
**Flux de brasage tendre — Méthodes
d'essai —**

Partie 2:

**Dosage des matières non volatiles par
ébulliométrie**

ISO 9455-2:1993

<https://standards.iso.org/standards.html?code=9455-2>

Part 2: Determination of non-volatile matter, ebulliometric method



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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 9455-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 44, *Soudage et techniques connexes*, sous-comité SC 12, *Produits d'apport pour brasage tendre et brasage fort*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b548cce5-d16b-4934-bd83-4168526758-9455-2-1993>

L'ISO 9455 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Flux de brasage tendre — Méthodes d'essai*:

- *Partie 1: Dosage des matières non volatiles par gravimétrie*
- *Partie 2: Dosage des matières non volatiles par ébulliométrie*
- *Partie 3: Détermination de l'indice d'acide par des méthodes de titrage potentiométrique et visuel*
- *Partie 5: Essai au miroir de cuivre*
- *Partie 6: Détermination de la teneur en halogénures*
- *Partie 8: Dosage du zinc*
- *Partie 9: Dosage de l'ammoniac*
- *Partie 10: Essais d'efficacité du flux par méthode statique*
- *Partie 11: Solubilité des résidus de flux*

© ISO 1993

Droits de reproduction réservés. 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

- *Partie 12: Essai de corrosion des tubes d'acier*
- *Partie 13: Détermination des éclaboussures de flux*
- *Partie 14: Détermination du pouvoir collant des résidus de flux*
- *Partie 15: Essai de corrosion du cuivre*
- *Partie 16: Essais d'efficacité du flux par la méthode de la balance de mouillage (méniscographe)*
[Rapport technique]
- *Partie 17: Détermination de la résistance d'isolement de surface des résidus de flux (Essai au peigne)*
- *Partie 18: Essais de migration électrochimique de résidus de flux*

L'annexe A de la présente partie de l'ISO 9455 est donnée uniquement à titre d'information.

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

[ISO 9455-2:1993](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b548cce5-d16b-4934-bd83-b1e3bb5e7d67/iso-9455-2-1993)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b548cce5-d16b-4934-bd83-b1e3bb5e7d67/iso-9455-2-1993>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9455-2:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b548cce5-d16b-4934-bd83-b1e3bb5e7d67/iso-9455-2-1993>

Flux de brasage tendre — Méthodes d'essai —

Partie 2:

Dosage des matières non volatiles par ébulliométrie

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 9455 prescrit une méthode ébulliométrique de détermination de la teneur en matières non volatiles des flux de brasage tendre. Elle est applicable aux flux liquides des classes 1.1.1, 1.1.2 et 1.1.3 définies dans l'ISO 9454-1, mais uniquement à ceux qui contiennent des solvants de volatilité relativement élevée, du type propanol-2. La méthode n'est applicable qu'aux flux dont la teneur en matières non volatiles est égale ou supérieure à 10 %.

NOTE 1 Pour déterminer la teneur en matières non volatiles des flux liquides des classes indiquées, mais dont le solvant a une volatilité inférieure à celle du propanol-2, il convient d'utiliser la méthode indiquée dans l'ISO 9455-1.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 9455. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente partie de l'ISO 9455 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 4791-1:1985, *Verrerie de laboratoire — Vocabulaire concernant les appareils essentiellement en verre, porcelaine ou silice transparente — Partie 1: Noms des éléments d'appareillage.*

ISO 9454-1:1990, *Flux de brasage tendre — Classification et caractéristiques — Partie 1: Classification, marquage et emballage.*

CEI 68-2-20:1979, *Essais d'environnement — Partie 2: Essais — Essai T: Soudure.*

3 Principe

On fait évaporer dans un ébulliomètre une quantité pesée d'échantillon de flux jusqu'à disparition totale de la partie volatile définie en suivant la courbe de la température de distillation en fonction du temps. Le résidu de flux est considéré comme étant la teneur du flux en matières non volatiles.

4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 Ébulliomètre Martin (ISO 4791-1:1985, 5.04.10), mais à ballon de distillation sphérique, du type représenté à la figure 1.

NOTE 2 On a trouvé que remplacer le ballon piriforme normalement fourni avec l'ébulliomètre Martin, par un ballon sphérique améliorait les caractéristiques de l'échange thermique entre le système de chauffage et le ballon de distillation.

