

NORME
INTERNATIONALE

ISO
9455-6

Première édition
1995-09-15

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

Partie 6:

Dosage et détection des halogénures
(à l'exception des fluorures)

[ISO 9455-6:1995](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ce105b5e-bcd1-4b8f-ad68-b0e15957acab/iso-9455-6-1995)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ce105b5e-bcd1-4b8f-ad68-b0e15957acab/iso-9455-6-1995>
Soft soldering fluxes — Test methods —

Part 6: Determination and detection of halide (excluding fluoride) content



Numéro de référence
ISO 9455-6:1995(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 9455-6 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: Dosage et détection des halogénures (à l'exception des fluorures)*
- *Partie 8: Dosage du zinc*
- *Partie 9: Dosage de l'ammoniac*
- *Partie 10: Essais d'efficacité du flux par méthode statique*

© ISO 1995

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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 11: Solubilité des résidus de flux*
- *Partie 12: Essai de corrosion des tubes d'acier*
- *Partie 13: Détermination des projections 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 fait partie intégrante de la présente partie de l'ISO 9455.

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

[ISO 9455-6:1995](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ce105b5e-bcd1-4b8f-ad68-b0ef5957acab/iso-9455-6-1995)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ce105b5e-bcd1-4b8f-ad68-b0ef5957acab/iso-9455-6-1995>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9455-6:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ce105b5e-bcd1-4b8f-ad68-b0ef5957acab/iso-9455-6-1995>

Flux de brasage tendre — Méthodes d'essai —

Partie 6:

Dosage et détection des halogénures (à l'exception des fluorures)

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 9455 prescrit trois méthodes quantitatives pour le dosage des halogénures ioniques (à l'exception des fluorures) dans les flux de brasage tendre. Les teneurs en halogénures sont calculées sous la forme de teneurs en chlorures. Une méthode d'essai qualitative utilisable pour la détection des halogénures ioniques est également décrite.

La méthode A est une méthode de titrage potentiométrique pour le dosage des halogénures (à l'exception des fluorures). Elle est applicable aux flux de classes 1 et 2 tels que définis dans l'ISO 9454-1. Cette méthode, qui doit être considérée comme la méthode de référence pour ces flux, convient pour des teneurs en halogénures généralement comprises entre 0,05 % (*m/m*) et 2 % (*m/m*) dans les matières non volatiles du flux.

La méthode B est une méthode de titrage pour le dosage total des halogénures (à l'exception des fluorures) dans les flux solubles dans l'eau. Elle est applicable aux flux de classes 2.1.2.A et 3.1.1.A tels que définis dans l'ISO 9454-1.

La méthode C est une méthode de titrage pour le dosage des halogénures (à l'exception des fluorures) dans les flux solubles dans l'eau et contenant des phosphates. Elle est applicable aux flux de classe 3.2.1.A tels que définis dans l'ISO 9454-1.

La méthode D est un essai qualitatif, utilisant du papier réactif au chromate d'argent, pour détecter la

présence d'halogénures ioniques. Cette méthode est applicable à toutes les classes de flux.

iTeh STANDARD PREVIEW

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 5725-2:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 2: Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée.*

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 9455-2:1993, *Flux de brasage tendre — Méthodes d'essai — Partie 2: Dosage des matières non volatiles par ébulliométrie.*

3 Méthode A: Méthode potentiométrique (Méthode de référence)

3.1 Principe

Un échantillon de flux préparé et pesé est dissous dans un solvant approprié. La solution ainsi obtenue est dosée avec une solution de nitrate d'argent titrée en utilisant une électrode à l'argent, les lectures du millivoltmètre étant relevées simultanément. D'après le graphique représentant les lectures du volume de produit de titrage en fonction des valeurs indiquées par le millivoltmètre, le point d'inflexion est déterminé, et la teneur (pourcentage) en halogénures, exprimée en chlorures, est calculée. Cette méthode ne convient pas pour le dosage des fluorures.

Cette méthode est applicable aux flux de classes 1 et 2 tels que définis dans l'ISO 9454-1.

3.2 Réactifs

3.2.1 Généralités

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou déionisée de conductivité inférieure à 10 $\mu\text{S}/\text{cm}$.

3.2.2 Propanol-2.

3.2.3 Solution de nitrate d'argent, à 0,02 mol/l.

Dissoudre 3,4 g de nitrate d'argent (AgNO_3) dans l'eau (voir note 1). Transvaser dans une fiole jaugée de 1 litre et diluer au trait avec de l'eau. Homogénéiser.

Il est également possible d'utiliser un concentré vendu dans le commerce pour préparer une solution de nitrate d'argent titrée à 0,02 mol/l.

Titrer la solution de nitrate d'argent par la méthode décrite dans l'annexe A pour obtenir le facteur de corrélation f_1 . Conserver dans un flacon en verre ambré.

