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

Partie 16:
Essais d'efficacité des flux, méthode
à la balance de mouillage

iTeh STANDARD PREVIEW

Soft soldering fluxes — Test methods —

Part 16: Flux efficacy tests, wetting balance method

ISO 9455-16:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/28109dd7-33a0-42f5-8992-f12e3ea05332/iso-9455-16-1998>



Sommaire

Page

1	Domaine d'application	1
2	Références normatives	1
3	Principe	1
4	Réactifs	2
5	Appareillage	2
6	Pièces d'essai	2
7	Mode opératoire	2
7.1	Préparation des pièces d'essai	2
7.2	Méthode d'essai	3
8	Valeur de référence déterminée à l'aide d'un flux normalisé	4
9	Présentation des résultats	4
10	Expression des résultats	6
11	Rapport d'essai	6
	Annexe A (normative) Méthode pour la préparation de flux de référence liquides normalisés, à base de colophane, ayant une teneur de 25 % (m/m) de matières non volatiles	7
	Annexe B (normative) Méthode pour la production d'un échantillon de surface à contamination contrôlée pour l'essai à la balance de mouillage (méthode de sulfuration artificielle)	9

© ISO 1998

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
Internet iso@iso.ch

Imprimé en Suisse

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 9455-16 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, méthode d'étalement*
- *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 des flux, méthode à la balance de mouillage*
- *Partie 17: Essai au peigne et essai de migration électrochimique de résistance d'isolement de surface des résidus de flux*

Les annexes A et B font partie intégrante de la présente partie de l'ISO 9455.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 9455-16:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/28109dd7-33a0-42f5-8992-f12e3ea05332/iso-9455-16-1998)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/28109dd7-33a0-42f5-8992-f12e3ea05332/iso-9455-16-1998>

Flux de brasage tendre — Méthodes d'essai —

Partie 16:

Essais d'efficacité des flux, méthode à la balance de mouillage

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 9455 prescrit une méthode pour l'évaluation de l'efficacité d'un flux de brasage tendre, connue sous le nom de méthode à la balance de mouillage. Elle permet une évaluation qualitative de l'efficacité de deux flux faisant l'objet d'une comparaison (par exemple un flux de référence et un flux d'essai), évaluation fondée sur la capacité de ces flux à faciliter le mouillage de la surface d'un métal par le produit d'apport liquide. Cette méthode est applicable à tous les types de flux sous forme liquide classés dans l'ISO 9454-1.

NOTE Il est souhaitable que de futurs développements, bénéficiant du progrès technique pour obtenir une gamme de surfaces d'essai reproductibles, permettront à cette méthode d'évaluation de l'efficacité des flux de fournir des résultats quantitatifs. C'est pourquoi plusieurs autres modes opératoires de préparation de la surface de la pièce d'essai sont inclus dans la présente méthode.

(standards.iteh.ai)

2 Références normatives

ISO 9455-16:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/28109dd7-33a0-42f5-8992-12c3ca03-11a0/iso-9455-16-1998>

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 1634-1:1987, *Plaques, tôles et bandes en cuivre et en alliages de cuivre corroyés — Partie 1: Conditions techniques de livraison des plaques, tôles et bandes pour usages généraux.*

ISO 9453:1990, *Alliages de brasage tendre — Composition chimique et formes.*

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

CEI 60068-2-3:1969, *Essais d'environnement — Deuxième partie: Essais. Essai Ca: Essai continu de chaleur humide.*

CEI 60068-2-20:1979, *Essais d'environnement — Deuxième partie: Essais. Essai T: Soudure.*

CEI 60068-2-54:1985, *Essais d'environnement — Deuxième partie: Essais. Essai Ta: Soudure — Essai de soudabilité par la méthode de la balance de mouillage.*

3 Principe

L'efficacité du flux liquide soumis à l'essai est comparée à celle d'un flux liquide normalisé, en utilisant une balance de mouillage ainsi qu'une pièce d'essai telle que prescrite, adaptée à la classe du flux soumis à l'essai.

4 Réactifs

Pour l'essai, utiliser seulement des réactifs dont la qualité analytique est reconnue et seulement de l'eau distillée ou déionisée.

4.1 Solution de nettoyage acide.

Tout en remuant, ajouter avec précaution 75 ml d'acide sulfurique ($\rho = 1,84$ g/ml) à 210 ml d'eau et mélanger. Laisser refroidir cette solution jusqu'à la température ambiante. Ajouter 15 ml d'acide nitrique ($\rho = 1,42$ g/ml) et mélanger minutieusement.

