

PROJET
FINAL

NORME
INTERNATIONALE

ISO/FDIS
11210

ISO/TC 174

Secrétariat: DIN

Début de vote:
2022-11-23

Vote clos le:
2023-01-18

Joaillerie, bijouterie et métaux précieux — Dosage du platine — Méthode gravimétrique utilisant le chlorure d'ammonium

*Jewellery and precious metals — Determination of platinum —
Gravimetry using diammonium chloride*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 11210

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6a8ad34a-838f-4e97-a96c-
db5a5d738a67/iso-fdis-11210](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6a8ad34a-838f-4e97-a96c-db5a5d738a67/iso-fdis-11210)

TRAITEMENT PARALLÈLE ISO/CEN

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.



Numéro de référence
ISO/FDIS 11210:2022(F)

© ISO 2022

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 11210

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6a8ad34a-838f-4e97-a96c-db5a5d738a67/iso-fdis-11210>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2022

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	1
5 Réactifs	1
6 Appareillage	2
7 Échantillonnage	2
8 Mode opératoire	2
8.1 Analyse préliminaire	2
8.2 Préparation des échantillons ne contenant pas d'argent	3
8.3 Préparation des échantillons contenant de l'argent	3
8.4 Précipitation du platine par le chlorure d'ammonium	3
9 Calcul et expression des résultats	4
9.1 Calcul	4
9.2 Répétabilité	5
10 Rapport d'essai	5
Annexe A (informative) Exemple de dispositif de réduction	6
Bibliographie	7

[ISO/FDIS 11210](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6a8ad34a-838f-4e97-a96c-db5a5d738a67/iso-fdis-11210)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6a8ad34a-838f-4e97-a96c-db5a5d738a67/iso-fdis-11210>

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. 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 CEN/SSM21, *Métaux précieux — Applications dans la bijouterie-joaillerie et produits associés*, du Comité européen de normalisation (CEN), en collaboration avec le comité technique ISO/TC 174, *Joaillerie, bijouterie et métaux précieux*, conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 11210:2014) qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications sont les suivantes :

- extension du domaine d'application à tous les alliages de métaux précieux au-delà du secteur de la bijouterie-joaillerie ;
- clarification du titre pour lequel l'essai est adapté ;
- ajout d'une préparation spécifique pour les échantillons contenant une quantité significative d'argent à [l'Article 8](#) ;
- ajout d'une méthode de filtration alternative à [l'Article 8](#) ;
- harmonisation de la méthode avec l'ISO 11490.

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.

Joellerie, bijouterie et métaux précieux — Dosage du platine — Méthode gravimétrique utilisant le chlorure d'ammonium

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode gravimétrique de dosage du platine sur un matériau considéré homogène. La teneur en platine des échantillons est de préférence comprise entre 50 et 999 millièmes (‰) en masse. Les titres supérieurs à 999 ‰ peuvent être déterminés à l'aide d'une méthode de spectroscopie par différence (par exemple ISO 15093).

Cette méthode est également destinée à être utilisée comme l'une des méthodes recommandées pour la détermination du titre dans les alliages pour la bijouterie-joellerie couverts par 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 <https://www.electropedia.org/>

3.1

mousse de platine

platine obtenu après la calcination du précipité d'hexachloroplatinate de diammonium

4 Principe

L'échantillon est dissous dans de l'eau régale. Le platine est précipité par le chlorure d'ammonium. Le précipité d'hexachloroplatinate de diammonium est converti par calcination en platine métallique qui est pesé.

S'il est présent, l'argent est séparé sous forme de chlorure d'argent.

Les éléments d'alliage coprecipités sont recherchés dans la mousse de platine après mise en solution de celle-ci, dosés par exemple à l'aide d'un spectromètre d'émission optique avec plasma à couplage inductif (ICP-OES), et une correction est appliquée.

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.

5.1 Acide chlorhydrique (HCl), d'environ 30 % à 37 % de HCl (fraction massique).

5.2 Acide chlorhydrique dilué, composé d'un mélange d'un volume d'acide chlorhydrique (5.1) et d'un volume d'eau.

5.3 Acide nitrique (HNO₃), d'environ 65 % à 70 % de HNO₃ (fraction massique).

5.4 Eau régale, composée d'un mélange de trois volumes d'acide chlorhydrique (5.1) et d'un volume d'acide nitrique (5.3).

