

---

---

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

**Partie 9:  
Dosage de l'ammoniac**

*Soft soldering fluxes — Test methods —*

*Part 9: Determination of ammonia content*

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

ISO 9455-9:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb9d3108-22c8-482f-80d8-8c69e461f623/iso-9455-9-2020>



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

ISO 9455-9:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb9d3108-22c8-482f-80d8-8c69e461f623/iso-9455-9-2020>



### DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2020

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

E-mail: [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)

Web: [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Foreword.....	iv
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Termes et définitions</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Principe</b> .....	<b>1</b>
<b>5</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>1</b>
<b>6</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>2</b>
<b>7</b> <b>Procédure</b> .....	<b>2</b>
7.1    Généralités.....	2
7.2    Préparation de la solution d'essai du flux.....	2
7.2.1    Flux solides.....	2
7.2.2    Flux en pâte.....	2
7.2.3    Flux liquides.....	2
7.3    Déterminations.....	3
<b>8</b> <b>Calcul des résultats</b> .....	<b>4</b>
8.1    Échantillons de flux solides ou en pâte.....	4
8.2    Échantillons de flux liquides.....	4
<b>9</b> <b>Précision</b> .....	<b>4</b>
9.1    Généralités.....	4
9.2    Données de précision.....	4
<b>10</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>5</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>6</b>

ISO 9455-9:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb9d3108-22c8-482f-80d8-8c69e461f623/iso-9455-9-2020>

## Foreword

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](http://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](http://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](http://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*, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 121, *Soudage et techniques connexes*, du Comité européen de normalisation (CEN) conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette seconde édition annule et remplace la première édition (ISO 9455-9:1993), dont elle constitue une révision mineure.

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

- [l'Article 2](#) a été mis à jour
- un nouvel [Article 3](#), termes et définitions, a été inséré;
- la classification codée des flux a été mise à jour conformément à l'ISO 9454-1:2016.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 9455 est disponible sur le site Internet de l'ISO.

Il convient d'adresser tout retour d'information ou questions sur le présent document à l'organisme national de normalisation de l'utilisateur. Une liste exhaustive de ces organismes peut être trouvée à l'adresse [www.iso.org/members.html](http://www.iso.org/members.html).

Les interprétations officielles des documents élaborés par le ISO/TC 44, lorsqu'elles existent, sont disponibles depuis la page: <https://committee.iso.org/sites/tc44/home/interpretation.html>.

# Flux de brasage tendre — Méthodes d'essai —

## Partie 9: Dosage de l'ammoniac

### 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de distillation pour la détermination de la teneur en ammoniac des flux solides, en pâte ou liquides. Cette méthode est applicable uniquement aux flux de classe 311 et 321 tels que définis dans l'ISO 9454-1.

### 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 Principe

La solution de flux préparée est distillée avec de l'hydroxyde de sodium pour expulser l'ammoniac présent 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 en ammoniac du flux est calculée.

### 5 Réactifs

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

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

En alternative, utiliser une solution d'environ 1,0 mol/l d'hydroxyde de sodium préparée par la méthode suivante. Dissoudre 40 g d'hydroxyde de sodium dans de l'eau et refroidir. Transvaser la solution dans une fiole jaugée de 1 litre, diluer jusqu'au trait de jauge et homogénéiser. Normaliser la solution avec 0,5 mol/l d'acide sulfurique (5.3).

#### 5.2 Acide sulfurique, 0,5 mol/l, solution étalon, disponible dans le commerce.

En alternative, utiliser une solution d'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 jusqu'au trait de jauge et homogénéiser. Normaliser la solution avec une solution étalon préparée à partir de carbonate de sodium anhydre.

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

### 5.3 Acide sulfurique, solution à 50 % (V/V).

En adoptant les mesures de sécurité appropriées, ajouter avec précaution 500 ml d'acide sulfurique ( $\rho = 1,84$  g/ml) à 500 ml d'eau. Homogénéiser.