4.2 Acétone.

5 Appareillage

Appareillage de laboratoire courant et, en particulier, le matériel suivant.

5.1 Balance de mouillage et ses accessoires, tels que décrits dans la CEI 60068-2-54.

NOTE L'appareillage doit être étalonné conformément aux instructions du fabricant.

5.2 Bain de métal d'apport de brasage tendre, constitué de métal d'apport étain-plomb liquide conforme à l'ISO 9453, nuance S-Sn60Pb40E ou S-Sn63Pb37E, maintenu à une température de (235 ± 3) °C. Les dimensions du bain de métal d'apport de brasage tendre doivent être telles qu'aucune partie de la pièce d'essai (article 6) ne puisse se trouver à moins de 15 mm de la paroi du bain et que la profondeur du métal d'apport liquide ne puisse être inférieure à 30 mm.

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5.3 Papier filtre exempt d'acide.

ISO 9455-16:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/28109dd7-33a0-42f5-8992-f12e3ea05332/iso-9455-16-1998>

6 Pièces d'essai

Les pièces d'essai utilisées ont une forme rectangulaire et sont découpées dans une feuille de cuivre. Chaque pièce d'essai doit avoir les dimensions suivantes:

- largeur: $(10 \pm 0,1)$ mm;
- longueur: longueur constante comprise entre 15 mm et 30 mm, selon le matériel utilisé;
- épaisseur de la feuille: soit $0,1 \text{ mm} \pm 0,02 \text{ mm}$, soit $0,3 \text{ mm} \pm 0,05 \text{ mm}$.

Lorsque des flux de type 1 ou 2 (tels que définis dans l'ISO 9454-1) sont soumis à l'essai, les pièces d'essai doivent être découpées dans des feuilles de cuivre conformes à l'ISO 1634-1 de nuance Cu-ETP, état HA.

Les feuilles utilisées pour préparer les pièces d'essai doivent être propres et exemptes de contamination. Afin d'obtenir des résultats précis, les pièces d'essai doivent être découpées proprement, sans bavures.

7 Mode opératoire

7.1 Préparation des pièces d'essai

7.1.1 Nettoyage

Tout au long de l'essai, les pièces d'essai doivent être manipulées avec une pince propre. Prévoir un nombre suffisant de pièces d'essai (article 6) afin de disposer de 10 pièces d'essai pour le flux d'essai et de 10 pièces d'essai pour le flux de référence. Dégraisser celles-ci dans l'acétone (4.2) et les laisser sécher. Les plonger pendant

20 s dans la solution de nettoyage acide (4.1) à température ambiante. Retirer les pièces d'essai de la solution de nettoyage acide (4.1) et les rincer pendant environ 5 s à l'eau du robinet. Rincer à l'eau distillée ou déionisée, puis à l'acétone (4.2) et sécher avec le papier filtre exempt d'acide (5.3).

NOTE Si nécessaire, les pièces d'essai peuvent être stockées dans l'acétone après rinçage dans l'eau déionisée. Lorsque les pièces d'essai doivent être utilisées, il est recommandé qu'elles soient séchées avec le papier filtre exempt d'acide (5.3) une fois retirées de l'acétone.

Soumettre toutes les pièces d'essai à l'une des méthodes de vieillissement indiquées de 7.1.2 à 7.1.4., selon accord entre le fournisseur du flux et l'utilisateur.

7.1.2 Vieillissement de la surface par procédé de sulfuration

Appliquer le mode opératoire indiqué à l'annexe B à toutes les pièces d'essai préalablement nettoyées (voir 7.1.1).

7.1.3 Vieillissement de la surface à la vapeur

Appliquer le mode opératoire indiqué dans la CEI 60068-2-20:1979, 4.5.1, vieillissement 1b, pendant une période de 4 h à toutes les pièces d'essai préalablement nettoyées (voir 7.1.1).

7.1.4 Vieillissement à la chaleur humide en régime stationnaire

Soumettre toutes les pièces d'essai préalablement nettoyées (voir 7.1.1) aux conditions de l'enceinte d'essai spécifiées dans la CEI 60068-2-3:1969, article 2, pendant une durée de 1h, 4 h ou 24 h, au choix.

7.2 Méthode d'essai

7.2.1 Appliquer le mode opératoire d'essai suivant à chacune des 10 pièces d'essai. Réaliser l'ensemble des 10 essais en un maximum de 45 min après la phase de préparation (voir 7.1).

7.2.2 Si le flux soumis à l'essai est de type 1 ou 2 (tels que définis dans l'ISO 9454-1), maintenir la température du bain de métal d'apport de brasage tendre à $(235 \pm 3) ^\circ\text{C}$.

