser dans le four de coupellation réglé à une température comprise entre 1 050 °C et 1 150 °C. Continuer à chauffer dans des conditions d'oxydation jusqu'à l'achèvement du processus de coupellation (de 20 min à 40 min en général). Sortir les coupelles du four. Laisser les boutons de métal précieux refroidir avant de les ôter des coupelles à l'aide des pinces/brucelles (6.6). Tenir les boutons avec les pinces et brosser leur partie inférieure à l'aide d'une brosse (6.10) afin d'éliminer tout matériau de la coupelle qui pourrait y adhérer. Aplatir la grenaille au marteau poli (6.8) sur l'enclume polie (6.7) ou au moyen d'une presse polie réservée à cet effet; la recuire en la chauffant au rouge à une température comprise entre 500 °C et 900 °C.

Laminer la grenaille à l'aide des laminoirs de bijoutier-joaillier (6.9) pour obtenir des bandes de 0,12 mm à 0,15 mm d'épaisseur et recuire à nouveau en chauffant au rouge à une température comprise entre 500 °C et 900 °C. Rouler ensuite les bandes en cornets, face inférieure vers l'extérieur.

Il convient d'examiner la coupelle pour s'assurer que la grenaille de métal précieux contient tout l'or de l'échantillon. En cas de présence de petites gouttelettes résiduelles, refaire un essai complet.

8.2.4 Séparation de l'or et de l'argent contenus dans les échantillons

ATTENTION — Pour les opérations de séparation avec acide nitrique, il convient d'utiliser une hotte d'aspiration maintenue propre et exclusivement utilisée pour ce travail.

8.2.4.1 Séparation dans des matras individuels

Placer les cornets dans des matras d'essayeur (6.3). Immerger les cornets dans 20 ml d'acide nitrique (33 %, voir 5.1) et porter à ébullition.

Continuer à chauffer pendant 15 min ou jusqu'à la fin de l'émission de fumées nitreuses, la durée la plus longue étant retenue; laisser décanter. Répéter ce traitement avec 20 ml d'acide nitrique (49 %, voir 5.2). Rincer à l'eau et transférer les cornets d'or dans les creusets de recuit (6.4). Les sécher et les recuire à une température comprise entre 500 °C et 900 °C pendant au moins 5 min. Laisser refroidir et peser les cornets d'or.

8.2.4.2 Séparation dans un panier

Lors d'essais réalisés sur une série d'échantillons de composition similaire, il est possible d'utiliser un panier résistant à l'acide nitrique équipé d'un certain nombre de dés à fond perforé (6.3) pour séparer les cornets.

Placer les cornets dans les dés et plonger le panier dans l'acide nitrique (33 %, voir 5.1) à une température comprise entre 60 °C et 90 °C. Porter l'acide à ébullition et laisser bouillir doucement pendant environ 15 min ou jusqu'à la fin de l'émission de fumées nitreuses. Retirer le panier de l'acide. Répéter ce traitement dans un second bain d'acide nitrique (49 %, voir 5.2). Rincer à l'eau et laisser sécher.

Enfin, placer le panier contenant les cornets d'or dans un four à moufle à une température comprise entre 500 °C et 900 °C pendant au moins 5 min. Laisser refroidir et peser les cornets d'or.

NOTE Il est possible de détecter la présence d'iridium, de rhodium et de ruthénium en observant les cornets d'or qui montreraient alors un changement de couleur ou la présence de défauts sous la forme de particules noires ou de fines lamelles.

8.3 Échantillon à teneur élevée en métaux communs

Certains métaux communs contenus dans les échantillons, de par leur concentration, sont difficiles à oxyder. Des concentrations indicatives sont données à l'Annexe A. Ce mode opératoire implique l'ajout de plomb et/ou l'utilisation d'une masse d'échantillon moindre au départ.

Une coupellation effective requiert généralement l'ajout de 2 g à 4 g de plomb (5.3) supplémentaires et, si possible, l'emploi de coupelles plus grandes. Le supplément de plomb est incorporé au début de l'essai. Ce mode opératoire peut être amélioré en réduisant la masse d'échantillon à 125 mg.

Il convient que l'échantillon témoin contienne approximativement la même proportion de métaux communs que l'échantillon à analyser; les métaux communs peuvent être remplacés par du cuivre.

