

NORME
INTERNATIONALE

ISO
9455-15

Première édition
1996-09-01

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

Partie 15:
Essai de corrosion du cuivre
(standards.iteh.ai)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dba01005-17bc-4b3c-8e96-01158c1d02f1/iso-9455-15-1996>
ISO 9455-15:1996
Soft soldering fluxes — Test methods —
Part 15: Copper corrosion test



Numéro de référence
ISO 9455-15:1996(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 9455-15 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*

© ISO 1996

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 10: Essais d'efficacité du flux par méthode statique*
- *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: Essai au peigne et essai de migration électrochimique de résistance d'isolement de surface des 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 9455-15:1996](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dbabf605-f7be-4b3c-8e96-0b568f1d09f/iso-9455-15-1996)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dbabf605-f7be-4b3c-8e96-0b568f1d09f/iso-9455-15-1996>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9455-15:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dbabf605-f7be-4b3c-8e96-0b568f11d09f/iso-9455-15-1996>

Flux de brasage tendre — Méthodes d'essai —

Partie 15:

Essai de corrosion du cuivre

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 9455 prescrit une méthode qualitative pour la détermination de l'agressivité de résidus de flux sur un substrat de cuivre lorsqu'il est soumis à des conditions d'environnement contrôlées. L'essai est applicable aux flux de type définis dans l'ISO 9454-1.

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 1634-1:1987, *Plaques, tôles et bandes en cuivre et 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.*

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.*

CEI 68-2-3:1969, *Essai d'environnement — Partie 2: Essais — Essai Ca: Essai continu de chaleur humide.*

3 Principe

Une pastille de produit d'apport de brasage tendre est fondue en contact avec le flux à essayer sur une éprouvette constituée d'une feuille de cuivre. L'éprouvette est ensuite exposée à un milieu dans des conditions contrôlées de température et d'humidité et la corrosion du cuivre qui en résulte est évaluée au moyen d'un microscope de faible puissance.

4 Réactifs et matériaux

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

4.1 Peroxodisulfate d'ammonium, solution préparée comme indiqué ci-après.

Dissoudre 250 g de peroxodisulfate d'ammonium [(NH₄)₂S₂O₈] dans de l'eau et ajouter avec précaution 5 ml d'acide sulfurique (densité 1,84 g/ml). Mélanger, laisser refroidir, diluer jusqu'à 1 litre et mélanger. Cette solution doit toujours être préparée juste avant l'essai.

4.2 Acide sulfurique, solution à 5 % (V/V).

Ajouter avec précaution, tout en mélangeant, 50 ml d'acide sulfurique (densité 1,84 g/ml) à 400 ml d'eau et mélanger. Laisser refroidir, diluer jusqu'à 1 litre et bien mélanger.

4.3 Solvant de dégraissage, tel qu'acétone ou éther de pétrole.

4.4 Feuille de cuivre, de 0,5 mm d'épaisseur, conforme à l'ISO 1634-1, nuance Cu—ETP, état HA.

4.5 Métal d'apport de brasage, sous forme de fil ou de pastilles, conforme à l'ISO 9453, nuance S-Sn63Pb37.

5 Appareillage

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

5.1 Bain de métal d'apport de brasage, soit circulaire avec un diamètre d'au moins 120 mm, soit rectangulaire avec des dimensions d'au moins 100 mm x 75 mm, contenant du métal d'apport étain-plomb ayant un liquidus inférieur à 200 °C. La profondeur du métal d'apport dans le bain ne doit pas être inférieure à 40 mm. Le bain doit pouvoir être maintenu à une température de (233 ± 5) °C.

5.2 Enceinte à humidité contrôlée, conforme aux prescriptions de la CEI 68-2-3 en ce qui concerne la température et l'humidité.

5.3 Dispositif d'emboutissage (par exemple machine d'essai Erichsen).

Ce dispositif doit être équipé d'une matrice de 27 mm de diamètre et d'une bille d'acier de 20 mm de diamètre (voir figure 1).

5.4 Four de séchage (à circulation d'air), pouvant être utilisé à (60 ± 2) °C.

5.5 Microscope stéréoscopique, de faible puissance, de grossissement x 20, à éclairage par lampe à tube de quartz à halogène.

5.6 Pince ou autre outil adéquat, pour soulever l'éprouvette de la surface du bain de métal d'apport de brasage.

6 Préparation des éprouvettes

Découper des éprouvettes carrées de 50 mm x 50 mm dans une feuille de cuivre de 0,5 mm d'épaisseur (4.4).