NOTE Lorsque les flux soumis à l'essai ne sont ni du type 1 ni du type 2 (tels que définis dans l'ISO 9454-1), il est recommandé que les prescriptions relatives à la température du bain et le flux de référence à utiliser pour la comparaison (voir article 8) soient convenus entre l'acheteur et le fournisseur.

7.2.3 Retirer l'une des pièces d'essai de l'acétone, la sécher entre deux feuilles de papier filtre exempt d'acide (5.3) et la placer dans la pince porte-éprouvette de la balance de mouillage, de manière à ce que les arêtes longitudinales de la pièce d'essai se trouvent en position verticale. Plonger la pièce d'essai dans la solution de flux soumis à l'essai à température ambiante, à une profondeur ayant au moins 3 mm de plus que la profondeur choisie pour l'immersion de la pièce d'essai dans le bain de métal d'apport (voir 7.2.5). Éviter l'entraînement d'excès de flux en retirant la pièce d'essai en position inclinée. Si la pièce d'essai comporte toujours un excès de flux, tamponner le coin de la pièce d'essai sur un papier filtre propre.

7.2.4 Fixer la pince porte-éprouvette à la balance de mouillage en s'assurant que le bord inférieur de la pièce d'essai est horizontal et situé à environ 20 mm au-dessus du bain de métal d'apport de brasage tendre (5.2). Laisser la pièce d'essai dans cette position pendant (20 ± 5) s, afin que le solvant contenu dans le flux puisse s'évaporer avant le début de l'essai (voir la note). Pendant cette période de séchage, régler le signal de la force de suspension et l'enregistrement à la position zéro recherchée.

NOTE Certains types de flux peuvent nécessiter une période de séchage plus courte ou plus longue que (20 ± 5) s. Dans ces cas, il est recommandé que le temps de séchage soit convenu entre le fournisseur du flux et l'utilisateur.

Juste avant le début de l'essai, nettoyer la surface du bain de métal d'apport avec une lame constituée d'un matériau approprié afin d'éliminer les oxydes.

7.2.5 Soit en élevant le niveau du bain de métal d'apport, soit en abaissant la pièce d'essai, plonger la pièce d'essai dans le bain de métal d'apport, à une vitesse de (20 ± 5) mm/s, à une profondeur choisie soit de $3 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$, soit de $4 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$.

Maintenir la pièce d'essai dans cette position pendant 5 s à 10 s, puis la retirer à une vitesse de (20 ± 5) mm/s. Enregistrer la force de mouillage en fonction du temps, pendant la période où la pièce d'essai est en contact avec le bain de métal d'apport de brasage tendre.

7.2.6 Répéter les opérations décrites de 7.2.2 à 7.2.5 pour chacune des neuf pièces d'essai restantes.

8 Valeur de référence déterminée à l'aide d'un flux normalisé

Appliquer la méthode décrite à l'article 7, en utilisant un autre jeu de 10 pièces d'essai (voir article 6), et en utilisant un flux normalisé au lieu de l'échantillon de flux soumis à l'essai. Si le flux soumis à l'essai est du type 1 ou 2, le flux normalisé préparé conformément à l'annexe A peut être utilisé. Si le flux soumis à l'essai est du type 1.1. ou 1.2.1, utiliser le flux normalisé préparé conformément à A.5.1. Si le flux soumis à l'essai est du type 1.1.2, 1.1.3, 1.2.2 ou 1.2.3, utiliser le flux normalisé préparé conformément à A.5.2.

Si le flux soumis à l'essai n'est pas du type 1 ou 2, utiliser un flux normalisé convenu entre l'acheteur et le fournisseur. (Voir la note en 7.2.2.)

9 Présentation des résultats

Un enregistrement typique de la force de mouillage en fonction du temps est donné à la figure 1.

À la figure 1 les forces s'opposant au mouillage (de bas en haut) sont indiquées comme étant négatives et les forces favorisant le mouillage (de haut en bas) sont positives.

