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

Partie 6:
**Dosage et détection des halogénures
(à l'exception des fluorures)**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Soft soldering fluxes — Test methods —

*Part 6: Determination and detection of halide (excluding fluoride)
content*

ISO 9455-6:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4f5964eb-c352-4be7-9acf-55d8a6447d71/iso-9455-6-2022>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9455-6:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4f5964eb-c352-4be7-9acf-55d8a6447d71/iso-9455-6-2022>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2022

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
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 potentiométrique (méthode de référence)	1
4.1 Principe	1
4.2 Réactifs	2
4.3 Appareillage	2
4.4 Mode opératoire	2
4.5 Calcul des résultats	3
5 Méthode B: Méthode de titrage de la teneur en halogénure (à l'exception du fluorure) des flux solubles dans l'eau	3
5.1 Principe	3
5.2 Réactifs	4
5.3 Appareillage	4
5.4 Mode opératoire	5
5.5 Normalisation de la solution de thiocyanate d'ammonium (5.2.2)	5
5.6 Calcul des résultats	5
6 Méthode C: Méthode de titrage pour le dosage de la teneur en halogénure (à l'exception du fluorure) des flux solubles dans l'eau contenant des phosphates	6
6.1 Principe	6
6.2 Réactifs	6
6.3 Appareillage	7
6.4 Mode opératoire	7
6.5 Normalisation de la solution de thiocyanate d'ammonium (6.2.2)	7
6.6 Calcul des résultats	7
7 Méthode D: Essai qualitatif pour déterminer la présence d'halogénures ioniques dans le flux	8
7.1 Principe	8
7.2 Réactifs	8
7.3 Appareillage	8
7.4 Mode opératoire	9
7.4.1 Préparation de la solution de flux d'essai	9
7.4.2 Mode opératoire	9
8 Précision	10
8.1 Généralité	10
8.2 Méthode A	10
8.3 Méthode B	10
8.4 Méthode C	11
9 Rapport d'essai	11
Annexe A (normative) Méthode de titrage de la solution de nitrate d'argent	12
Bibliographie	15

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*, 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 deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 9455-6:1995), dont elle constitue une révision mineure. Les modifications sont les suivantes:

- [l'Article 2](#) a été mis à jour;
- un nouvel [Article 3](#), Termes et définitions, a été ajouté;
- la classification codée des flux a été mise à jour conformément à l'ISO 9454-1:2016;
- les [4.2](#), [5.2](#), [6.2](#) et [A.3](#) ont été restructurés;
- les notes du [4.4](#), [5.4](#), [5.6](#), [6.4](#) et [7.4.1.4](#) ont été changées en texte normal;
- un titre a été ajouté au [Tableau 1](#);
- les formules ont été renumérotées;
- des changements éditoriaux mineurs.

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

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9455-6:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4f5964eb-c352-4be7-9acf-55d8a6447d71/iso-9455-6-2022>

Flux de brasage tendre — Méthodes d'essai —

Partie 6: Dosage et détection des halogénures (à l'exception des fluorures)

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie trois méthodes quantitatives pour le dosage de la teneur en halogénure ionique (à l'exception du fluorure) dans les flux de brasage tendre. Les halogénures sont calculés comme des chlorures. Une méthode d'essai qualitative utile pour la détection des halogénures ioniques est également décrite.

La Méthode A est une méthode de titrage potentiométrique pour le dosage de la teneur en halogénure (à l'exception du fluorure) et s'applique aux classes de flux 1 et 2, définies dans l'ISO 9454-1. Cette méthode, qui est considérée comme la méthode de référence, convient pour les teneurs en halogénure généralement comprises entre 0,05 % fraction massique à 2 % fraction massique dans les matières non-volatiles du flux.

La Méthode B est une méthode de titrage pour le dosage de la teneur totale en halogénure (à l'exception du fluorure) dans les flux solubles dans l'eau. Elle s'applique aux classes de flux 2122 à 2124, 3112 à 3114 et 3212 à 3214, tel que défini dans l'ISO 9454-1.

La Méthode C est une méthode de titrage pour le dosage de la teneur en halogénure (à l'exception du fluorure) dans les flux solubles dans l'eau contenant des phosphates et s'applique classes de flux 331, tel que défini dans l'ISO 9454-1.