NOTES

1 Il est recommandé de sécher le nitrate d'argent (AgNO_3) à $110 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ pendant 16 h et de le laisser refroidir dans un dessiccateur avant de procéder à la pesée.

2 1 ml de solution de nitrate d'argent (3.2.3) équivaut à $0,000\ 709 \times f_1$ g d'ions chlorure.

3.3 Appareillage

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

3.3.1 Millivoltmètre.

3.3.2 Électrode à l'argent.

3.3.3 Électrode au mercure/sulfate mercurieux/sulfate de sodium 1 mol/l, ou électrode à hydrogène réversible.

3.3.4 Agitateur magnétique ou mécanique, avec moteur à vitesse variable, la tige de l'agitateur devant être revêtue de PTFE.

3.4 Mode opératoire

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

Peser, à 0,001 g près, environ 0,5 g d'échantillon de flux solide ou 2 g d'échantillon de flux liquide en évitant toute perte de matière volatile lors de la pesée, et transférer le produit dans un bécher de forme basse de 250 ml.

NOTE 3 Ce mode opératoire convient pour les concentrations en ions halogénures généralement comprises entre 0,1 % (m/m) et 1 % (m/m) dans les matières non volatiles de la solution à titrer. Pour des échantillons de flux dont les concentrations en ions halogénures sont en dehors de ces limites, il est recommandé d'ajuster la masse de l'échantillon de la façon suivante:

- pour des échantillons de flux ayant une concentration en ions halogénures comprise entre 0,05 % (m/m) et 0,1 % (m/m), il est recommandé de doubler la masse de l'échantillon; et
- pour des échantillons de flux ayant une concentration en ions halogénures comprise entre 1 % (m/m) et 2 % (m/m), il est recommandé de diviser par deux la masse de l'échantillon.

Ajouter 100 ml de propanol-2 (3.2.2), ou d'eau, selon la solubilité du flux (voir note 4). Couvrir d'un verre de montre et laisser dissoudre en agitant doucement.

NOTE 4 Pour des flux de classe 1.2 tels que définis dans l'ISO 9454-1, il est recommandé que le choix du solvant soit convenu entre le fabricant de flux et l'utilisateur.

Placer le bécher sur le support du dispositif de dosage avec les électrodes, l'agitateur et la burette en position. Régler la vitesse de l'agitateur de façon à ob-

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9455-6:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0957acab740-459-61995/b0ef5957acab740-459-61995>

tenir une forte agitation, sans éclaboussures. Titrer par la solution de nitrate d'argent (3.2.3), en ajoutant des portions de 1 ml et en enregistrant les lectures du millivoltmètre après chaque addition. Lorsque le point final est proche, réduire les additions à 0,1 ml de produit de titrage et continuer à titrer au-delà du point final.

Tracer la courbe des valeurs de potentiel en fonction du volume de produit de titrage ajouté afin d'obtenir la courbe de titrage. Le point d'inflexion de la courbe correspond au point final du titrage.

NOTE 5 Le point d'inflexion de la courbe se détermine facilement à partir de la courbe dérivée.

À titre de comparaison, effectuer une détermination à blanc en utilisant tous les réactifs.

3.5 Calcul des résultats

La teneur en halogénures (à l'exception des fluorures), exprimée en pourcentage en masse de chlorures dans le flux, est donnée par la formule:

$$\frac{0,0709 \times V}{m} f_1$$

où

- V est le volume, en millilitres, de la solution de nitrate d'argent utilisée, diminué du volume nécessaire pour le dosage à blanc;
- f_1 est le facteur de corrélation pour la solution de nitrate d'argent (voir 3.2.3);
- m est la masse, en grammes, de l'échantillon prélevé.

La teneur en halogénures dans l'échantillon de flux est la moyenne des trois résultats obtenus sur chacun des trois échantillons d'essai.

La teneur en halogénures (à l'exception des fluorures) peut également être exprimée en pourcentage en masse de chlorures dans les matières non volatiles, par la formule:

$$\frac{7,09 \times V}{mS} f_1$$

où

- S est le pourcentage en matières non volatiles contenues dans l'échantillon, déterminé comme décrit dans l'ISO 9455-1 ou dans l'ISO 9455-2. Pour les échantillons de flux solides, $S = 100$.

4 Méthode B: Méthode de dosage des halogénures (à l'exception des fluorures) dans les flux solubles dans l'eau

4.1 Principe

Un échantillon de flux préparé est dilué jusqu'à un certain volume avec un volume spécifié d'acide sulfurique de concentration connue et d'eau. La solution est ensuite traitée avec une quantité connue de solution de nitrate d'argent et l'excès de nitrate d'argent est dosé par du thiocyanate d'ammonium. Un dosage à blanc est effectué simultanément avec de l'eau à la place du flux et la teneur (pourcentage) en halogénures, exprimée en pourcentage de chlorures, est calculée. Cette méthode ne convient pas pour le dosage des fluorures.

