

NORME INTERNATIONALE

ISO
9455-3

Première édition
1992-05-01

Flux de brasage tendre — Méthodes d'essai —

Partie 3:

Détermination de l'indice d'acide par des
méthodes de titrage potentiométrique et visuel

(standards.iteh.ai)

Soft soldering fluxes — Test methods —

ISO 9455-3:1992

Part 3: Determination of acid value, potentiometric and visual titration methods

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c76b92d8-0c10-4730-a0a5-1949c055b92b/iso-9455-3-1992>

INTERNATIONAL

ISO



Numéro de référence
ISO 9455-3:1992(F)

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 9455-3 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*.

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 1992

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)*
- *Partie 17: Détermination de la résistance d'isolement de surface des résidus de flux (Essai au peigne)*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 9455-3:1992](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e9bb92d8-0ef6-4780-a8a5-1949e655b92b/iso-9455-3-1992)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e9bb92d8-0ef6-4780-a8a5-1949e655b92b/iso-9455-3-1992>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9455-3:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e9bb92d8-0ef6-4780-a8a5-1949e655b92b/iso-9455-3-1992>

Flux de brasage tendre — Méthodes d'essai —

Partie 3:

Détermination de l'indice d'acide par des méthodes de titrage potentiométrique et visuel

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 9455 prescrit deux méthodes de détermination de l'indice d'acide des flux de type 1 ou 2 uniquement définis dans l'ISO 9454-1.

La méthode A est une méthode de titrage potentiométrique. Elle est considérée comme la méthode de référence.

La méthode B est une variante de méthode de titrage à repérage visuel de la fin de la réaction.

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

ISO 9455-1:1990, *Flux de brasage tendre — Méthodes d'essai — Partie 1: Dosage des matières non volatiles par gravimétrie.*

ISO 9455-2:—¹⁾, *Flux de brasage tendre — Méthodes d'essai — Partie 2: Dosage des matières non volatiles par ébulliométrie.*

3 Méthode A — Méthode de titrage potentiométrique

3.1 Principe

Un échantillon préparé et pesé de flux est mis en solution dans un solvant approprié. La solution résultante est titrée par une solution étalon d'hydroxyde d'ammonium tétrabutyle avec une électrode en verre et avec enregistrement simultané des valeurs de pH ou de mV. L'examen de la courbe du volume de produit de titrage en fonction des valeurs de pH ou de mV permet de repérer le point d'inflexion à partir duquel se calcule l'indice d'acide.

NOTE 1 Les flux de classes 1.1.3 et 1.2.3 (voir ISO 9454-1) pouvant perdre de leur acidité pendant le dosage des matières non volatiles, la matière non volatile dosée dans l'ISO 9455-1 ou dans l'ISO 9455-2 ne doit pas être prise en compte dans les dosages sur ces classes de flux.

3.2 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou désionisée.

1) À publier.

3.2.1 Hydroxyde d'ammonium tétrabutyle [(CH₃CH₂CH₂CH₂)₄N(OH)] 0,1 M (0,1 mol/l).

Utiliser une solution étalon du commerce ou une solution préparée à partir d'une solution étalon du commerce par dilution avec du propanol-2 (3.2.2). En variante, préparer une solution à 0,1 mol/l d'hydroxyde d'ammonium tétrabutyle par dilution d'une solution concentrée du commerce avec du propanol-2 et normaliser cette solution sur une quantité pesée avec précision d'acide benzoïque (d'environ 0,5 g) mise en solution dans du diméthylformamide préalablement neutralisé en bleu de thymol.

3.2.2 Propanol-2 [(CH₃)₂CHOH], neutralisé avec la solution d'hydroxyde d'ammonium tétrabutyle (3.2.1) jusqu'au virage à une faible couleur rose; utiliser comme indicateur de la phénolphtaléine.

3.2.3 Éthanol (C₂H₅OH), anhydre, neutralisé avec la solution d'hydroxyde d'ammonium tétrabutyle jusqu'au virage à une faible couleur rose; utiliser comme indicateur de la phénolphtaléine.

3.2.4 Toluène (C₆H₅CH₃), neutralisé avec la solution d'hydroxyde d'ammonium tétrabutyle jusqu'au virage à une faible couleur rose; utiliser comme indicateur de la phénolphtaléine.

3.2.5 Mélange éthanol/toluène.

Mélanger en volumes égaux l'éthanol anhydre (3.2.3) et le toluène (3.2.4).

3.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit.

3.3.1 Millivoltmètre ou pHmètre.

3.3.2 Électrode en verre.

3.3.3 Électrode en calomel saturé ou en chlorure d'argent/argent.