La Méthode D est un essai qualitatif qui utilise du papier réactif au chromate d'argent, pour détecter la présence d'halogénure ionique. Le technique peut être utilisée pour toutes les classes de flux.

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 <https://www.electropedia.org/>

4 Méthode A: Méthode potentiométrique (méthode de référence)

4.1 Principe

Un échantillon de flux préparé, pesé, est dissous dans un solvant approprié. La solution ainsi obtenue est dosée dans une solution de nitrate d'argent standard, en utilisant une électrode en argent, les lectures du millivoltmètre étant relevées simultanément. D'après le graphique représentant les valeurs relevées

du volume de produit de titrage en fonction des valeurs relevées du millivoltmètre, le point d'inflexion est déterminé et le pourcentage de la teneur en halogénure, exprimé en tant que chlorure, est calculé. La méthode ne convient pas pour le dosage du fluorure.

Cette méthode s'applique aux classes de flux 1 et 2, tel que défini dans l'ISO 9454-1.

4.2 Réactifs

Utiliser seulement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou déionisée avec une conductivité de moins de 10 $\mu\text{S}/\text{cm}$.

4.2.1 Propanol-2.

4.2.2 Solution de nitrate d'argent (0,02 mol/l).

3,4 g de nitrate d'argent (AgNO_3) est dissous dans l'eau, puis transféré dans une fiole jaugée de 1 l et dilué au trait avec de l'eau. Il est mélangé soigneusement. Il convient que le nitrate d'argent (AgNO_3) soit séché à (110 ± 5) °C pendant 16 h, puis refroidi dans un dessiccateur avant d'être pesé.

En variante une solution commerciale disponible est utilisée pour préparer 0,02 mol/l de solution de nitrate d'argent standard.

Normaliser la solution de nitrate d'argent en utilisant la méthode donnée à l'[Annexe A](#) pour obtenir le facteur de corrélation f_1 . Elle est conservée dans un flacon en verre ambré.

NOTE 1 ml de solution de nitrate d'argent est équivalent à $0,000\ 709 \times f_1$ g d'ions chlorures.

4.3 Appareillage

Utiliser l'équipement de laboratoire de base et, en particulier, ce qui suit:

4.3.1 Millivoltmètre.

4.3.2 Electrode en argent.

4.3.3 Electrode de sulfate de sodium 1 mol/l au mercure/sulfate de mercure, ou une électrode à hydrogène réversible.

4.3.4 Agitateur magnétique ou mécanique, avec moteur à vitesse variable, la tige de l'agitateur devant être revêtue de PTFE.

4.4 Mode opératoire

Effectuer les opérations suivantes en triple sur l'échantillon de flux.

Peser à 0,001 g près, environ 0,5 g d'échantillon de flux solide ou 2 g d'échantillon de flux liquide, en évitant la perte de matières volatiles pendant la pesée, puis le transférer dans un bécher de forme basse de 250 ml.

Ce mode opératoire convient aux concentrations en ion halogénure généralement comprises entre 0,1 % fraction massique et 1 % fraction massique dans les matières non-volatiles de la solution à titrer. Pour les échantillons de flux ayant des concentrations en ion halogénure en dehors de ces limites, il convient d'ajuster la masse de l'échantillon prélevé, comme suit:

- a) pour les échantillons de flux ayant une concentration en ion halogénure comprise entre 0,05 % fraction massique et 0,1 % fraction massique, il convient de doubler la masse de l'échantillon prélevé; et

- b) pour les échantillons de flux ayant une concentration en ion halogénure comprise entre 1 % fraction massique et 2 % fraction massique, il convient de diviser par deux la masse de l'échantillon prélevé.

Ajouter 100 ml de propanol-2 (4.2.1), ou de l'eau, selon les caractéristiques de solubilité du flux. Couvrir avec un verre de montre et laisser dissoudre en agitant doucement.

Pour les flux de classe 12, tel que défini dans l'ISO 9454-1, il convient de choisir le solvant selon un accord entre le fabricant de flux et l'utilisateur.