L'essai est uniquement applicable aux flux de classes 2.1.2.A et 3.1.1.A tels que définis dans l'ISO 9454-1.

Certains flux liquides contiennent de l'acide chlorhydrique libre, la teneur en halogénures est alors plus forte que la teneur équivalente au chlorure de zinc ou autres chlorures présents.

4.2 Réactifs

4.2.1 Généralités

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou déionisée de conductivité inférieure à 10 $\mu\text{S}/\text{cm}$.

4.2.2 Solution de nitrate d'argent, à 0,1 mol/l.

Dissoudre 16,99 g de nitrate d'argent (AgNO_3) dans l'eau (voir note 1). Transvaser dans une fiole jaugée de 1 litre et diluer au trait avec de l'eau. Homogénéiser.

Il est également possible d'utiliser un concentré vendu dans le commerce pour préparer une solution de nitrate d'argent titrée à 0,1 mol/l.

Titre la solution de nitrate d'argent par la méthode décrite dans l'annexe A pour obtenir le facteur de corrélation f_2 . Conserver dans un flacon en verre ambré.

NOTES

6 Il est recommandé de sécher le nitrate d'argent (AgNO_3) à $110 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ pendant 16 h et de le laisser refroidir dans un dessiccateur avant de procéder à la pesée.

7 1 ml de solution de nitrate d'argent (4.2.2) équivaut à $0,003545 \times f_2$ g d'ions chlorure.

4.2.3 Solution de thiocyanate d'ammonium, à environ 0,1 mol/l.

Dissoudre 8 g de thiocyanate d'ammonium (NH_4CNS) dans l'eau. Transvaser dans une fiole jaugée de 1 litre et diluer au trait avec de l'eau. Homogénéiser.

Il est également possible d'utiliser un concentré vendu dans le commerce pour préparer une solution de thiocyanate d'ammonium titrée à 0,1 mol/l.

4.2.4 Solution d'acide sulfurique, à 20 % (V/V).

Ajouter avec précaution à 400 ml d'eau, tout en agitant, 200 ml d'acide sulfurique (densité 1,84 g/ml). Mélanger, laisser refroidir, diluer jusqu'à 1 litre, et homogénéiser.

4.2.5 Solution d'indicateur au sulfate ferrique d'ammonium.

Dissoudre 10 g de sulfate ferrique d'ammonium [$\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$] dans 100 ml d'eau.

4.2.6 Nitrobenzène.

AVERTISSEMENT — Ce réactif est nocif. Il est recommandé de prendre toutes les précautions utiles lors de sa manipulation et de son élimination.

4.2.7 Acide nitrique, de densité 1,42 g/ml.

4.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire.

4.4 Mode opératoire

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

À l'aide d'une pipette, transvaser 25 ml de l'échantillon dans une fiole jaugée de 500 ml. Ajouter 10 ml de solution d'acide sulfurique (4.2.4); diluer au trait avec de l'eau et mélanger.

À l'aide d'une pipette, transvaser 10 ml de cette solution dans une fiole conique de 500 ml à bouchon en verre et ajouter 50 ml d'eau, puis 5 ml d'acide nitrique (4.2.7).

Dans une fiole semblable, transvaser 60 ml d'eau et 5 ml d'acide nitrique (4.2.7) et effectuer simultanément un dosage à blanc en utilisant le même mode opératoire et les mêmes quantités de réactifs que pour l'échantillon de flux.

À l'aide d'une burette ou d'une pipette, ajouter 50 ml de solution de nitrate d'argent (4.2.2) au contenu de la fiole.

NOTE 8 Il est possible d'ajouter 2 ml de nitrobenzène (4.2.6) pour favoriser la coagulation du précipité.

Reboucher la fiole et l'agiter énergiquement. Ajouter 5 ml de solution d'indicateur au sulfate ferrique d'ammonium (4.2.5) et doser par la solution de thiocyanate d'ammonium (4.2.3), en agitant énergiquement la fiole entre les différentes additions de produit de titrage. Le point final est atteint lorsqu'une couleur rouge-orange clair commence à persister dans la solution contenue dans la fiole.

4.5 Titration de la solution de thiocyanate d'ammonium (4.2.3)

Transvaser 70 ml d'eau et 5 ml d'acide nitrique (4.2.7) dans une fiole conique de 500 ml. À l'aide d'une pipette, ajouter 25 ml de solution de nitrate d'argent (4.2.2). Ajouter 5 ml de solution d'indicateur au sulfate ferrique d'ammonium (4.2.5) et titrer avec la solution de thiocyanate d'ammonium (4.2.3), selon le mode opératoire décrit en 4.4.