3.3.4 Agitateur magnétique ou mécanique, à vitesse variable.

3.4 Mode opératoire

Déterminer par des expériences préalables si l'échantillon est soluble dans le propanol-2, l'éthanol anhydre, le toluène ou le mélange éthanol/toluène. S'il n'est pas complètement soluble dans l'un ou l'autre de ces solvants, choisir celui qui semble donner la solubilité maximale. S'il est soluble dans les quatre solvants de la même manière, utiliser le propanol-2.

Effectuer les opérations qui suivent en triple sur l'échantillon de flux.

Peser à 0,001 g près, environ 0,5 g d'échantillon de flux solide ou 2,0 g d'échantillon de flux liquide en veillant à éviter les pertes de matières volatiles pendant la pesée. Transférer l'échantillon pesé dans un bécher de 250 ml de forme basse.

Ajouter 100 ml de propanol-2 (3.2.2) ou du solvant choisi (3.2.3 à 3.2.5) selon la solubilité du flux. Couvrir d'un verre de montre et mettre en solution en agitant doucement.

Placer le bécher sur le support de l'appareil de titrage, électrodes, agitateur et burettes se trouvant en position. Régler la vitesse de l'agitateur de façon à obtenir un brassage vigoureux sans éclaboussures. Titrer par la solution d'hydroxyde d'ammonium tétrabutyle (3.2.1) en ajoutant des proportions de 1 ml et en enregistrant les lectures du pHmètre ou du millivoltmètre après chaque ajout. À l'approche de la fin de la réaction, réduire les ajouts de produits de titrage à 0,1 ml et continuer à titrer au-delà du point final de la réaction.

Tracer la courbe du pH ou des valeurs de potentiel en fonction du volume de produit de titrage ajouté; cela donne la courbe de titrage. Le point d'inflexion de la courbe correspond à la fin du titrage.

NOTE 2 Le point d'inflexion de la courbe se détermine facilement à partir de la courbe dérivée.

Effectuer à titre de comparaison une détermination à blanc avec tous les réactifs.

3.5 Calcul des résultats

L'indice d'acide s'exprime en milligrammes d'hydroxyde de potassium par gramme de matière non volatile, quelle que soit la base utilisée pour le titrage.

L'indice d'acide, exprimé en milligramme d'hydroxyde de potassium par gramme de matière non volatile, est donné par la formule

$$\frac{5\,611\,VM}{mS}$$

où

V est le volume, en millilitres, de solution d'hydroxyde d'ammonium tétrabutyle utilisée, diminué du volume nécessaire pour titrer le blanc;

M est la molarité de la solution d'hydroxyde d'ammonium tétrabutyle (3.2.1);

m est la masse, en grammes, de l'échantillon prélevé;

S est le pourcentage de matière non volatile contenu dans l'échantillon, déterminé de la manière décrite dans l'ISO 9455-1 ou dans l'ISO 9455-2 (pour les échantillons de flux solide: $S = 100$).

L'indice d'acide du flux essayé se calcule en faisant la moyenne des résultats obtenus sur chacun des trois échantillons d'essai.

4 Méthode B — Méthode de titrage par repérage visuel de la fin de la réaction

4.1 Principe

Un échantillon préparé et pesé de flux est mis en solution dans du propanol-2, de l'éthanol, du toluène ou un mélange éthanol/toluène. La solution est ensuite titrée par une solution étalon d'hydroxyde de potassium et on calcule l'indice d'acide.

NOTE 3 Les flux de classes 1.1.3 et 1.2.3 (voir ISO 9454-1) pouvant perdre de leur activité pendant le dosage des matières non volatiles, la matière non volatile dosée dans l'ISO 9455-1 ou dans l'ISO 9455-2 ne doit pas être prise en compte dans les dosages sur ces classes de flux.

4.2 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou désionisée.

4.2.1 Éthanol, anhydre, neutralisé avec de l'hydroxyde de potassium, à 0,1 mol/l dans de l'alcool (4.2.5) jusqu'au virage à une faible couleur rose; utiliser comme indicateur de la phénolphtaléine.

4.2.2 Toluène, neutralisé avec de l'hydroxyde de potassium, à 0,1 mol/l dans l'alcool (4.2.5) jusqu'au virage à une faible couleur rose; utiliser comme indicateur de la phénolphtaléine.

4.2.3 Mélange éthanol/toluène

Mélanger en volumes égaux l'éthanol anhydre (4.2.1) et le toluène (4.2.2).

4.2.4 Propanol-2, neutralisé avec de l'hydroxyde de potassium à 0,1 mol/l dans de l'alcool, jusqu'au virage à une faible couleur rose; utiliser comme indicateur de la phénolphtaléine.