4.2 Système de chauffage à thermostat, permettant de chauffer le ballon de distillation de l'ébulliomètre.

4.3 Thermomètre de laboratoire, couvrant la plage 50 °C à 150 °C par échelons de 0,5 °C, pour emploi avec l'ébulliomètre.

NOTE 3 Un thermocouple résistant à la corrosion raccordé à un indicateur numérique ou à un enregistreur peut remplacer le thermomètre de laboratoire.

4.4 Balance de laboratoire, précision 0,1 mg.

5 Mode opératoire

Effectuer toutes les opérations en double.

Nettoyer et sécher tous les appareils en verre. Enlever le ballon de distillation de l'ébulliomètre Martin (4.1) et le peser à 0,001 g près. Introduire dans le ballon de 40 g à 50 g d'échantillon de flux et repeser le ballon à 0,001 g près. Effectuer la pesée rapidement pour éviter de perdre du solvant par évaporation.

Monter le ballon dans l'ébulliomètre et fixer le thermomètre ou le thermocouple (4.3) de la manière indiquée à la figure 1, dans le bouchon de caoutchouc fermant le haut de la colonne de distillation.

Ajuster le thermomètre ou le thermocouple en hauteur, de telle manière que sa pointe soit au niveau de l'entrée du tube incliné menant au condenseur. Remplir le condenseur d'eau. Mettre le chauffage. Lorsque le flux commence à bouillir, régler la chaleur de manière à recueillir le condensat au rythme de 1 goutte par seconde pour le premier millilitre et de 2 gouttes par seconde au-delà.

Noter la température et le temps à environ 2 min d'intervalle et tracer la courbe de distillation (température en fonction du temps) pendant la distillation. Une courbe type correspondante est donnée à la figure 2.

NOTE 4 Cette courbe peut être obtenue directement si l'on utilise un thermocouple (voir 4.3) que l'on branche à un enregistreur approprié.

Arrêter la distillation lorsque la température retombe à 75 °C. Enlever immédiatement le ballon de distillation et le mettre à refroidir jusqu'à la température ambiante dans un dessiccateur. Peser le ballon de distillation contenant le résidu non volatil.

6 Calcul des résultats

La teneur en matières non volatiles, exprimée en % (*m/m*), pour chaque détermination est égale à:

$$\frac{(P_3 - P_1)}{(P_2 - P_1)} \times 100$$

où

P_1 est la masse, en grammes, du ballon de distillation vide;

P_2 est la masse, en grammes, du ballon et de l'échantillon de flux;

P_3 est la masse, en grammes, du ballon et du résidu non volatil.

Les valeurs calculées en double sur l'échantillon de flux ne doivent normalement pas différer de plus de 0,2 % (*m/m*).

Calculer la moyenne des deux résultats pour obtenir la teneur en matières non volatiles de l'échantillon de flux.

NOTE 5 La technique expérimentale peut être vérifiée par le mode opératoire indiqué à l'article 5 pour un flux étalon contenant 25 % (*m/m*) de matières non volatiles, préparé de la manière décrite en annexe A.

7 Fidélité

Des essais interlaboratoires ont été effectués sur trois flux contenant des matières non volatiles à des teneurs comprises entre 18 % (*m/m*) et 26 % (*m/m*). Six laboratoires ont participé à ces essais. L'estimation des données de fidélité, exprimée en % (*m/m*) de matière non volatile a donné les résultats suivants:

Écart-type			
— intralaboratoire	s_w		0,32
— interlaboratoire	s_b		1,29
Répétabilité			
	r		0,9
Reproductibilité			
	R		3,6

8 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les renseignements suivants:

- identification de l'échantillon pour essai;
- méthode d'essai utilisée (c'est-à-dire référence à la présente partie de l'ISO 9455);
- résultats obtenus;
- tout détail inhabituel noté pendant le dosage;
- détail de toute opération non prévue dans la présente partie de l'ISO 9455 ou considérée comme facultative.