5.5 Chlorure d'ammonium (NH₄Cl).

5.6 Solution de chlorure d'ammonium saturée, obtenue en mélangeant du chlorure d'ammonium (5.5) dans de l'eau jusqu'à ce que le chlorure d'ammonium ne soit plus dissous et en laissant la solution reposer toute la nuit.

5.7 Gaz réducteur, tel que l'hydrogène ou un mélange hydrogène/azote.

5.8 Gaz inerte, tel que le dioxyde de carbone ou l'azote.

6 Appareillage

6.1 Appareillage courant de laboratoire.

6.2 Dispositif de réduction, voir [Figure A.1](#).

6.3 Creusets en porcelaine, ayant de préférence un volume de 20 ml à 45 ml.

6.4 ICP-OES, pouvant doser les traces de métaux.

6.5 Four à moufle, pouvant atteindre une température minimale de 900 °C.

6.6 Papier filtre sans cendre, pouvant retenir des particules d'une taille supérieure à 3 µm.

6.7 Balance analytique, ayant une précision de lecture de 0,01 mg.

7 Échantillonnage

Il convient d'effectuer le mode opératoire d'échantillonnage conformément à l'ISO 11596.

8 Mode opératoire

8.1 Analyse préliminaire

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 par des moyens appropriés doit être utilisée pour déterminer la composition approximative du matériau, par exemple une analyse par fluorescence de rayons X (XRF).

NOTE Pour les alliages complexes contenant des éléments particuliers (tels que le tungstène, le silicium, le titane), la dissolution de l'échantillon peut être difficile. Le mode opératoire suivant peut être adapté pour assurer une dissolution complète de l'échantillon.

8.2 Préparation des échantillons ne contenant pas d'argent

Aplatir l'échantillon (si nécessaire) à une épaisseur inférieure à 0,5 mm, peser au moins deux échantillons de l'alliage contenant environ 250 mg à 1 g de platine à 0,01 mg près et les transvaser dans un bécher en verre (de préférence de 150 ml).

Ajouter 20 ml d'eau régale (5.4), couvrir le bécher en verre avec un verre de montre, dissoudre en chauffant doucement. Laisser refroidir.

La dissolution peut être réalisée dans un récipient fermé sous pression. Dans ce cas, le volume d'eau régale (5.4) peut être adapté pour optimiser la dissolution.

8.3 Préparation des échantillons contenant de l'argent

Aplatir l'échantillon (si nécessaire) à une épaisseur inférieure à 0,5 mm, peser au moins deux échantillons de l'alliage contenant environ 250 mg à 1 g de platine à 0,01 mg près et les transvaser dans un bécher en verre (de préférence de 150 ml).

Ajouter 10 ml d'acide nitrique (5.3), couvrir le bécher en verre avec un verre de montre et chauffer à une température comprise entre 70 °C à 80 °C pendant 20 min. Ajouter 30 ml d'acide chlorhydrique (5.1). Une forme insoluble de chlorure d'argent s'est formée. Chauffer pour une bonne coagulation du précipité et évaporer la solution à 20 ml. Laisser reposer pendant 12 h à l'abri de la lumière.

Filtrer la solution surnageante et conserver le précipité dans le bécher. Recueillir le filtrat dans un bécher de 250 ml. Si le précipité de chlorure d'argent est de couleur jaune, ajouter 1 ml à 2 ml d'acide chlorhydrique dilué (5.2), faire bouillir pendant 1 min à 2 min, filtrer la solution et répéter jusqu'à ce que le précipité soit blanc. Laver le précipité avec de l'eau.

8.4 Précipitation du platine par le chlorure d'ammonium

Faire évaporer la solution (de 8.2) ou le filtrat (de 8.3) au moins trois fois sans laisser le résidu sécher et sans dépasser une température de 100 °C, en ajoutant chaque fois 2 ml d'acide chlorhydrique dilué (5.2) avant chaque nouvelle évaporation.

Si cette température est dépassée, le platine peut être réduit à l'état de Pt(II) ou même Pt(I) et il peut être nécessaire de réoxyder avec environ 0,1 ml d'acide nitrique (5.3).