**AVERTISSEMENT — Il s'agit d'une procédure potentiellement dangereuse et il convient qu'elle soit effectuée par une personne formée.**

### 5.4 Solution d'hydroxyde de sodium, 10 mol/l.

Dissoudre 400 g d'hydroxyde de sodium dans de l'eau. Diluer à 1 l et homogénéiser. Il convient de préparer cette solution dans un bécher en polyéthylène refroidi à l'eau et de la conserver dans un flacon en polyéthylène.

### 5.5 Solution d'indicateur au méthyl-orange, 0,1 g/100 ml.

Dissoudre 0,1 g de méthyl-orange dans 100 ml d'eau. Homogénéiser.

## 6 Appareillage

En complément de l'appareillage ordinaire de laboratoire, il faut utiliser l'appareillage représenté à la [Figure 1](#).

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

## 7 Procédure

ISO 9455-9:2020  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb9d3108-22c8-482f-80d8-8c69e461f623/iso-9455-9-2020>

### 7.1 Généralités

Procéder aux opérations suivantes en triple sur l'échantillon de flux.

### 7.2 Préparation de la solution d'essai du flux

#### 7.2.1 Flux solides

Peser 10 g d'échantillon de flux solide dans un bécher de 400 ml. Ajouter de l'eau et suffisamment de solution d'acide sulfurique (5.3) pour éclaircir la solution. Transvaser dans une fiole jaugée de 500 ml, diluer au trait de jauge et homogénéiser.

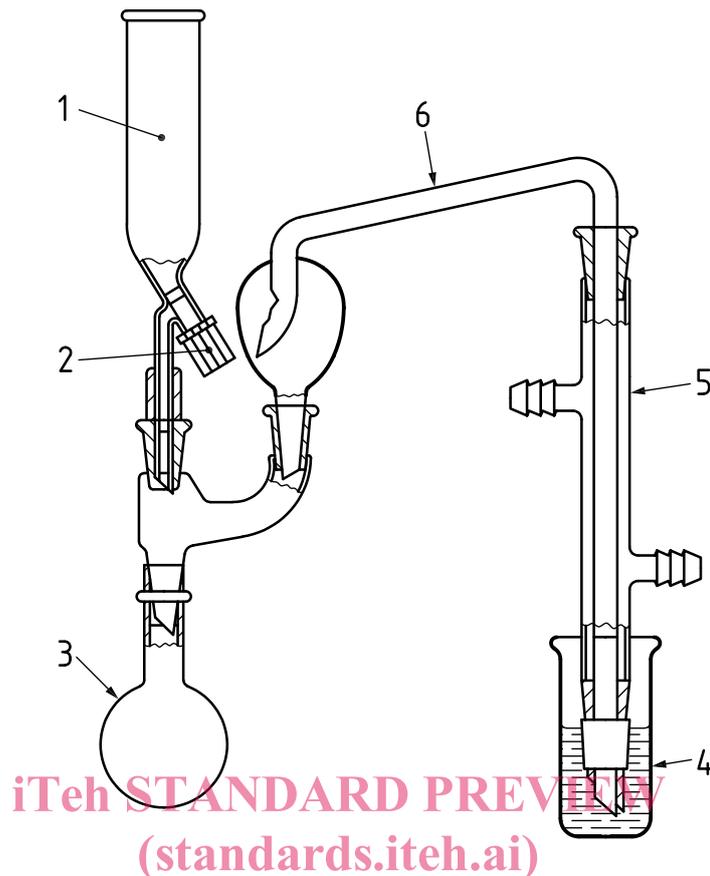
#### 7.2.2 Flux en pâte

Pour les flux en pâte solubles dans l'eau, peser 10 g d'échantillon de flux en pâte dans un bécher de 400 ml. Ajouter de l'eau et suffisamment de solution d'acide sulfurique (5.3) pour éclaircir la solution. Transvaser dans une fiole jaugée de 500 ml, diluer au trait de jauge et homogénéiser.