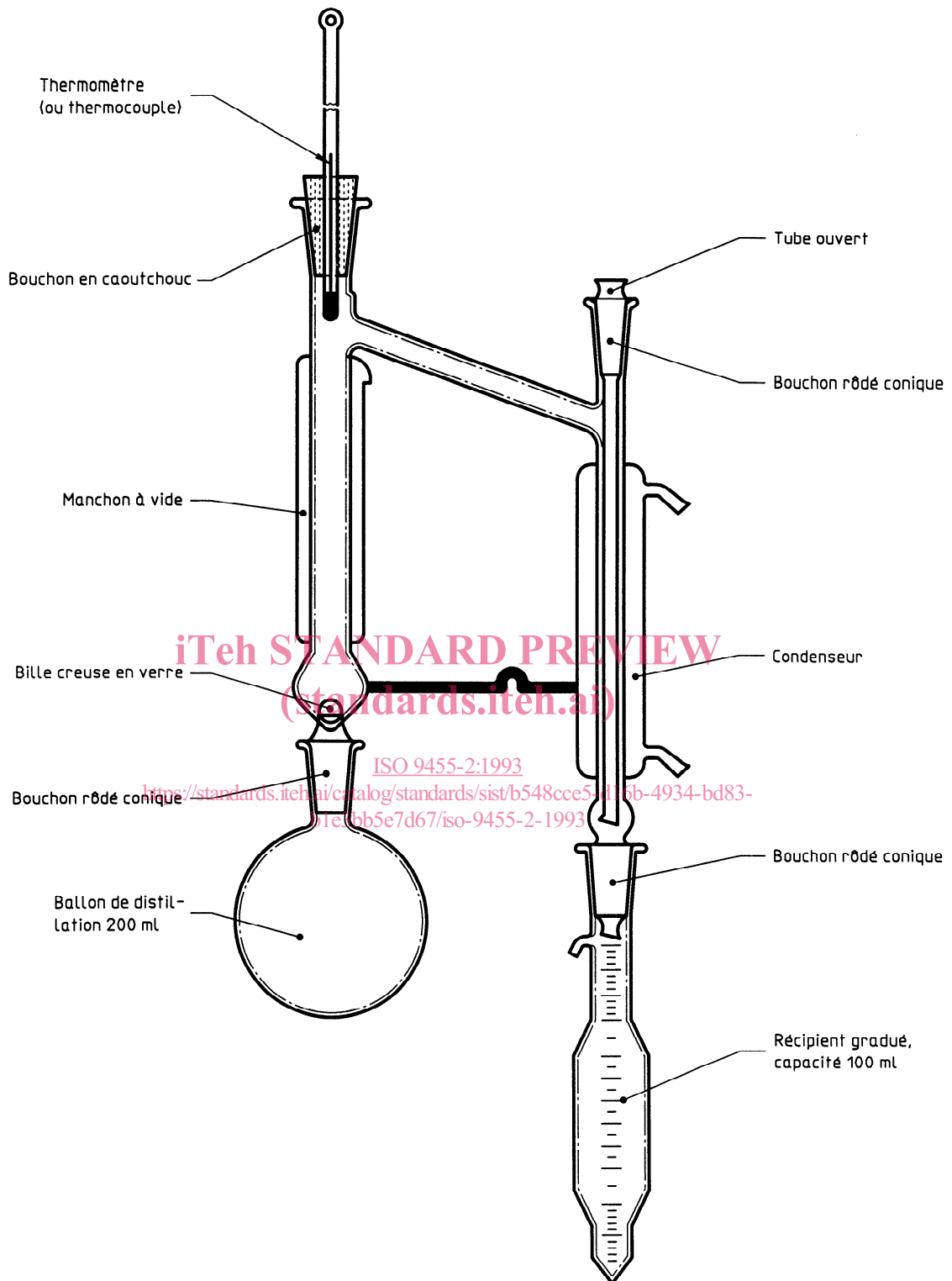


Figure 1 — bulliomtre Martin  ballon de distillation sphrique

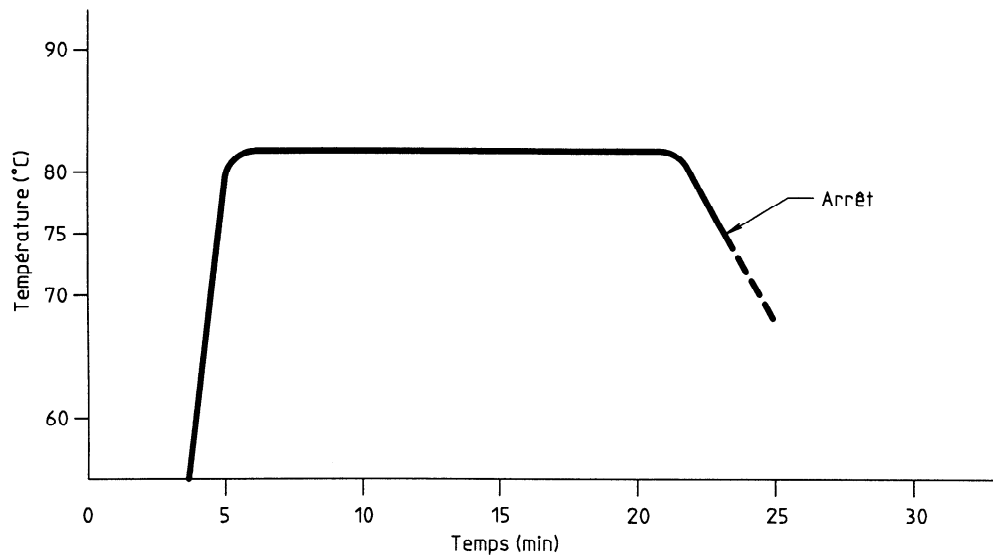


Figure 2 — Courbe de distillation type

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9455-2:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b548cce5-d16b-4934-bd83-b1e3bb5e7d67/iso-9455-2-1993>

Annexe A (informative)

Méthode de préparation des flux liquides étalons à base de résine de référence (colophane) renfermant 25 % (m/m) de matières non volatiles

A.1 Généralités

La présente annexe donne une méthode de préparation de deux flux liquides étalons à base de résine (colophane) ayant une teneur de 25 % (m/m) en matières non volatiles. Le premier flux est non activé, le second est activé aux halogènes (halogéné) (ce qui correspond respectivement aux classes 1.1.1.A et 1.1.2.A de l'ISO 9454-1). Les spécifications relatives aux constituants des flux reposent sur les indications de l'annexe C de la CEI 68-2-20:1979.

Le flux étalon peut être utilisé par un laboratoire pour vérifier le mode opératoire expérimental de la méthode déterminant la teneur en matières non volatiles décrite dans le corps principal de la présente partie de l'ISO 9455.

A.2 Principe

Le flux non activé est préparé par mise en solution d'une qualité spéciale de résine (colophane) dans du propanol-2. Le flux halogéné est préparé de manière similaire, mais avec une addition de chlorhydrate de diéthylamine.

A.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et