Fixer successivement chacune des éprouvettes dans le dispositif d'emboutissage (5.3), en la centrant sur la matrice de 27 mm de diamètre. À l'aide de la bille d'acier de 20 mm, provoquer une dépression de 3 mm de profondeur au centre de chaque éprouvette, en enfonçant la bille dans la matrice (voir figure 1). Il est possible de replier l'un des coins de l'éprouvette pour faciliter sa manipulation avec la pince (5.6).

Juste avant l'essai, préchauffer les éprouvettes en respectant la séquence suivante des opérations a) à h), en veillant à utiliser une pince propre (5.6) pour la manipulation.

- ISO 9455-15:1996
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9455-15-1996-493c-8c9f>
 0b568f1d09f/iso-9455-15-1996
- Dégraisser les éprouvettes avec un solvant organique neutre de dégraissage (4.3).
 - Plonger les éprouvettes dans une solution d'acide sulfurique (4.2) à (65 ± 5) °C pendant 1 min pour éliminer la pellicule de ternissure.
 - Plonger les éprouvettes dans la solution de peroxodisulfate d'ammonium (4.1) à une température comprise entre 20 °C et 25 °C pendant 1 min, afin de décaper uniformément la surface.
 - Laver les éprouvettes à l'eau du robinet pendant 5 s au maximum.
 - Plonger les éprouvettes pendant 1 min dans une solution d'acide sulfurique (4.2) à une température maximale de 25 °C.
 - Laver les éprouvettes à l'eau courante pendant environ 5 s et les rincer dans l'eau distillée ou déionisée. Les plonger immédiatement dans le solvant de dégraissage (4.3).
 - Laisser les éprouvettes sécher à l'air propre.
 - Utiliser les éprouvettes immédiatement, ou après une période de stockage maximale de 60 min dans un récipient clos.

Dimensions en millimètres

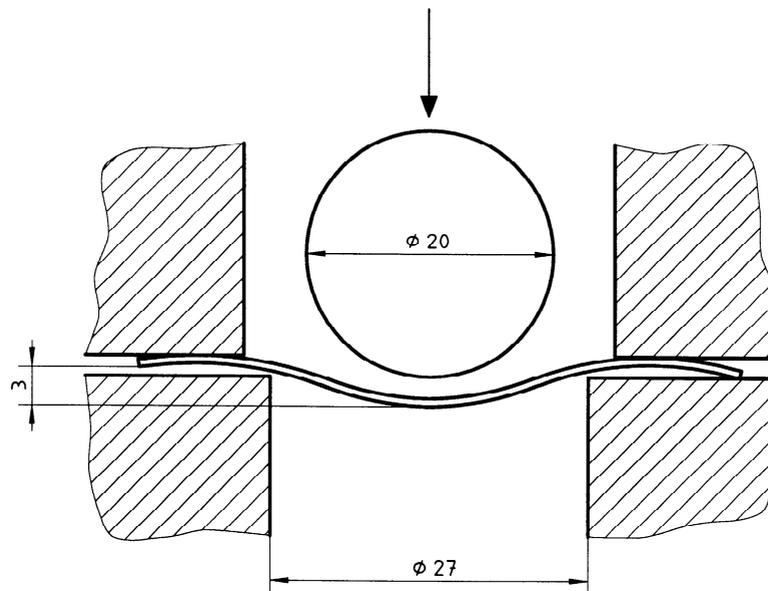


Figure 1 — Dimensions de la bille, de la matrice et du serre-flan

7 Mode opératoire

7.1 Généralités

Choisir trois éprouvettes de cuivre nettoyées (article 6), dont l'une devra servir de témoin. Suivre le mode opératoire décrit en 7.2 à 7.6 pour les trois éprouvettes, sans appliquer au témoin le mode opératoire décrit en 7.4.

7.2 Fluxage des éprouvettes

7.2.1 Pour échantillons de flux solide, pâteux ou liquide

Peser $(1,00 \pm 0,05)$ g de métal d'apport en forme de fil ou de pastilles (4.5) préalablement dégraissé avec un solvant organique neutre dégraissant (4.3) et le placer au centre de la dépression de l'une des éprouvettes (7.1).

NOTE 1 Si le métal d'apport est sous la forme de fil, il est commode de l'enrouler en une petite spirale.

Répéter l'opération sur les deux autres éprouvettes (7.1).

