

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

Test methods for electrical materials, interconnection structures and assemblies –

Part 6: Test methods for materials used in manufacturing electronic assemblies

Méthodes d'essai pour les matériaux électriques, les structures d'interconnexion et les ensembles –

Partie 6: Méthodes d'essai des matériaux utilisés dans la fabrication des assemblages électroniques



THIS PUBLICATION IS COPYRIGHT PROTECTED

Copyright © 2006 IEC, Geneva, Switzerland

All rights reserved. Unless otherwise specified, no part of this publication may be reproduced or utilized in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying and microfilm, without permission in writing from either IEC or IEC's member National Committee in the country of the requester.

If you have any questions about IEC copyright or have an enquiry about obtaining additional rights to this publication, please contact the address below or your local IEC member National Committee for further information.

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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 la CEI ou du Comité national de la CEI du pays du demandeur.

Si vous avez des questions sur le copyright de la CEI ou si vous désirez obtenir des droits supplémentaires sur cette publication, utilisez les coordonnées ci-après ou contactez le Comité national de la CEI de votre pays de résidence.

IEC Central Office
3, rue de Varembe
CH-1211 Geneva 20
Switzerland
Email: inmail@iec.ch
Web: www.iec.ch

About the IEC

The International Electrotechnical Commission (IEC) is the leading global organization that prepares and publishes International Standards for all electrical, electronic and related technologies.

About IEC publications

The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC. Please make sure that you have the latest edition, a corrigenda or an amendment might have been published.

- Catalogue of IEC publications: www.iec.ch/searchpub

The IEC on-line Catalogue enables you to search by a variety of criteria (reference number, text, technical committee,...). It also gives information on projects, withdrawn and replaced publications.

- IEC Just Published: www.iec.ch/online_news/justpub

Stay up to date on all new IEC publications. Just Published details twice a month all new publications released. Available on-line and also by email.

- Electropedia: www.electropedia.org

The world's leading online dictionary of electronic and electrical terms containing more than 20 000 terms and definitions in English and French, with equivalent terms in additional languages. Also known as the International Electrotechnical Vocabulary online.

- Customer Service Centre: www.iec.ch/webstore/custserv

If you wish to give us your feedback on this publication or need further assistance, please visit the Customer Service Centre FAQ or contact us:

Email: csc@iec.ch

Tel.: +41 22 919 02 11

Fax: +41 22 919 03 00

A propos de la CEI

La Commission Electrotechnique Internationale (CEI) est la première organisation mondiale qui élabore et publie des normes internationales pour tout ce qui a trait à l'électricité, à l'électronique et aux technologies apparentées.

A propos des publications CEI

Le contenu technique des publications de la CEI est constamment revu. Veuillez vous assurer que vous possédez l'édition la plus récente, un corrigendum ou amendement peut avoir été publié.

- Catalogue des publications de la CEI: www.iec.ch/searchpub/cur_fut-f.htm

Le Catalogue en-ligne de la CEI vous permet d'effectuer des recherches en utilisant différents critères (numéro de référence, texte, comité d'études,...). Il donne aussi des informations sur les projets et les publications retirées ou remplacées.

- Just Published CEI: www.iec.ch/online_news/justpub

Restez informé sur les nouvelles publications de la CEI. Just Published détaille deux fois par mois les nouvelles publications parues. Disponible en-ligne et aussi par email.

- Electropedia: www.electropedia.org

Le premier dictionnaire en ligne au monde de termes électroniques et électriques. Il contient plus de 20 000 termes et définitions en anglais et en français, ainsi que les termes équivalents dans les langues additionnelles. Egalement appelé Vocabulaire Electrotechnique International en ligne.

- Service Clients: www.iec.ch/webstore/custserv/custserv_entry-f.htm

Si vous désirez nous donner des commentaires sur cette publication ou si vous avez des questions, visitez le FAQ du Service clients ou contactez-nous:

Email: csc@iec.ch

Tél.: +41 22 919 02 11

Fax: +41 22 919 03 00



IEC 61189-6

Edition 1.0 2006-07

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

Test methods for electrical materials, interconnection structures and assemblies –

Part 6: Test methods for materials used in manufacturing electronic assemblies

Méthodes d'essai pour les matériaux électriques, les structures d'interconnexion et les ensembles –

Partie 6: Méthodes d'essai des matériaux utilisés dans la fabrication des assemblages électroniques

