

---

---

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

**Partie 9:**

**Dosage de l'ammoniac  
(standards.iteh.ai)**

*Soft soldering fluxes —*

*Part 9: Determination of ammonia content*  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso-9455-9:1993/8ac0937a427f/iso-9455-9-1993>



## 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 9455-9 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 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*

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

[ISO 9455-9:1993](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/521560f1-fe77-4931-b3b3-8ac0937a427f/iso-9455-9-1993)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/521560f1-fe77-4931-b3b3-8ac0937a427f/iso-9455-9-1993>

Page blanche

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

ISO 9455-9:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/521560f1-fe77-4931-b3b3-8ac0937a427f/iso-9455-9-1993>

# Flux de brasage tendre — Méthodes d'essai —

## Partie 9: Dosage de l'ammoniac

### 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 9455 prescrit une méthode de distillation permettant de doser l'ammoniac contenu dans les flux solides ou liquides. La méthode est applicable uniquement aux flux de classe 3.1.1 définis dans l'ISO 9454-1.

### 2 Référence normative

La norme suivante contient 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, l'édition indiquée était 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 l'édition la plus récente de la norme indiquée 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.*

### 3 Principe

La solution de flux préparée est distillée avec de l'hydroxyde de sodium pour chasser l'ammoniac contenu dans le flux. Le distillat résultant est passé dans une solution étalon d'acide sulfurique. L'excès d'acide est ensuite titré par la solution d'hydroxyde de sodium et la teneur du flux en ammoniac est calculée.

### 4 Réactifs

#### 4.1 Généralités

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

**4.2 Solution d'hydroxyde de sodium**, 1,0 mol/l, solution étalon, disponible dans le commerce.

Sinon, utiliser une solution à environ 1,0 mol/l d'hydroxyde de sodium préparée par la méthode suivante.

Mettre en solution 40 g d'hydroxyde de sodium dans de l'eau et refroidir. Transvaser la solution dans une fiole jaugée de 1 litre, diluer au trait de jauge et homogénéiser. Normaliser la solution à 0,5 mol/l d'acide sulfurique (4.3).

**4.3 Solution d'acide sulfurique**, 0,5 mol/l, solution étalon disponible dans le commerce.

Sinon, utiliser une solution à environ 0,5 mol/l d'acide sulfurique préparée par la méthode suivante. Ajouter avec précaution 30 ml d'acide sulfurique ( $\rho = 1,84$  g/ml) à 400 ml d'eau et mélanger. Refroidir et transvaser dans une fiole jaugée de 1 litre. Diluer au trait de jauge et homogénéiser. Normaliser cette solution avec une solution étalon préparée à partir de carbonate de sodium anhydre.

NOTE 1 1 ml d'acide sulfurique à 0,5 mol/l est équivalent à 0,053 5 g de chlorure d'ammonium.

**4.4 Solution d'acide sulfurique**, à 50 % (V/V).

En prenant les précautions appropriées, ajouter 500 ml d'acide sulfurique ( $\rho = 1,84$  g/ml) à 500 ml d'eau. Homogénéiser.

**AVERTISSEMENT — Ce mode opératoire peut présenter un certain danger et doit être mis en œuvre par un opérateur expérimenté.**

**4.5 Solution d'hydroxyde de sodium, 10 mol/l.**

Mettre en solution 400 g d'hydroxyde de sodium dans de l'eau. Diluer à 1 litre et homogénéiser. Cette solution doit être préparée dans un b cher en poly thyl ne refroidi   l'eau et conserv e dans un flacon en poly thyl ne.

**4.6 Solution d'indicateur au m thyl-orange, 0,1 g/100 ml.**

Mettre en solution 0,1 g de m thyl-orange dans 100 ml d'eau. Homog n iser.

**5 Appareillage**

Outre l'appareillage ordinaire de laboratoire, utiliser l'appareillage repr sent    la figure 1.

**6 Mode op ratoire**

Proc der aux op rations suivantes en triple sur l' chantillon de flux.

