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

**Partie 3:
Détermination de l'indice d'acide
par des méthodes de titrage
potentiométrique et visuel**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Soft soldering fluxes — Test methods —

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

ISO 9455-3:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c72ee64e-33f2-4450-9092-c3612c4b66f0/iso-9455-3-2019>



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 9455-3:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c72ee64e-33f2-4450-9092-c3612c4b66f0/iso-9455-3-2019>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2019

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
Fax: +41 22 749 09 47
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Méthode A — Méthode de titrage potentiométrique	1
4.1 Principe	1
4.2 Réactifs	1
4.3 Appareillage	2
4.4 Mode opératoire	2
4.4.1 Généralités	2
4.4.2 Procédure manuelle	2
4.4.3 Procédure automatisée	3
4.5 Calcul des résultats	3
5 Méthode B — Méthode de titrage par repérage visuel de la fin de la réaction	4
5.1 Principe	4
5.2 Réactifs	4
5.3 Appareillage	4
5.4 Mode opératoire	4
5.5 Calcul des résultats	5
6 Fidélité	5
6.1 Méthode A	5
6.2 Méthode B	5
7 Rapport d'essai	5
Bibliographie	7

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO 9455-3:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c72ec64e-33f2-4450-9092-c3612c4b66f0/iso-9455-3-2019>

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 44, *Soudage et techniques connexes*, sous-comité SC 12, *Produits de brasage tendre*.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Les interprétations officielles des documents de l'ISO/TC 44, s'il en existe, sont disponibles sur la page suivante: <https://committee.iso.org/sites/tc44/home/interpretation.html>.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 9455-3:1992), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- la procédure de titrage automatisé a été ajoutée au 4.4;
- le document a été harmonisé sur le plan rédactionnel avec la Partie 2 des Directives actuelles.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 9455 se trouve sur le site web de l'ISO.

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

Le présent document spécifie deux méthodes de détermination de l'indice d'acide des flux de type 1 ou 2 uniquement tels que 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

Le présent document ne contient aucune référence normative.

3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

4 Méthode A — Méthode de titrage potentiométrique

4.1 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.

Les flux de classes 1131 et 1231 (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.

4.2 Réactifs

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

4.2.2 Hydroxyde d'ammonium tétrabutyle $[(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2)_4\text{N}(\text{OH})]$ 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-ol (4.2.2). 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-ol 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.

4.2.2 Propanol-2-ol $[(\text{CH}_3)_2\text{CHOH}]$, neutralisé avec la solution d'hydroxyde d'ammonium tétrabutyle (4.2.1) jusqu'au virage à une faible couleur rose; utiliser comme indicateur de la phénolphthaléine.

4.2.3 Éthanol $(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH})$, anhydre, neutralisé avec la solution d'hydroxyde d'ammonium tétrabutyle (4.2.1) jusqu'au virage à une faible couleur rose; utiliser comme indicateur de la phénolphthaléine.

4.2.4 Toluène $(\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_3)$, neutralisé avec la solution d'hydroxyde d'ammonium tétrabutyle (4.2.1) jusqu'au virage à une faible couleur rose; utiliser comme indicateur de la phénolphthaléine.

4.2.5 Mélange éthanol/toluène. Mélanger en volumes égaux l'éthanol anhydre (4.2.3) et le toluène (4.2.4).

4.3 Appareillage

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

4.3.1 Millivoltmètre ou pHmètre.

4.3.2 Électrode en verre.

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

4.3.4 Agitateur magnétique ou mécanique, à vitesse variable.

4.4 Mode opératoire

4.4.1 Généralités

Déterminer par des expériences préalables si l'échantillon est soluble dans le propanol-2-ol, 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-ol.

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-ol (4.2.2) ou du solvant choisi (4.2.3 à 4.2.5) selon la solubilité du flux. Couvrir d'un verre de montre et mettre en solution en agitant doucement.

4.4.2 Procédure manuelle

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 (4.2.1) 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 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.