Après la dernière évaporation, dissoudre le sel de platine encore humide dans 1 ml d'acide chlorhydrique dilué (5.2) et ajouter 4 ml d'eau.

Ajouter environ 1 ml de solution de chlorure d'ammonium saturée (5.6) pour l'équivalent de 7 mg de platine à (85 ± 10) °C à cette solution claire obtenue en 8.2 ou au filtrat obtenu en 8.3. Le chlorure d'ammonium doit être ajouté en excès.

Pour faciliter la filtration lorsque le volume de la solution de chlorure d'ammonium saturée (5.6) est important, le chlorure d'ammonium peut être ajouté sous forme de poudre. Ajouter environ 1 g de chlorure d'ammonium (5.5) pour l'équivalent de 50 mg de platine, et le dissoudre dans l'eau (ajouter au moins 3 ml d'eau distillée pour 1 g de poudre de chlorure d'ammonium) et chauffer la solution.

Le platine est précipité sous forme de $(\text{NH}_4)_2[\text{PtCl}_6]$ jaune. La solution contenant $(\text{NH}_4)_2[\text{PtCl}_6]$ précipité est ensuite évaporée presque jusqu'à siccité à cette température. Laisser refroidir. En agitant, ajouter juste assez d'eau pour dissoudre les cristaux résiduels de chlorure d'ammonium.

NOTE 1 En présence de palladium en concentration significative, une coprécipitation du platine et du palladium peut se produire. Le palladium peut être éliminé avec de la diméthylglyoxime avant l'ajout du chlorure d'ammonium. Sinon, il sera déduit après l'analyse de la mousse de platine.

Filtrer immédiatement le précipité de $(\text{NH}_4)_2[\text{PtCl}_6]$ sur un papier filtre (6.6) préalablement humidifié avec une solution de chlorure d'ammonium (5.6). Recueillir le filtrat dans un bécher en verre. Rincer abondamment le précipité avec la solution de chlorure d'ammonium (5.6).

Le $(\text{NH}_4)_2[\text{PtCl}_6]$ précipité peut également être filtré alors qu'il est encore chaud, sans être évaporé jusqu'à siccité, mais en utilisant un système sous vide.

NOTE 2 Sans système sous vide, la filtration prendrait trop de temps et le chlorure d'ammonium restant dans la solution se cristalliserait.

Essuyer le bécher en verre et le verre de montre à l'aide d'un second papier filtre (6.6). Si une concentration du filtrat ou une réduction de la quantité de chlorure d'ammonium est nécessaire, il est possible d'évaporer le filtrat en le chauffant doucement (la solution peut mousser et éclabousser) et d'ajouter de l'eau régale (5.4) jusqu'à ce que la solution soit claire. Analyser cette solution claire pour vérifier la présence de platine résiduel par des moyens appropriés, tels que l'ICP-OES (6.4), en utilisant des solutions d'étalonnage dont la composition est similaire à celle de la solution claire. La masse de platine contenue dans le filtrat ne peut dépasser 0,5 % de la masse de l'échantillon initial. Dans le cas contraire, les dosages doivent être répétés.

Transvaser le papier filtre contenant le précipité dans un creuset en porcelaine (6.3). Sécher avec précaution le contenu du creuset sur une plaque chauffante graduellement réglable, ou dans un four programmable.

En chauffant au départ à une température comprise entre 50 °C et 70 °C, et en augmentant progressivement la température jusqu'à atteindre 340 °C, tout le chlorure d'ammonium disparaît. Incinérer sans flamme le papier filtre (6.6) et le résidu de $(\text{NH}_4)_2[\text{PtCl}_6]$ à une température de 500 °C à 600 °C (au moins 30 min). Calciner dans un four à moufle (6.5) pendant 1 h à 3 h à une température de 900 °C.

NOTE 3 La décomposition du chlorure d'ammonium se produit à 340 °C.

Une absorption importante d'oxygène peut avoir lieu pendant la calcination. L'oxydation peut être évitée par calcination sous gaz réducteur (5.7), en utilisant le dispositif ou un équivalent présenté à l'Annexe A, suivie d'un refroidissement sous gaz inerte (5.8) ou sous gaz réducteur (5.7). Ne pas utiliser de gaz réducteur (5.7) peut entraîner la présence d'une grande quantité d'oxydes. Dans ce cas, le palladium partiellement oxydé doit être réduit à l'état métallique en le chauffant en présence d'un gaz réducteur (5.7).