Placer le bécher sur le support du dispositif de titrage avec les électrodes, l'agitateur et la burette en position. Régler la vitesse de l'agitateur de façon à obtenir une forte agitation sans éclaboussure. Titrer par la solution de nitrate d'argent (4.2.2), en ajoutant des portions de 1 ml et en enregistrant les lectures du millivoltmètre après chaque addition. Lorsque le point final est proche, réduire les additions en titrant à 0,1 ml et continuer à titrer au-delà du point final.

Tracer la courbe des valeurs potentielles en fonction du volume de produit de titrage afin d'obtenir la courbe de titrage. Le point d'inflexion de la courbe correspond au point final du titrage.

Le point d'inflexion de la courbe peut être facilement déterminé en utilisant une courbe dérivée.

À titre de comparaison, effectuer un dosage à blanc, en utilisant tous les réactifs.

4.5 Calcul des résultats

La teneur en halogénure (à l'exception du fluorure), exprimée en pourcentage en masse de chlorure dans le flux, est donnée par la [Formule \(1\)](#):

$$\frac{0,0709 \times V}{m} f_1 \quad (1)$$

où

V est le volume, en ml, de solution de nitrate d'argent utilisée, moins le volume nécessaire pour titrer le dosage à blanc;

f_1 est le facteur de corrélation pour la solution de nitrate d'argent (voir [4.2.2](#));

m est la masse, en g, de l'échantillon prélevé.

La teneur en halogénure de l'échantillon de flux est donnée au moyen des trois résultats obtenus sur les trois échantillons d'essai.

La teneur en halogénure peut également être exprimée en pourcentage en masse de chlorure dans les matières non-volatiles en utilisant la [Formule \(2\)](#):

$$\frac{7,09 \times V}{mS} f_1 \quad (2)$$

où S est le pourcentage de la teneur en matières non-volatiles de l'échantillon, déterminé comme décrit dans l'ISO 9455-1 ou l'ISO 9455-2. Pour les échantillons de flux solide, $S = 100$.

5 Méthode B: Méthode de titrage de la teneur en halogénure (à l'exception du fluorure) des flux solubles dans l'eau

5.1 Principe

Un échantillon de flux préparé est dissous dans un volume connu avec de l'eau et un volume spécifié d'acide sulfurique de concentration connue. La solution est ensuite traitée avec une quantité connue de solution de nitrate d'argent et l'excès de nitrate d'argent est titré avec du thiocyanate d'ammonium. Un

dosage à blanc en utilisant de l'eau à la place du flux est effectué simultanément et le pourcentage de la teneur en halogénure, exprimé en tant que chlorure, est calculé. La méthode ne convient pas pour le dosage des fluorures.

L'essai s'applique aux flux de classes 2122 à 2124, 3112 à 3114 et 3212 à 3214 seulement, tel que défini dans l'ISO 9454-1.

Certains flux liquides contiennent de l'acide chlorhydrique libre et la teneur en halogénure sera par conséquent plus grande que la quantité équivalente au chlorures de zinc et autres chlorures présents.

5.2 Réactifs

Utiliser seulement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou déionisée avec une conductivité de moins de 10 $\mu\text{S/cm}$.

5.2.1 Solution de nitrate d'argent (0,1 mol/l).

16,99 g de nitrate d'argent (AgNO_3) est dissous dans l'eau (voir 4.2.2), puis transféré dans une fiole jaugée de 1 l et dilué au trait avec de l'eau. Il est mélangé soigneusement. Il convient que le nitrate d'argent (AgNO_3) soit séché à (110 ± 5) °C pendant 16 h, puis refroidi dans un dessiccateur avant d'être pesé.

En variante une solution commerciale disponible est utilisée pour préparer 0,1 mol/l de solution de nitrate d'argent standard.

Normaliser la solution de nitrate d'argent en utilisant la méthode donnée à l'Annexe A pour obtenir le facteur de corrélation f_2 . Elle est conservée dans un flacon en verre ambré.

NOTE 1 ml de solution de nitrate d'argent est équivalent à $0,003\,545 \times f_2$ g d'ions chlorures.

5.2.2 Solution de thiocyanate d'ammonium (environ 0,1 mol/l).

8 g de thiocyanate d'ammonium (NH_4CNS) est dissous dans l'eau, puis transféré dans une fiole jaugée de 1 l et dilué au trait avec de l'eau. Il est mélangé soigneusement.