4.4.3 Procédure automatisé

Les détails de la procédure automatisée doivent être conformes au manuel du système de titrage utilisé.

Placer le bécher sur le support de l'appareil de titrage et mettre en place les autres équipements de titrage tels que définis dans le manuel. Régler la vitesse de l'agitateur de façon à obtenir un brassage vigoureux sans éclaboussures. Avant le début du titrage, plusieurs paramètres doivent être saisis dans l'analyseur pour le calcul et l'identification de l'échantillon à analyser.

Démarrer le système de titrage automatique. La courbe de titrage sera tracée automatiquement.

S'il n'y a pas d'autres exigences dans le manuel, effectuer une détermination à blanc, en utilisant tous les réactifs, à des fins de comparaison.

4.5 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 \(1\)](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c72ee64e-33f2-4450-9092-c3612c4b66f0/iso-9455-3-2019) ISO 9455-3:2019

$$\frac{5\,611\,VM}{mS} \quad (1)$$

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 (4.2.1);
- 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 soumis à essai est calculé en faisant la moyenne des résultats obtenus sur les trois échantillons d'essai.

À la fin du titrage automatisé, l'analyseur calcule automatiquement les résultats. Certains appareils tracent également la courbe de titrage.

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

5.1 Principe

Un échantillon préparé et pesé de flux est mis en solution dans du propanol-2-ol, 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.

Les flux de classes 113 et 123 (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.

5.2 Réactifs

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

5.2.1 Éthanol, anhydre, neutralisé avec de l'hydroxyde de potassium, à 0,1 mol/l dans de l'alcool (5.2.5) jusqu'au virage à une faible couleur rose; utiliser comme indicateur de la phénolphthaléine.

5.2.2 Toluène, neutralisé avec de l'hydroxyde de potassium, à 0,1 mol/l dans l'alcool (5.2.5) jusqu'au virage à une faible couleur rose; utiliser comme indicateur de la phénolphthaléine.

5.2.3 Mélange éthanol/toluène, mélanger en volumes égaux l'éthanol anhydre (5.2.1) et le toluène (5.2.2).

5.2.4 Propanol-2-ol, neutralisé avec de l'hydroxyde de potassium, à 0,1 mol/l dans de l'alcool (5.2.5), jusqu'au virage à une faible couleur rose; utiliser comme indicateur de la phénolphthaléine.

5.2.5 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 (5.2.1). En variante, préparer une solution d'hydroxyde de potassium à 0,1 mol/l en mettant en solution $3 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ d'hydroxyde de potassium (KOH) dans 500 ml d'éthanol (5.2.1) et normaliser cette solution sur une quantité pesée avec précision d'acide benzoïque (environ 0,5 g) mis en solution dans l'éthanol (5.2.1).

5.2.6 Solution d'Indicateur à la phénolphthaléine, ajouter 1 g de phénolphthaléine à environ 50 ml de méthanol et homogénéiser. Une fois mis en solution, diluer à 100 ml avec le méthanol et homogénéiser.

5.3 Appareillage

Appareillage courant de laboratoire.

5.4 Mode opératoire

Déterminer par des expériences préalables si l'échantillon est soluble dans le propanol-2-ol, 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 de phénolphthaléine (5.2.6) et titrer par la solution d'hydroxyde de potassium (5.2.5) 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.

5.5 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 \(1\)](#).

L'indice d'acide du flux soumis à essai est calculé en faisant la moyenne des résultats obtenus sur les trois échantillons d'essai.

6 Fidélité

6.1 Méthode A

La méthode A du présent document 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
— interlaboratoires	s_b	3,6
Répétabilité	r	3,0
Reproductibilité	R	10,0

6.2 Méthode B

La méthode B du présent document 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
— interlaboratoires	s_b	5,8
Répétabilité	r	5,8
Reproductibilité	R	16,1

7 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit présenter les informations suivantes:

- l'identification de l'échantillon d'essai;
- la méthode d'essai du présent document utilisée (référence à l'ISO 9455-3, méthode A ou méthode B);