

PROJET
FINAL

NORME
INTERNATIONALE

ISO/FDIS
11490

ISO/TC 174

Secrétariat: DIN

Début de vote:
2022-11-23

Vote clos le:
2023-01-18

Joallerie, bijouterie et métaux précieux — Dosage du palladium — Méthode gravimétrique utilisant la diméthylglyoxime

*Jewellery and precious metals — Determination of palladium —
Gravimetry using dimethylglyoxime*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 11490

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1aca8cdd-1c9b-4ac6-b057-f5f57b994477/iso-fdis-11490>

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 11490:2022(F)

© ISO 2022

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 11490

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1aca8cdd-1c9b-4ac6-b057-f5f57b994477/iso-fdis-11490>



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	3
8.1 Analyse préliminaire	3
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 palladium par la diméthylglyoxime	3
9 Calcul et expression des résultats	4
9.1 Calcul	4
9.2 Répétabilité	4
10 Rapport d'essai	5
Annexe A (informative) Exemple de dispositif de réduction	6
Bibliographie	7

[ISO/FDIS 11490](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1aca8cdd-1c9b-4ac6-b057-f5f57b994477/iso-fdis-11490)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1aca8cdd-1c9b-4ac6-b057-f5f57b994477/iso-fdis-11490>

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 11490:2015) 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 ;
- modification de la méthode de précipitation à l'Article 8 ;
- suppression de l'utilisation de l'acide fluorhydrique et de l'acide sulfurique ;
- harmonisation de la méthode avec l'ISO 11210.

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 palladium — Méthode gravimétrique utilisant la diméthylglyoxime

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode gravimétrique de dosage du palladium sur un matériau considéré homogène. La teneur en palladium de l'échantillon 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 palladium

palladium obtenu après la calcination du précipité de diméthylglyoxime de palladium

4 Principe

L'échantillon est dissous dans de l'eau régale. Le palladium est précipité par la diméthylglyoxime. Le précipité complexe de diméthylglyoxime de palladium est converti par calcination en palladium 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 palladium 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 Acide nitrique dilué, composé d'un mélange d'un volume d'acide nitrique (5.3) et d'un volume d'eau.

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

5.6 Éthanol, fraction massique de 96 %.

5.7 Diméthylglyoxime.

5.8 Solution aqueuse saturée de diméthylglyoxime, obtenue en mélangeant de la diméthylglyoxime (5.7) dans de l'eau bouillante jusqu'à ce que la diméthylglyoxime ne soit plus dissoute et en laissant la solution reposer toute la nuit.

5.9 Solution éthanolique saturée de diméthylglyoxime, obtenue en mélangeant de la diméthylglyoxime (5.7) dans de l'éthanol (5.6) jusqu'à ce que la diméthylglyoxime ne soit plus dissoute et en laissant la solution reposer toute la nuit.

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

5.11 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).

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 de palladium à 0,01 mg près et les transvaser dans un bécher en verre (de préférence de 150 ml).

La masse de l'échantillon peut être augmentée pour contenir jusqu'à 1 g de palladium, à condition que tous les autres masses et volumes soient adaptés. Le précipité de palladium est volumineux et il convient de prendre en compte cet aspect lors du choix de la masse de l'échantillon.

Ajouter 10 ml à 15 ml d'eau régale (5.5), dissoudre sur une plaque chauffante. Après dissolution, évaporer jusqu'à 5 ml à 7 ml et ajouter quelques gouttes d'acide chlorhydrique (5.1). Laisser refroidir.

La dissolution peut être réalisée dans un récipient fermé sous pression. Dans ce cas, le volume d'eau régale (5.5) 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 de palladium à 0,01 mg près et les transvaser dans un bécher en verre (de préférence de 150 ml).

Ajouter 10 ml d'acide nitrique dilué (5.4), couvrir le bécher de 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 palladium par la diméthylglyoxime

Transvaser la solution (de 8.1) ou le filtrat (de 8.2) dans une fiole conique de 1 000 ml. Ajouter 100 ml d'acide chlorhydrique dilué (5.2) et homogénéiser. Ajouter 100 ml de solution aqueuse saturée de diméthylglyoxime (5.8) et homogénéiser. Ajouter de l'eau chaude à un volume d'environ 450 ml à 500 ml et homogénéiser. Ajouter 100 ml de solution éthanolique saturée de diméthylglyoxime (5.9) et homogénéiser. Ajouter de l'eau chaude à un volume d'environ 750 ml à 800 ml.