NOTE Pour des flux en pâte non solubles dans l'eau, la méthode de préparation de la solution d'essai de flux peut nécessiter d'être modifiée. Dans ce cas, des conseils peuvent être obtenus auprès du fabricant.

#### 7.2.3 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.



### Légende

- |   |                        |   |                             |
|---|------------------------|---|-----------------------------|
| 1 | entonnoir séparateur   | 4 | réservoir                   |
| 2 | robinet                | 5 | condenseur refroidi à l'eau |
| 3 | fiolle de distillation | 6 | dévésiculeur                |

**Figure 1 — Appareillage pour le dosage de l'ammoniac**

### 7.3 Déterminations

Régler l'appareillage comme indiqué à la [Figure 1](#). S'assurer que l'extrémité ouverte du condenseur refroidi à eau se trouve bien en dessous du niveau de la solution contenue dans le réservoir.

A l'aide d'une pipette ou d'une burette, transvaser 15,0 ml de solution d'acide sulfurique ([5.2](#)) et 100 ml d'eau dans le réservoir,

Transvaser 100 ml de la solution d'essai de flux ([7.1](#)) dans la fiolle de distillation. Introduire 30 ml de solution d'hydroxyde de sodium à 10 mol/l ([5.4](#)) 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 fiolle. Chauffer le contenu de la fiolle jusqu'à ébullition et faire bouillir à pleine ébullition pendant 10 min de manière à dissiper l'ammoniac contenu dans la solution d'essai de flux et à le recueillir dans le réservoir.

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

Nettoyer l'intérieur du condenseur refroidi à l'eau deux fois avec de l'eau et ajouter les eaux de lavage dans le réservoir.

Titrer la solution dans le réservoir avec la solution d'hydroxyde de sodium à 1 mol/l ([5.1](#)), en utilisant le méthyl-orange ([5.5](#)) comme indicateur.

## 8 Calcul des résultats

### 8.1 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 partir de la [Formule \(1\)](#):

$$w = \left[ \frac{(15-V) \times 0,0535 \times 5}{m} \right] \times 100 \quad (1)$$

qui peut être simplifiée sous la forme de la [Formule \(2\)](#)

$$w = \frac{26,75(15-V)}{m} \quad (2)$$

où

$V$  est le volume, en millilitres, de solution d'hydroxyde de sodium ([5.2](#)) utilisée pour le titrage;

$m$  est la masse, en grammes, du flux solide ou en pâte prélevé.

### 8.2 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 partir de la [Formule \(3\)](#):

$$w = \frac{26,75(15-V)}{25\rho} \quad (3)$$

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

## 9 Précision

### 9.1 Généralités

Cette méthode a été soumise à un programme limité d'essais interlaboratoires. La répétabilité et la reproductibilité de la méthode ont été calculées conformément à l'ISO 5725-1. Les résultats sont donnés au [Tableau 1](#).

### 9.2 Données de précision

Les essais ont été réalisés sur deux flux au chlorure de zinc, ayant des teneurs nominales d'ammoniac de 2,3 % et 7,0 % respectivement. Cinq laboratoires ont pris part aux essais avec les résultats suivants.

Tableau 1 — Résultats des essais de laboratoire

Paramètre	Teneur nominale en ammoniac du flux d'essai	
	2,3 %	7,0 %
Au sein du laboratoire:		
écart-type $s_W$	0,04	0,13
répétabilité $r$	0,13	0,36
Entre laboratoires		
écart-type $s_L$	0,11	0,93
répétabilité $R$	0,30	2,62

## 10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- l'identification de l'échantillon;
- une référence au présent document (c'est-à-dire, ISO 9455-9:2020);
- les résultats obtenus;
- tout détail inhabituel noté pendant le dosage;
- les détails de toute opération non incluse dans le présent document, ou considérée comme facultative.

[ISO 9455-9:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb9d3108-22c8-482f-80d8-8c69e461f623/iso-9455-9-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb9d3108-22c8-482f-80d8-8c69e461f623/iso-9455-9-2020>