En variante une solution commerciale disponible est utilisée pour préparer 0,1 mol/l de solution de thiocyanate d'ammonium standard.

5.2.3 Solution d'acide sulfurique (20 % fraction volumique).

200 ml d'acide sulfurique (densité 1,84 g/ml) est ajouté avec précaution, en agitant, à 400 ml d'eau. Il est ensuite mélangé, refroidi, dilué jusqu'à 1 l et mélangé soigneusement.

5.2.4 Solution d'indicateur au sulfate ferrique d'ammonium.

10 g de sulfate ferrique d'ammonium [$\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$] est dissous dans 100 ml d'eau.

5.2.5 Nitrobenzène.

AVERTISSEMENT — Il convient de prendre des précautions lors de la manipulation et de l'élimination de ce réactif dangereux.

5.2.6 Acide nitrique (densité 1,42 g/ml).

5.3 Appareillage

Utiliser l'équipement de laboratoire de base.

5.4 Mode opératoire

Effectuer les opérations suivantes en triple sur l'échantillon de flux.

Au moyen d'une pipette, transférer 25 ml de l'échantillon dans une fiole jaugée de 500 ml. Ajouter 10 ml de solution d'acide sulfurique(5.2.3), diluer au trait avec de l'eau et mélanger.

Au moyen d'une pipette, transférer 10 ml de cette solution dans une fiole conique de 500 ml à bouchon en verre et ajouter 50 ml d'eau, suivi de 5 ml d'acide nitrique (5.2.6).

Dans une fiole similaire transférer 60 ml d'eau et 5 ml d'acide nitrique (5.2.6) et effectuer simultanément un dosage à blanc en utilisant le même mode opératoire et en utilisant les mêmes quantités de réactifs que pour l'échantillon de flux.

Au moyen d'une burette ou d'une pipette, ajouter 50 ml de solution de nitrate d'argent (5.2.1) au contenu de la fiole. 2 ml de nitrobenzene (5.2.5) peut être ajouté pour favoriser la coagulation du précipité.

Reboucher la fiole et secouer vigoureusement. Ajouter 5 ml de solution d'indicateur au sulfate ferrique d'ammonium (5.2.4) et titrer avec la solution de thiocyanate d'ammonium (5.2.1), en mélangeant vigoureusement la fiole entre les ajouts de produit de titrage. Le point final est atteint quand une couleur orange-rouge claire persiste dans la solutions contenue dans la fiole.

5.5 Normalisation de la solution de thiocyanate d'ammonium (5.2.2)

Transférer 70 ml d'eau et 5 ml d'acide nitrique (5.2.6) dans une fiole jaugée de 500 ml. Au moyen d'une pipette, ajouter 25 ml de solution de nitrate d'argent (5.2.1). Ajouter 5 ml de solution d'indicateur au sulfate ferrique d'ammonium (5.2.4) et titrer avec la solution de thiocyanate d'ammonium (5.2.2), conformément au mode opératoire donné en 5.4.

Calculer le facteur de corrélation f_3 pour le thiocyanate d'ammonium, comme suit:

$$f_3 = \frac{25 \times f_2}{\text{volume de } NH_4CNS}$$

5.6 Calcul des résultats

La teneur en halogénure (à l'exception du fluorure), exprimée en pourcentage en masse de chlorure dans le flux, est donnée par la [Formule \(3\)](#):

$$\left[\frac{(\text{titre}_{\text{blanc}} - \text{titre}_{\text{échantillon}}) \times 0,003\ 545 \times f_3}{0,5\ d} \right] \times 100 \quad (3)$$

que l'on peut simplifier en:

$$\frac{0,709 \times V}{d} f_3$$

où

V est le volume, en ml, de solution de thiocyanate d'ammonium (5.2.2) utilisée pour le dosage à blanc, moins le volume utilisé dans le dosage de l'échantillon de flux;

d est la densité, in g/ml, de l'échantillon de flux original, à 20 °C, déterminé en utilisant un aréomètre;

f_3 est le facteur de corrélation pour la solution de de thiocyanate d'ammonium obtenue en 5.5.

La teneur en halogénure de l'échantillon de flux est donnée au moyen des trois résultats obtenus sur les trois échantillons d'essai.