Calculer le facteur de corrélation f_3 pour le thiocyanate d'ammonium, comme suit:

$$f_3 = \frac{25 \times f_2}{\text{volume de } \text{NH}_4\text{CNS}}$$

4.6 Calcul des résultats

La teneur en halogénures (à l'exception des fluorures), exprimée en pourcentage en masse de chlorures dans le flux, est donnée par la formule:

$$\left[\frac{(\text{titre}_{\text{blanc}} - \text{titre}_{\text{échantillon}}) \times 0,003\,545 \times f_3}{0,5\,d} \right] \times 100$$

que l'on peut simplifier ainsi:

$$\frac{0,709 \times V}{d} f_3$$

où

V est le volume, en millilitres, de la solution de thiocyanate d'ammonium (4.2.3) utilisée pour le dosage à blanc, diminué du volume utilisé pour le dosage de l'échantillon de flux;

d est la masse volumique, en grammes par millilitre, de l'échantillon de flux original, à 20 °C, déterminée à l'aide d'un aréomètre;

f_3 est le facteur de corrélation pour le thiocyanate d'ammonium obtenu en 4.5.

La teneur en halogénures dans l'échantillon de flux est la moyenne des trois résultats obtenus sur chacun des trois échantillons d'essai.

NOTE 9 Une autre méthode applicable consiste à peser l'échantillon original de 25 ml et d'ajuster le calcul final en conséquence.

5 Méthode C: Méthode de dosage des halogénures (à l'exception des fluorures) dans les flux solubles dans l'eau et contenant des phosphates

5.1 Principe

De l'acide oxalique est ajouté pour complexer le cuivre éventuellement présent dans le flux, puis du nitrate ferrique est ajouté pour complexer le phosphate. La teneur en halogénures dans le flux, calculée en teneur de chlorures, est ensuite déterminée par volumétrie en utilisant du nitrate d'argent et du thiocyanate d'ammonium. Cette méthode ne convient pas pour le dosage des fluorures.

Cette méthode est applicable aux flux de classe 3.2.1.A tels que définis dans l'ISO 9454-10.

5.2 Réactifs

5.2.1 Généralités

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou déionisée de conductivité inférieure à 10 $\mu\text{S}/\text{cm}$.

5.2.2 Solution de nitrate d'argent, à 0,02 mol/l.

Dissoudre 3,4 g de nitrate d'argent (AgNO_3) dans l'eau (voir note 1). Transvaser dans une fiole jaugée de 1 litre et diluer au trait avec de l'eau. Homogénéiser.

Il est également possible d'utiliser un concentré vendu dans le commerce pour préparer une solution de nitrate d'argent titrée à 0,02 mol/l.

Titrer la solution de nitrate d'argent par la méthode décrite dans l'annexe A pour obtenir le facteur de corrélation f_1 . Conserver dans un flacon en verre ambré.

NOTES

10 Il est recommandé de sécher le nitrate d'argent (AgNO_3) à $110\text{ }^\circ\text{C} \pm 5\text{ }^\circ\text{C}$ pendant 16 h et de le laisser refroidir dans un dessiccateur avant de procéder à la pesée.

11 1 ml de solution de nitrate d'argent (5.2.2) équivaut à $0,000\ 709 \times f_1$ g d'ions chlorure.

5.2.3 Solution de thiocyanate d'ammonium, à environ 0,02 mol/l.

Dissoudre 1,6 g de thiocyanate d'ammonium (NH_4CNS) dans l'eau. Transvaser dans une fiole jaugée de 1 litre et diluer au trait avec de l'eau. Homogénéiser. Titrer cette solution avec une solution de nitrate d'argent à 0,02 mol/l (5.2.2), comme décrit en 5.5.

5.2.4 Solution d'acide nitrique, à 10 % (V/V).

Diluer 100 ml d'acide nitrique (densité 1,42 g/ml) pour obtenir 1 litre et homogénéiser.

5.2.5 Acide oxalique.

AVERTISSEMENT — Ce réactif est toxique. Il est recommandé de prendre toutes les précautions utiles lors de sa manipulation et de son élimination.

5.2.6 Nitrate ferrique.

5.2.7 Nitrobenzène.

AVERTISSEMENT — Ce réactif est nocif. Il est recommandé de prendre toutes les précautions utiles lors de sa manipulation et de son élimination.

5.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire.

5.4 Mode opératoire

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

Peser, à 0,001 g près, environ 10 g d'échantillon de flux.

Transférer l'échantillon dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter environ 70 ml d'eau, boucher la fiole et mélanger. Ajouter l'acide oxalique (5.2.5) par portions d'environ 0,2 g et bien mélanger, jusqu'à ce que la couleur bleue cuivre commence à disparaître. Diluer jusqu'au trait et homogénéiser. Laisser reposer pendant environ 10 min et filtrer avec un papier-filtre sec.