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

PRICE CODE
CODE PRIX



ICS 31.180

ISBN 2-8318-9716-5

CONTENTS

FOREWORD.....	4
INTRODUCTION.....	6
1 Scope.....	7
2 Normative references	7
3 Accuracy, precision and resolution	7
3.1 Accuracy	8
3.2 Precision	8
3.3 Resolution	9
3.4 Report.....	9
3.5 Student's "t" distribution	9
3.6 Suggested uncertainty limits.....	10
4 Catalogue of approved test methods	11
5 P: Preparation/conditioning test methods.....	11
6 V: Visual test methods.....	11
7 D: Dimensional test methods	11
8 C: Chemical test methods.....	11
8.1 Test 6C01: Determination of acid value of liquid soldering flux – Potentiometric and visual titration methods	11
8.2 Test 6C02: Determination of halides in fluxes, silver chromate method.....	14
8.3 Test 6C03: Solids content, flux.....	16
8.4 Test 6C04: Quantitative determination of halide content in fluxes (chloride and bromide).....	17
8.5 Test 6C05: Qualitative analysis of fluorides and fluxes by spot test	22
8.6 Test 6C06: Quantitative determination of fluoride concentration in fluxes	23
8.7 Test 6C07: Acid number of rosin	26
8.8 Test 6C08: Specific gravity.....	26
8.9 Test 6C09: Determination of the percentage of flux on/in flux-coated and/or flux-cored solder	27
8.10 Test 6C10: Flux induced corrosion (copper mirror method).....	28
9 M: Mechanical test methods	30
10 E: Electrical test methods.....	30
11 N: Environmental test methods	30
12 X: Miscellaneous test methods	31
12.1 Test 6X01: Determination of solder powder particle size distribution – Screen method for types 1-4	31
12.2 Test 6X02: Solder powder particle size distribution – Measuring microscope method.....	33
12.3 Test 6X03: Solder powder particle size distribution – Optical image analyser method.....	34
12.4 Test 6X04: Solder powder particle size distribution – Measuring laser diffraction method.....	36
12.5 Test 6X05: Determination of maximum solder powder particle size.....	37
12.6 Test 6X06: Solder paste metal content by weight	39

Figure 1 – Chlorides and/or bromides test results	16
Figure 2 – Test equipment of specific gravity (hydrometer reading).....	26
Figure 3 – Flux type classification by copper mirror test.....	30
Table 1 – Student's "t" distribution	10
Table 2 – Relation between halide content and mass of specimen	20
Table 3 – Mixing ratio from specimen size to water quantity.....	23
Table 4 – Specimen size to chloroform mixture	24
Table 5 – Screen opening	32
Table 6 – Portions of particle sizes by weight % – nominal values	32
Table 7 – Powder particle size distribution record	32
Table 8 – Powder particle size distribution record	34
Table 9 – Powder particle size distribution record (optical analysis).....	36
Table 10 – Powder particle size distribution record	37
Table 11 – Acceptance of powders by particle sizes	38
Table 12 – Test report on solder paste.....	39
Table 13 – Test report on solder paste.....	41

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**TEST METHODS FOR ELECTRICAL MATERIALS,
INTERCONNECTION STRUCTURES AND ASSEMBLIES –****Part 6: Test methods for materials used
in manufacturing electronic assemblies**

FOREWORD

- 1) The International Electrotechnical Commission (IEC) is a worldwide organization for standardization comprising all national electrotechnical committees (IEC National Committees). The object of IEC is to promote international co-operation on all questions concerning standardization in the electrical and electronic fields. To this end and in addition to other activities, IEC publishes International Standards, Technical Specifications, Technical Reports, Publicly Available Specifications (PAS) and Guides (hereafter referred to as "IEC Publication(s)"). Their preparation is entrusted to technical committees; any IEC National Committee interested in the subject dealt with may participate in this preparatory work. International, governmental and non-governmental organizations liaising with the IEC also participate in this preparation. IEC collaborates closely with the International Organization for Standardization (ISO) in accordance with conditions determined by agreement between the two organizations.
- 2) The formal decisions or agreements of IEC on technical matters express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the relevant subjects since each technical committee has representation from all interested IEC National Committees.
- 3) IEC Publications have the form of recommendations for international use and are accepted by IEC National Committees in that sense. While all reasonable efforts are made to ensure that the technical content of IEC Publications is accurate, IEC cannot be held responsible for the way in which they are used or for any misinterpretation by any end user.
- 4) In order to promote international uniformity, IEC National Committees undertake to apply IEC Publications transparently to the maximum extent possible in their national and regional publications. Any divergence between any IEC Publication and the corresponding national or regional publication shall be clearly indicated in the latter.
- 5) IEC provides no marking procedure to indicate its approval and cannot be rendered responsible for any equipment declared to be in conformity with an IEC Publication.
- 6) All users should ensure that they have the latest edition of this publication.
- 7) No liability shall attach to IEC or its directors, employees, servants or agents including individual experts and members of its technical committees and IEC National Committees for any personal injury, property damage or other damage of any nature whatsoever, whether direct or indirect, or for costs (including legal fees) and expenses arising out of the publication, use of, or reliance upon, this IEC Publication or any other IEC Publications.
- 8) Attention is drawn to the Normative references cited in this publication. Use of the referenced publications is indispensable for the correct application of this publication.
- 9) Attention is drawn to the possibility that some of the elements of this IEC Publication may be the subject of patent rights. IEC shall not be held responsible for identifying any or all such patent rights.