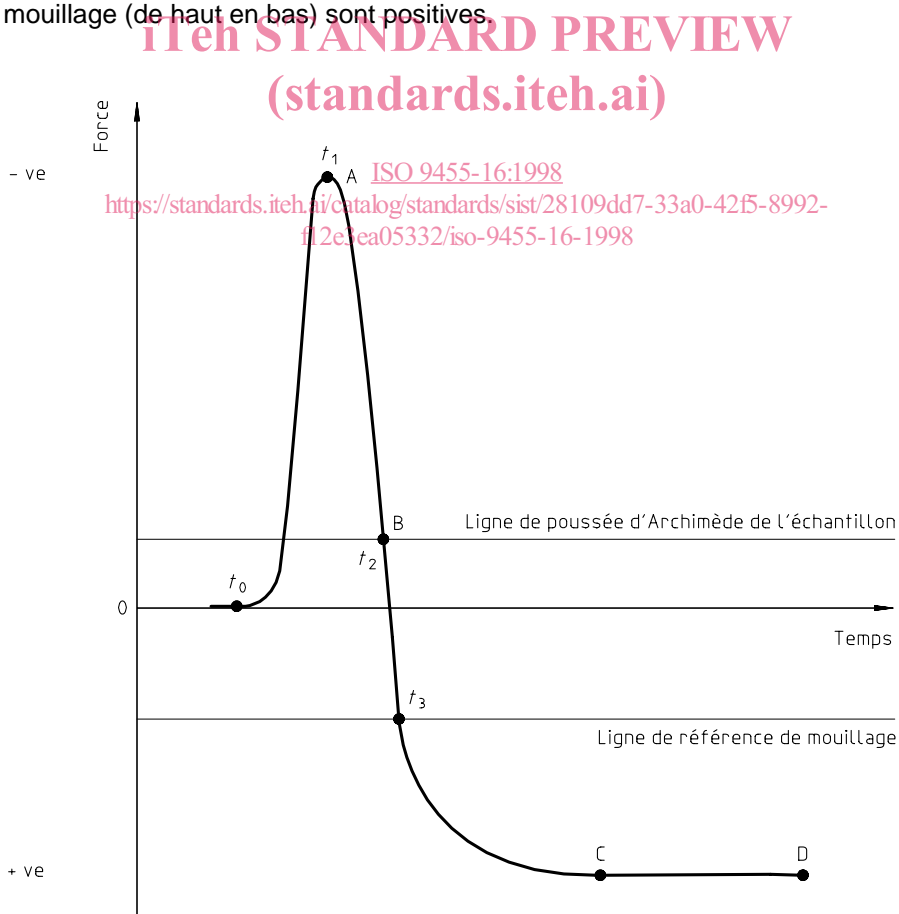


Figure 1 — Enregistrement pour la méthode à la balance de mouillage illustrant les points significatifs

Les points significatifs présentés à la figure 1 sont les suivants:

- L'instant t_0 est l'instant où la pièce d'essai entre en contact avec la surface du métal d'apport liquide. Cet instant est indiqué par un écart brusque de l'enregistrement par rapport à la courbe de force zéro.
- L'instant t_1 est l'instant où le métal d'apport commence à mouiller la pièce d'essai et correspond au point A, où la courbe commence à descendre.
- L'instant t_2 , correspondant au point B, est l'instant où la force enregistrée est égale à la force due à la poussée d'Archimède. La position de la courbe de poussée verticale de l'échantillon est calculée d'après la densité du métal d'apport de brasage tendre et la profondeur d'immersion de la pièce d'essai à l'aide de la formule suivante:

$$\times d \times a \quad \text{Force au point B, mN} = 0,08^{1)}$$

mersion de la pièce d'essai, en millimètres, sous le niveau de métal d'apport non

, en millimètres carrés, de la pièce d'essai sur la ligne du métal d'apport.

t_3 est l'instant où l'enregistrement coupe la ligne de référence. La ligne est tracée à une distance correspondant à une force, F , qui dépend de l'épaisseur de la pièce d'essai et de la profondeur d'immersion données dans le tableau 1.

iTeh STANDARD PREVIEW

Tableau 1 — Force dépendant de l'épaisseur de la pièce d'essai et de la profondeur d'immersion

Épaisseur mm	Profondeur d'immersion mm	Force, F mN
0,1	3	5,23
0,3	3	5,01
0,1	4	5,17
0,3	4	4,85

NOTE La force F est égale aux 2/3 de la force maximale théorique de mouillage appliquée à la pièce d'essai en supposant un angle de mouillage égal à zéro et une tension superficielle liquide/vapeur de 0,4 mN/mm.

- Le point C correspond à la valeur maximale atteinte par la force de mouillage au cours de la période d'immersion spécifiée.
- Le point D correspond à la fin de la période d'immersion spécifiée.

1) Cette valeur s'applique seulement au métal d'apport 60/40 étain-plomb liquide à 235 °C.

10 Expression des résultats

Effectuer les opérations suivantes.

10.1 Pour chacun des 10 enregistrements obtenus pour le flux-échantillon, tracer la ligne de poussée d'Archimède de l'échantillon, passant par le point B (voir article 9), et tracer la ligne de référence de mouillage à 5,6 mN au-dessous de la ligne de poussée d'Archimède (voir figure 1).