Peser la mousse de platine obtenue.

NOTE 4 Le papier filtre peut être transvasé dans un creuset préalablement pesé et placé dans un creuset plus grand. La masse de la mousse de platine peut être déterminée en pesant le creuset avec la mousse et en déduisant la masse du creuset.

NOTE 5 Le creuset dans lequel se trouve la mousse est placé dans un dessiccateur avant de peser la mousse.

Dissoudre la mousse de platine dans 20 ml d'eau régale (5.4). Mesurer les éléments coprecipités avec un dispositif approprié tel qu'un ICP-OES (6.4), en utilisant des solutions d'étalonnage ayant une composition similaire à celle de la mousse de platine.

NOTE 6 Si des matières solides sont encore observées dans la solution, alors les dissoudre en utilisant la méthode de fusion alcaline et mesurer les éléments coprecipités par ICP-OES ou en utilisant d'autres méthodes.

9 Calcul et expression des résultats

9.1 Calcul

Si la masse finale contient exclusivement du platine, calculer la teneur en platine, W_{Pt} , en millièmes (‰) (en masse) à l'aide de la Formule (1) :

$$W_{\text{Pt}} = \frac{m_3 + m_2}{m_1} \cdot 10^3 \quad (1)$$

où

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

m_2 est la masse de platine dans le filtrat, en milligrammes ;

m_3 est la masse finale de la mousse de platine, en milligrammes.

Si la masse finale contient d'autres éléments, calculer la teneur en platine, W_{Pt} , en millièmes (‰) (en masse) à l'aide de la [Formule \(2\)](#) :

$$W_{Pt} = \frac{m_3 + m_2 - m_x}{m_1} \cdot 10^3 \quad (2)$$

où m_x est la masse totale des autres éléments contenus dans la mousse de platine, en milligrammes.

9.2 Répétabilité

Des dosages en double doivent donner des résultats différant de moins de trois millièmes (‰) (en masse) de platine. Si la différence est plus grande, les dosages doivent être répétés.

10 Rapport d'essai

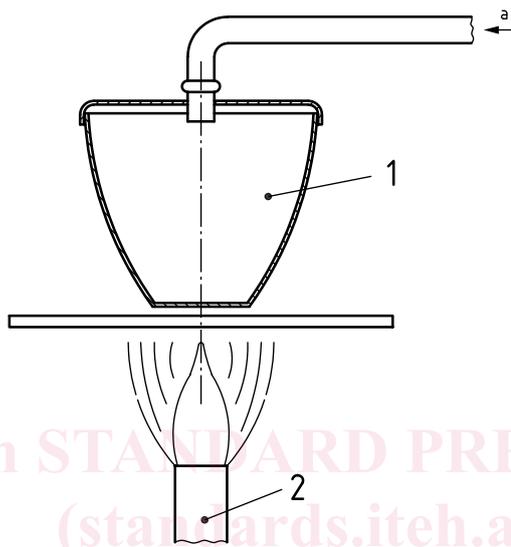
Le rapport d'essai doit comporter au moins les informations suivantes :

- a) l'identification de l'échantillon, y compris sa source, sa date de réception et sa forme ;
- b) le mode opératoire d'échantillonnage ;
- c) la méthode utilisée par référence au présent document, c'est-à-dire ISO 11210 :— ;
- d) la teneur en platine de l'échantillon, en millièmes (‰) (en masse), en valeurs individuelles et en valeurs moyennes ;
- e) le cas échéant, tout écart par rapport à la méthode spécifiée dans le présent document ;
- f) tous les détails inhabituels relevés au cours du dosage ;
- g) la date de l'essai ;
- h) l'identification du laboratoire ayant effectué l'analyse ;
- i) les signatures du directeur du laboratoire et de l'opérateur.

Annexe A (informative)

Exemple de dispositif de réduction

La [Figure A.1](#) présente un exemple de dispositif de réduction.



Légende

- 1 creuset
- 2 brûleur
- ^a arrivée de gaz

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6a8ad34a-838f-4e97-a96c-db5a5d738a67/iso-fdis-11210>

Figure A.1 — Dispositif de réduction