**6.1 Pr paration de la solution d'essai du flux**

**6.1.1 Flux solides**

Peser 10 g d' chantillon de flux solide dans un b cher de 400 ml. Ajouter de l'eau et suffisamment d'acide sulfurique (4.4) pour  claircir la solution. Transvaser dans une fiole jaug e de 500 ml, diluer au trait de jauge et homog n iser.

**6.1.2 Flux en p te**

Pour les flux en p te solubles dans l'eau, peser 10 g d' chantillon de flux en p te dans un b cher de 400 ml. Ajouter de l'eau et suffisamment d'acide sulfurique (4.4) pour  claircir la solution. Transvaser dans une fiole jaug e de 500 ml, diluer au trait de jauge et homog n iser.

NOTE 2 Pour des flux en p te non solubles dans l'eau, la m thode de pr paration de la solution d'essai de flux peut  tre modifi e. Dans ce cas, il convient de demander conseil au fabricant.

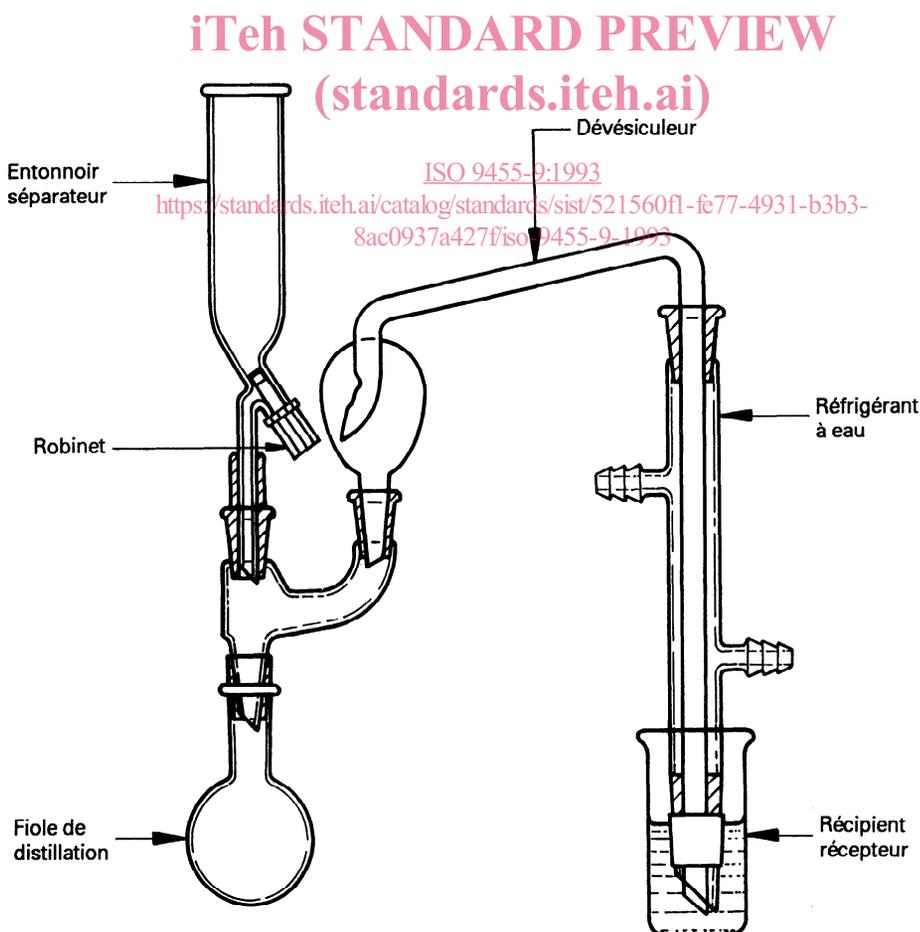


Figure 1 — Appareillage pour le dosage de l'ammoniac

### 6.1.3 Flux liquides

À l'aide d'une pipette, transvaser 25 ml d'échantillon de flux liquide dans une fiole jaugée de 500 ml. Diluer au trait de jauge et homogénéiser.