Selon la forme du flux soumis à l'essai, continuer la préparation des éprouvettes en respectant la procédure indiquée en a) ou b), de la façon suivante.

a) Si le flux soumis à l'essai est sous forme solide ou pâteuse, peser entre 0,035 g et 0,040 g de flux solide ou pâteux et l'ajouter au métal d'apport de brasage dans la dépression de l'éprouvette. Répéter l'opération pour les deux autres éprouvettes.

b) Si le flux soumis à l'essai est liquide, déterminer tout d'abord son résidu non volatil (RNV) en utilisant la méthode décrite dans l'ISO 9455-1 ou l'ISO 9455-2, ajouter ensuite au métal d'apport qui se trouve dans la dépression de l'éprouvette le volume nécessaire de flux liquide pour obtenir entre 0,035 g et 0,040 g de RNV. Si le RNV du flux liquide est si faible que le volume exigé ferait plus que remplir la dépression, alors utiliser suffisamment de flux pour simplement remplir la dépression. Répéter l'opération pour les deux autres éprouvettes.

Évaporer le solvant à (60 ± 2) °C pendant 10 min dans le four de séchage (5.4).

7.2.2 Pour les échantillons de fil à flux incorporé

Si le flux se présente sous forme de fil à flux incorporé, dégraisser la surface de l'échantillon de fil à flux incorporé sur une longueur adéquate en utilisant un tissu imprégné de solvant (4.3). Peser $(1,00 \pm 0,05)$ g de l'échantillon dégraissé, l'enrouler en une petite spirale et le placer au centre de la dépression de l'une

des éprouvettes (7.1). Répéter l'opération pour les deux autres éprouvettes.

7.2.3 Pour les échantillons de crèmes de brasage

Si le flux est sous forme de crème de brasage, peser ($0,50 \pm 0,05$) g de l'échantillon de crème de brasage et le placer au centre de la dépression sur l'une des éprouvettes (7.1). Répéter l'opération pour les deux autres éprouvettes.

7.3 Chauffage des éprouvettes

À l'aide de la pince (5.6) ou de tout autre outil adéquat, faire descendre avec précaution l'éprouvette fluxée (7.2) sur la surface du métal d'apport fondu, maintenu à (233 ± 5) °C dans le bain de métal d'apport de brasage (5.1).

Laisser l'éprouvette en contact jusqu'à ce que le métal d'apport fonde et conserver l'éprouvette dans cette position pendant encore 5 s.

En maintenant l'éprouvette en position horizontale, la sortir avec soin du bain de chauffage et la laisser refroidir pendant 30 min.

Répéter l'opération pour les deux autres éprouvettes.

Examiner les éprouvettes à l'aide du microscope (5.5) de grossissement $\times 20$ et noter leur aspect superficiel en vue d'une comparaison après conditionnement (voir 7.4 et 7.6.2).

NOTE 2 Il est recommandé d'utiliser un appareil photographique afin d'obtenir un enregistrement photographique facilitant la comparaison.

7.4 Conditionnement des éprouvettes

En gardant l'une des éprouvettes traitées en 7.3 pour servir de témoin, préchauffer les deux autres à 40 °C (voir note 3) et les placer ensuite en position verticale dans l'enceinte à humidité contrôlée (5.2) réglée à une température de (40 ± 2) °C et à une humidité relative de 90 % à 95 %.

NOTE 3 Un préchauffage des éprouvettes permet d'éviter la condensation sur leur surface lorsqu'elles sont placées dans l'enceinte, ce qui invaliderait l'essai.

Laisser les deux éprouvettes dans l'enceinte dans ces conditions de température et d'humidité pendant 3 jours.

7.5 Examen des éprouvettes

Sortir les éprouvettes de l'enceinte à humidité contrôlée. Les examiner au microscope (5.5) de grossissement $\times 20$ pour détecter les éventuelles traces de corrosion et comparer avec l'aspect superficiel des éprouvettes avant leur conditionnement (voir 7.3) et avec le témoin, en évaluant la corrosion conformément à 7.6.

7.6 Évaluation de la corrosion

7.6.1 Généralités

Dans cet essai, la corrosion résulte d'une réaction chimique progressive entre le cuivre, le métal d'apport de brasage et les constituants des résidus de flux. Dans le cas d'un flux corrosif, la corrosion apparaît après le brasage et pendant l'exposition aux conditions d'essai décrites en 7.4.

Lorsque la corrosion se produit, la formation de produits de corrosion solides provenant de la réaction chimique devient visible:

- 1) sur les bords des résidus de flux sur le cuivre, et/ou
- 2) sous forme de discontinuités ou de fissures dans les résidus, et/ou
- 3) sous forme de taches sous les résidus.