8.4 Échantillon contenant du platine ou du palladium

Lorsqu'un échantillon contient du platine selon un rapport platine/or supérieur à 1/15 ou du palladium selon un rapport palladium/or supérieur à 1/3, des traces de ces métaux peuvent subsister dans le cornet d'or après coupellation et séparation. Si tel est le cas, suivre l'un des trois modes opératoires ci-après:

- la masse de l'échantillon à analyser doit être réduite à 125 mg et de l'or pur (5.5) doit être ajouté pour amener les rapports Pt/Au et Pd/Au dans la plage acceptable. La coupellation se déroule normalement;
- les cornets d'or issus de l'échantillon à analyser et des échantillons témoins doivent être recouplés avec 4 g de plomb, une quantité d'argent équivalant à 2,5 fois la masse d'or et entre 25 mg et 50 mg de cuivre (5.9). Répéter le processus de séparation et peser les cornets d'or finaux;
- placer les cornets d'or issus de l'échantillon à analyser et des échantillons témoins dans un troisième bain d'acide nitrique (49 %, voir 5.2).

Il convient que les échantillons témoins contiennent approximativement la même quantité de platine et de palladium que les échantillons à analyser.

8.5 Échantillon au rapport argent/or supérieur à 3

Si la teneur en argent d'un échantillon est supérieure à 3 fois la teneur en or, il est nécessaire d'ajouter de l'or pur afin de satisfaire à un rapport argent/or de 2,3:1 à 3:1.

Une autre solution peut consister à séparer ces alliages dans des matras individuels sans ajout d'or pur. Dans ce cas, les morceaux du cornet d'or doivent être récupérés et cette quantité doit être pesée.

9 Calcul et expression des résultats

9.1 Coefficient des échantillons témoins

Le coefficient utilisé pour les échantillons témoins, F , est calculé à l'aide de la [Formule \(1\)](#):

$$F = \frac{m_1 \cdot T_{\text{Au}}}{m_2} \quad (1)$$

où

m_1 est la masse de l'échantillon témoin, en milligrammes;

m_2 est la masse du cornet d'or témoin après l'essai, en milligrammes;

T_{Au} est le titre d'or pur ([5.5](#)) de l'échantillon témoin ($T_{\text{Au}} = 1$ pour un titre égal ou supérieur à 999,99 ‰).

9.2 Calcul de la teneur en or standards.iteh.ai

La teneur en or, W_{Au} , en millièmes (‰) en masse de l'alliage, est calculée à l'aide de la [Formule \(2\)](#):

$$W_{\text{Au}} = \frac{m_4 \cdot \bar{F} - m_5 \cdot T_{\text{Au}}}{m_3} \cdot 10^3 \quad (2)$$

où

m_3 est la masse de l'échantillon, en milligrammes;

m_4 est la masse du cornet d'or issu de l'échantillon après coupellation, en milligrammes;

m_5 est la masse de l'or pur ajouté [utilisé pour [8.4 a](#)) et [8.5](#), sinon $m_5 = 0$], en milligrammes;

\bar{F} est la valeur moyenne des coefficients utilisés pour les échantillons témoins, F , voir [9.1](#);

T_{Au} est le titre d'or pur ([5.5](#)) de l'échantillon témoin ($T_{\text{Au}} = 1$ pour un titre égal ou supérieur à 999,99 ‰).

9.3 Répétabilité

Des dosages en double doivent donner des résultats différant de moins de 0,16 ‰ pour les échantillons à teneur en or fin d'au moins 995 ‰, de moins de 0,5 ‰ pour les échantillons à teneur en or fin inférieure à 995 ‰ et ne contenant ni platine, ni palladium, ni nickel, et de moins de 1,0 ‰ pour les échantillons contenant du platine, du palladium ou du nickel. Si la différence est plus grande, l'essai doit être répété.

Dans l'idéal, il convient que les dosages en double donnent des résultats différant de moins de 0,3 ‰ pour les échantillons à teneur en or fin inférieure à 995 ‰ et ne contenant ni platine, ni palladium, ni nickel, et de moins de 0,5 ‰ pour les échantillons contenant du platine, du palladium ou du nickel. Toutefois ces valeurs s'obtiennent généralement pour des matériaux de référence et dépendent de la composition exacte du matériau analysé.