## 6.2 Dosage

Régler l'appareillage du type indiqué à la figure 1 et, à l'aide d'une pipette ou d'une burette, transvaser 15,0 ml de solution d'acide sulfurique (4.3) et 100 ml d'eau dans le réservoir, l'extrémité ouverte du réfrigérant d'eau devant se trouver bien en dessous du niveau de la solution contenue dans le réservoir.

Transvaser 100 ml de la solution d'essai de flux (6.1) dans la fiole de distillation. Introduire 30 ml de solution d'hydroxyde de sodium à 10 mol/l (4.5) dans l'entonnoir dont le robinet est fermé.

Ouvrir le robinet de l'entonnoir et faire passer la totalité sauf 2 ml de la solution d'hydroxyde de sodium de l'entonnoir dans la fiole. Chauffer le contenu de la fiole jusqu'à ébullition et faire bouillir à pleine ébullition pendant 10 min de manière à dissiper l'ammoniac contenu dans la solution d'essai et à le recueillir dans le réservoir.

NOTE 3 Cet ammoniac réagit quantitativement avec une proportion de l'acide sulfurique contenu dans le réservoir.

Laver l'intérieur du réfrigérant à l'eau deux fois à l'eau et ajouter les eaux de lavage dans le réservoir.

Titre la solution dans le réservoir avec la solution d'hydroxyde de sodium à 1 mol/l (4.2) en utilisant le méthyl-orange (4.6) comme indicateur.

## 7 Évaluation et interprétation des résultats

### 7.1 Échantillons de flux solides ou en pâte

La teneur en ammoniac,  $w$ , exprimée en pourcentage en masse de chlorure d'ammonium, se calcule pour les échantillons de flux solides ou en pâte, à l'aide de la formule suivante:

$$w = \left[ \frac{(15 - V) \times 0,0535 \times 5}{m} \right] \times 100$$

qui peut être simplifiée comme suit:

$$w = \frac{26,75 (15 - V)}{m}$$

où

$V$  est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de sodium (4.2) utilisée pour le titrage;

$m$  est la masse, en grammes, d'échantillon de flux solide ou en pâte prélevé.

### 7.2 Échantillons de flux liquides

La teneur en ammoniac,  $w$ , exprimée en pourcentage en masse de chlorure d'ammonium, se calcule pour les échantillons de flux liquides, à l'aide de la formule suivante:

$$w = \frac{26,75 (15 - V)}{25\rho}$$

où  $\rho$  est la masse volumique, en grammes par millilitre, de l'échantillon de flux liquide, à 20 °C, déterminée avec un hydromètre.

## 8 Fidélité

### 8.1 Généralités

La méthode a été soumise à un programme limité d'essais interlaboratoires. La répétabilité et la reproductibilité de la méthode ont été calculées suivant l'ISO 5725<sup>1)</sup>; les résultats sont donnés en 8.2.

### 8.2 Données de fidélité

Les essais ont été effectués sur deux flux au chlorure de zinc contenant respectivement 2,3 % et 7,0 % d'ammoniac (teneur nominale). Cinq laboratoires ont pris part aux essais qui ont donné les résultats indiqués dans le tableau 1.

Tableau 1 — Données de fidélité

Paramètre		Teneur nominale en ammoniac du flux d'essai	
		2,3 %	7,0 %
Intralaboratoire			
Écart-type	$s_w$	0,04	0,13
Répétabilité	$r$	0,13	0,36
Interlaboratoire			
Écart-type	$s_b$	0,11	0,93
Reproductibilité	$R$	0,30	2,62

1) ISO 5725:1986, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode d'essai normalisée par essais interlaboratoires.*

## 9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

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

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

ISO 9455-9:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/521560f1-fe77-4931-b3b3-8ac0937a427f/iso-9455-9-1993>

Page blanche

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

ISO 9455-9:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/521560f1-fe77-4931-b3b3-8ac0937a427f/iso-9455-9-1993>