D'après chaque enregistrement,

- a) lire la durée, en secondes, entre t_0 et t_1 (c'est-à-dire la durée avant début du mouillage);
- b) lire la durée, en secondes, entre t_0 et t_3 (c'est-à-dire la durée nécessaire pour atteindre une force de mouillage de 5,6 mN); calculer les moyennes pour a) et b) obtenues d'après les 10 enregistrements;
- c) lire la force correspondant au point C (c'est-à-dire la force maximale de mouillage) pour chaque enregistrement; calculer la moyenne pour la force maximale de mouillage.

10.2 Répéter les opérations et les calculs décrits en 10.1 pour les 10 enregistrements correspondant à un flux de référence, afin d'obtenir les moyennes pour 10.1 a), b) et c) pour un flux de référence.

Comparer les résultats moyens pour 10.1 a), b) et c) obtenus pour le flux soumis à l'essai avec ceux correspondant aux 10 résultats fournis par le flux de référence.

À partir de ces résultats, évaluer l'efficacité du flux-échantillon comme étant:

- meilleure,
- aussi bonne,
- ou moins bonne

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9455-16:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/28109dd7-33a0-42f5-8992-123ca09552/iso-9455-16-1998>
que celle du flux de référence, compte tenu de la vitesse et de la force de mouillage.

11 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comporter les informations suivantes:

- a) l'identification de l'échantillon soumis à l'essai, y compris la spécification de l'essai au cuivre, le numéro d'identification et les identificateurs du flux;
- b) la méthode d'essai utilisée (c'est-à-dire référence à la présente partie de l'ISO 9455, c'est-à-dire ISO 9455-16);
- c) les dimensions de la pièce d'essai;
- d) le traitement de vieillissement (voir 7.1.2 à 7.1.4);
- e) la profondeur d'immersion de la pièce d'essai dans le métal d'apport liquide (voir 7.2.5);
- f) les détails concernant le flux de référence utilisé;
- g) les résultats obtenus;
- h) tout fait inhabituel observé pendant les opérations;
- i) les détails concernant toute opération non spécifiée dans la méthode, ou toute opération facultative susceptible d'avoir influencé les résultats.

Annexe A (normative)

Méthode pour la préparation de flux de référence liquides normalisés, à base de colophane, ayant une teneur de 25 % (*m/m*) de matières non volatiles

A.1 Généralités

La présente annexe indique une méthode pour la préparation de deux flux liquides normalisés à base de colophane ayant une teneur de 25 % (*m/m*) de matières non volatiles, l'un étant non activé et l'autre étant activé par halogènes (c'est-à-dire respectivement de classe 1.1..A et de classe 1.1.2.A, comme défini dans l'ISO 9454-1). Les spécifications concernant les constituants des flux sont fondées sur le document CEI 60068-2-20:1979, 4^e édition, annexe C.

Le flux normalisé peut être utilisé comme une référence par rapport à laquelle l'efficacité du flux soumis à l'essai peut être comparée (voir articles 3 et 8).

A.2 Principe

Le flux non activé est préparé en dissolvant un type spécial de colophane dans l'alcool isopropylique. Le flux activé par halogènes est préparé de la même manière, avec addition de chlorhydrate de diéthylamine.

ISO 9455-16:1998

A.3 Appareillage

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/28109dd7-33a0-42f5-8992-f12e3ea05332/iso-9455-16-1998>

Un appareillage de laboratoire courant doit être prévu, y compris une étuve pour utilisation à 110 °C ± 2 °C.

A.4 Réactifs

Utiliser seulement des réactifs de qualité reconnue pour analyse.

A.4.1 Colophane, transparente sous forme de gomme, ou équivalente, qui doit être conforme aux exigences suivantes:

- Indice d'acide: 155 mg KOH/g à 180 mg KOH/g
- Point de ramollissement: 70 °C min.
- Point d'écoulement: 76 °C min.
- Cendres: 0,05 % max.
- Solubilité: permettant d'obtenir une solution limpide à 1:1 dans l'alcool isopropylique

A.4.2 Chlorhydrate de diéthylamine, séché pendant 2 h à 110 °C ± 2 °C.

A.4.3 Alcool isopropylique, qui doit être conforme aux exigences suivantes:

- Alcool isopropylique: 99,5 % (*m/m*) min.
- Indice d'acide: 0,002 % (*m/m*) max.
- Teneur en matières non volatiles: 0,2 % (*m/m*) max.