Dans tous ces cas, les produits de corrosion peuvent être verts, bleu-vert ou blancs. Des exemples illustrant ces types de corrosion sont donnés en annexe A.

Chacune des figures données en annexe A illustre une éprouvette type utilisée après conditionnement, montrant le métal d'apport argent/bleu au centre de la dépression sur l'éprouvette et entourée des résidus de flux. Chacune des figures est accompagnée d'une vue agrandie d'une zone spécifique de l'éprouvette [deux agrandissements pour la figure A.1 e)].

NOTE 4 Les figures données en annexe A sont fournies pour information uniquement.

Les figures A.1 a) et A.1 b) illustrent les éprouvettes correspondant à des essais effectués avec des flux donnant des résultats du type ACCEPTABLE. Les figures A.1 c) et A.1 e) montrent des degrés croissants de corrosion; elles correspondent toutes à des flux donnant des résultats du type NON ACCEPTABLE. Les principales caractéristiques de ces figures sont les suivantes.

- Figure A.1 a): Les résidus de flux présentent un aspect brun à brun-vert translucide. Les résidus sont fissurés, mais il n'y a aucune trace de formation de produits de corrosion. Ce flux donne un résultat ACCEPTABLE.
- Figure A.1 b): Les résidus de flux sont translucides, et la vue agrandie montre des zones de couleur vert olive dues aux sels de cuivre dissous. Il n'y a aucune trace de formation de produits de corrosion. Ce flux donne un résultat ACCEPTABLE.
- Figure A.1 c): Dans la vue agrandie, les petites taches bleues à la limite du flux et du cuivre indiquent clairement la formation de produits de corrosion. Ce flux donne un résultat NON ACCEPTABLE.
- Figure A.1 d): Une très grande quantité de produits de corrosion de couleur bleue dans les zones sombres des résidus dans les deux vues représentées indiquent une corrosion sévère. Ce flux donne un résultat NON ACCEPTABLE.
- Figure A.1 e): Les agrandissements révèlent la présence d'importantes taches bleues correspondant à des produits de corrosion sous les résidus de flux et dans les fissures formées dans les résidus. Ce flux donne un résultat NON ACCEPTABLE.

7.6.2 Examen après fluxage et fusion

Lorsque les éprouvettes sont examinées après fusion du métal d'apport de brasage, mais avant le conditionnement dans l'enceinte à humidité contrôlée (voir 7.3), et qu'elles présentent des taches bleues comme aux figures A.1 c) et A.1 d), le flux doit être considéré comme ayant donné un résultat non acceptable et il n'est pas nécessaire de poursuivre l'essai. Toutefois, tout changement de couleur des résidus, en général vers une nuance verte, observé à ce stade de l'essai, sans formation de produits de corrosion solides, doit être ignoré.

7.6.3 Examen après conditionnement

Lorsque les éprouvettes examinées après conditionnement dans l'enceinte à humidité contrôlée (voir 7.4 et 7.5) se révèlent comparables aux exemples types illustrés aux figures A.1 a) et A.1 b), le flux doit être considéré comme ayant donné un résultat acceptable. Toutefois, si à ce stade de l'essai les éprouvettes présentent des traces de corrosion comparables aux exemples types illustrés aux figures A.1 c), A.1 d) et A.1 e), le flux doit être considéré comme ayant donné un résultat non acceptable.

NOTE 5 Pendant le conditionnement dans l'enceinte à humidité contrôlée, les résidus de flux et/ou les éprouvettes de cuivre peuvent changer d'aspect sans présenter de corrosion. Par exemple, le cuivre peut être terni ou bien les résidus de flux peuvent devenir opaques. Il est recommandé d'ignorer ces phénomènes, s'ils se manifestent

8 Expression des résultats

Les résultats doivent être évalués selon les critères définis en 7.5 et 7.6 et notés comme étant ACCEPTABLE ou NON ACCEPTABLE.

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- a) l'identification de l'éprouvette;
- b) la méthode d'essai utilisée (c'est-à-dire la référence à la présente partie de l'ISO 9455);
- c) les résultats obtenus;
- d) tout phénomène inhabituel observé pendant l'essai;
- e) les détails de toute opération non prévue dans la présente partie de l'ISO 9455, ou considérée comme facultative.

STANDARD PREVIEW
 (standards.iteh.ai)
 ISO 9455-15:1996
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/siv/05-f7be-4b3c-8e96-0b568f11d09f/iso-9455-15-1996>