4.2.5 Solution d'hydroxyde de potassium, 0,1 mol/l dans de l'alcool.

Utiliser une solution étalon du commerce ou une solution préparée à partir d'une solution étalon concentrée du commerce par dilution avec de l'éthanol (4.2.1). En variante, préparer une solution d'hydroxyde de potassium à 0,1 mol/l en mettant en

solution 3 g \pm 0,1 g d'hydroxyde de potassium (KOH) dans 500 ml d'éthanol (4.2.1) et normaliser cette solution sur une quantité pesée avec précision d'acide benzoïque (environ 0,5 g) mis en solution dans l'éthanol (4.2.1).

4.2.6 Solution d'indicateur à la phénolphtaléine

Ajouter 1 g de phénolphtaléine à environ 50 ml de méthanol et homogénéiser. Une fois mis en solution, diluer à 100 ml avec le méthanol et homogénéiser.

4.3 Appareillage

Appareillage courant de laboratoire.

4.4 Mode opératoire

Déterminer par des expériences préalables si l'échantillon est soluble dans le propanol-2, l'éthanol anhydre, le toluène ou le mélange éthanol/toluène. S'il n'est pas complètement soluble dans l'un ou l'autre des solvants, choisir celui qui semble donner la solubilité maximale. S'il est soluble dans les quatre solvants de la même manière, utiliser l'éthanol.

Effectuer les opérations qui suivent en triple sur l'échantillon de flux.

Peser à 0,001 g près assez d'échantillon de flux pour donner environ 1 g de matière non volatile (voir ISO 9455-1 ou ISO 9455-2) en veillant, pour les échantillons de flux liquides, à éviter les pertes de matière volatile pendant la pesée. Transférer l'échantillon pesé dans un flacon ou un bécher approprié et ajouter 100 ml du solvant choisi. Agiter jusqu'à mise en solution aussi complète que possible de l'échantillon. Ne pas chauffer. Ajouter 3 gouttes d'indicateur à la phénolphtaléine (4.2.6) et titrer par la solution d'hydroxyde de potassium (4.2.5) jusqu'à ce qu'une faible couleur rose persiste 15 s dans la solution titrée. Effectuer, à titre de comparaison, une détermination à blanc avec tous les réactifs.

4.5 Calcul des résultats

L'indice d'acide de l'échantillon, exprimé en multigrammes d'hydroxyde de potassium par gramme de matière non volatile, est donné par la formule

$$\frac{5,611 VM}{mS}$$

où

V est le volume, en millilitres, de solution d'hydroxyde de potassium (4.2.5) utilisé pour le titrage, diminué du volume nécessaire pour titrer le blanc;

- M* est la molarité de la solution d'hydroxyde de potassium (4.2.5);
- m* est la masse en grammes, de l'échantillon prélevé;
- S* est le pourcentage de matière non volatile contenue dans l'échantillon déterminé de la manière indiquée dans l'ISO 9455-1 ou dans l'ISO 9455-2 (pour les échantillons de flux solides, $S = 100$).

L'indice d'acide du flux essayé se calcule en faisant la moyenne des résultats obtenus sur chacun des trois échantillons d'essais.

5 Fidélité

5.1 Méthode A

La méthode A de la présente partie de l'ISO 9455 a été soumise à un circuit d'essais international mettant en jeu huit laboratoires. Sur cinq flux résineux ayant des indices d'acide compris entre 170 mg et 230 mg de KOH par gramme de matière non volatile, les évaluations de la fidélité ont donné les résultats suivants (exprimés en milligrammes d'hydroxyde de potassium par gramme):

Écarts-types:

| | | |
|--------------------|-------|------|
| — intralaboratoire | s_w | 1,0 |
| — interlaboratoire | s_b | 3,6 |
| Répétabilité | r | 3,0 |
| Reproductibilité | R | 10,0 |

5.2 Méthode B

La méthode B de la présente partie de l'ISO 9455 a été soumise à un circuit d'essais international ne mettant en jeu que cinq laboratoires. Sur neuf flux résineux ayant des indices d'acide compris entre 160 mg et 300 mg de KOH par gramme de matière non volatile, les évaluations de la fidélité ont donné les résultats suivants (exprimés en milligrammes d'hydroxyde de potassium par gramme):

Écarts-types:

| | | |
|--------------------|-------|------|
| — intralaboratoire | s_w | 2,1 |
| — interlaboratoire | s_b | 5,8 |
| Répétabilité | r | 5,8 |
| Reproductibilité | R | 16,1 |

6 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit présenter les informations suivantes:

- identification de l'échantillon d'essai;
- méthode d'essai utilisée (référence à la méthode A ou à la méthode B de la présente partie de l'ISO 9455);
- résultats obtenus;
- tout facteur inhabituel noté pendant la détermination;
- détails de toute opération non incluse dans la présente partie de l'ISO 9455 ou considérée comme optionnelle.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9455-3:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e9bb92d8-0ef6-4780-a8a5-1949e655b92b/iso-9455-3-1992>