Laisser reposer pendant 1 h, filtrer sur un papier filtre (6.6) et laver avec 600 ml à 700 ml d'eau chaude. Recueillir le filtrat pour le dosage du palladium par ICP-OES (6.4). D'autres méthodes de filtration peuvent être utilisées, comme la filtration sous vide sur un creuset de Gooch. Essuyer la fiole conique avec un second papier filtre (6.6). Transvaser le précipité et le filtre dans un creuset en porcelaine (6.3). Aplatir légèrement le papier filtre pour obtenir une surface plate et sécher dans une étuve à une température de 110 °C à 120 °C pendant 3 h.

Chauffer doucement le creuset (pendant environ 40 min) pour carboniser le papier, puis pour décomposer le complexe du palladium. Lorsque la fumée a disparu, calciner à une température de $800\text{ °C} \pm 50\text{ °C}$ pendant 1 h.

Une absorption importante d'oxygène peut avoir lieu pendant la calcination. L'oxydation peut être évitée par calcination sous gaz réducteur (5.10), en utilisant le dispositif ou un équivalent présenté à l'Annexe A, suivie d'un refroidissement sous gaz inerte (5.11) ou sous gaz réducteur (5.10). Ne pas utiliser de gaz réducteur (5.10) 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 (5.10).

Peser la mousse de palladium obtenue.

NOTE 1 Le papier filtre peut être transvasé dans un creuset préalablement pesé et placé dans un creuset plus grand. La masse de la mousse de palladium peut être déterminée en pesant le creuset avec la mousse et en déduisant la masse du creuset.

NOTE 2 Il convient de conserver le creuset dans lequel se trouve la mousse dans un dessiccateur avant de peser la mousse.

Dissoudre la mousse de palladium dans 20 ml d'eau régale (5.5). Mesurer les éléments coprécipités avec un dispositif approprié tel qu'un ICP-OES (6.4), en utilisant des solutions d'étalonnage avec une composition similaire à celle de la mousse de palladium.

9 Calcul et expression des résultats

9.1 Calcul

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

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

où

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

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

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

Si la masse finale contient d'autres éléments, calculer la teneur en palladium, W_{Pd} , en millièmes (‰) (en masse) à l'aide de la Formule (2).

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

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

9.2 Répétabilité

Des dosages en double doivent donner des résultats différant de moins de trois millièmes (‰) (en masse) de palladium. 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 11490 :— ;
- d) la teneur en palladium de l'échantillon, en millièmes (‰) (en masse), en valeurs individuelles et en 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

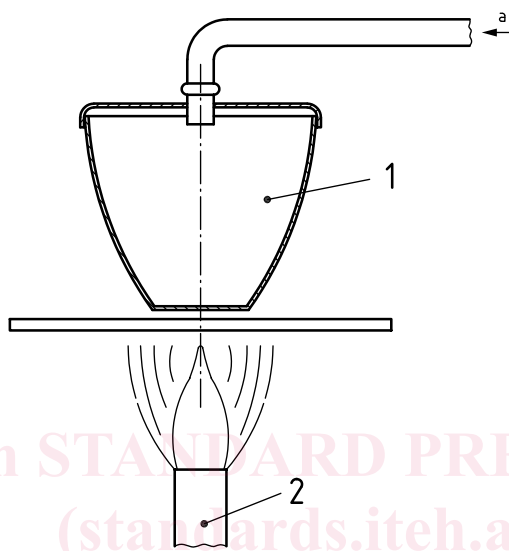
[ISO/FDIS 11490](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1aca8cdd-1c9b-4ac6-b057-f5f57b994477/iso-fdis-11490)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1aca8cdd-1c9b-4ac6-b057-f5f57b994477/iso-fdis-11490>

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

Figure A.1 — Dispositif de réduction