A.3.1 four, utilisable à $110\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$.

A.4 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

A.4.1 Résine (colophane), ou gomme, résine blanche aqueuse ou équivalent, ayant les propriétés suivantes:

Indice d'acidité:	155 mg KOH /g à 180 mg KOH /g
Point de ramollissement:	70 °C minimum
Point d'écoulement:	76 °C minimum
Cendres:	0,05 % maximum
Solubilité:	donnant une solution 1:1 limpide dans le propanol-2

A.4.2 Chlorhydrate de diéthylamine, séché pendant 2 h à $110\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$.

A.4.3 Propanol-2, conforme aux exigences suivantes:

Propanol-2:	99,5 % (m/m) minimum
Teneur en acide:	0,002 % (m/m) maximum
Teneur en matières non volatiles:	0,2 % (m/m) maximum

A.5 Mode opératoire

A.5.1 Résine (colophane) non activée

Peser $25\text{ g} \pm 0,1\text{ g}$ de résine (A.4.1) et les mettre en solution dans $75\text{ g} \pm 0,1\text{ g}$ de propanol-2 (A.4.3) en agitant doucement.

A.5.2 Résine (colophane) halogénée

Peser $0,39\text{ g} \pm 0,01\text{ g}$ de chlorhydrate de diéthylamine (A.4.2) et les mettre en solution dans $75\text{ g} \pm 0,1\text{ g}$ de propanol-2 (A.4.3). Ajouter ensuite $25\text{ g} \pm 0,1\text{ g}$ de résine (A.4.1) et mettre en solution en agitant doucement. Cette solution de flux renferme 0,5 % (m/m) de chlorure actif.

A.6 Conservation

Les solutions de flux étalons préparées de la manière indiquée en A.5 doivent être conservées dans un récipient demeurant fermé et à l'abri de la chaleur ou du froid extrême.