International Standard IEC 61189-6 has been prepared by IEC technical committee 91: Electronic assembly technology.

This bilingual version, published in 2008-05, corresponds to the English version.

The text of this standard is based on the following documents:

FDIS	Report on voting
91/593/FDIS	91/610/RVD

Full information on the voting for the approval of this standard can be found in the report on voting indicated in the above table.

The French version of this standard has not been voted upon.

This publication has been drafted in accordance with the ISO/IEC Directives, Part 2.

This standard should be used in conjunction with the following parts of IEC 61189, under the main title *Test methods for electrical materials, interconnection structures and assemblies*:

Part 1: General test methods and methodology

Part 2: Test methods for materials for interconnection structures

Part 3: Test methods for interconnection structures (printed boards)

Part 4: Test methods for electronic components assembling characteristics (under consideration)

Part 5: Test methods for printed board assemblies

and also the following standard:

IEC 60068 series: Environmental testing

The committee has decided that the contents of this publication will remain unchanged until the maintenance result date indicated on the IEC web site under "<http://webstore.iec.ch>" in the data related to the specific publication. At this date, the publication will be

- reconfirmed;
- withdrawn;
- replaced by a revised edition, or
- amended.

INTRODUCTION

IEC 61189 relates to test methods for printed boards and printed board assemblies, as well as related materials or component robustness, irrespective of their method of manufacture.

The IEC 61189 series is divided into separate parts, covering information for the designer and the test methodology engineer or technician. Each part has a specific focus; methods are grouped according to their application and numbered sequentially as they are developed and released.

In some instances test methods developed by other TCs (e.g. TC 104) have been reproduced from existing IEC standards in order to provide the reader with a comprehensive set of test methods. When this situation occurs, it will be noted on the specific test method; if the test method is reproduced with minor revision, those paragraphs that are different are identified.

This part of IEC 61189 contains test methods for evaluating materials used in manufacturing electronic assemblies. The methods are self-contained, with sufficient detail and description so as to achieve uniformity and reproducibility in the procedures and test methodologies.

The tests shown in this standard are grouped according to the following principles:

- P: preparation/conditioning methods
- V: visual test methods
- D: dimensional test methods
- C: chemical test methods
- M: mechanical test methods
- E: electrical test methods
- N: environmental test methods
- X: miscellaneous test methods

To facilitate reference to the tests, to retain consistency of presentation, and to provide for future expansion, each test is identified by a number (assigned sequentially) added to the prefix (group code) letter showing the group to which the test method belongs.

The test method numbers have no significance with respect to an eventual test sequence; that responsibility rests with the relevant specification that calls for the method being performed. The relevant specification, in most instances, also describes pass/fail criterion.

The letter and number combinations are for reference purposes, to be used by the relevant specification. Thus "6C02" represents the second chemical test method described in this "Part 6" of IEC 61189. In this example, 6 is the part of IEC standard (61189-6), C is the group of methods, and 02 is the test number.

TEST METHODS FOR ELECTRICAL MATERIALS, INTERCONNECTION STRUCTURES AND ASSEMBLIES –

Part 6: Test methods for materials used in manufacturing electronic assemblies

1 Scope

This part of IEC 61189 is a catalogue of test methods representing methodologies and procedures that can be applied to materials used in manufacturing electronic assemblies.

2 Normative references

The following referenced documents are indispensable for the application of this document. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

IEC 60068-1:1988, *Environmental testing – Part 1: General and guidance*

IEC 61189-1, *Test methods for electrical materials, interconnection structures and assemblies – Part 1: General test methods and methodology*

IEC 61190-1-1, *Attachment materials for electronic assembly – Part 1-1: Requirements for soldering fluxes for high-quality interconnections in electronics assembly*

IEC 61190-1-3, *Attachment materials for electronic assembly – Part 1-3: Requirements for electronic grade solder alloys and fluxed and non-fluxed solid solders for electronic soldering applications*

ISO 9001, *Quality management systems – Requirements*

ISO 9455 (all parts), *Soft soldering fluxes – Test methods*

3 Accuracy, precision and resolution

Errors and uncertainties are inherent in all measurement processes. The information given below enables valid estimates of the amount of error and uncertainty to be taken into account.

Test data serve a number of purposes which include:

- monitoring a process;
- enhancing confidence in quality conformance;
- arbitrating between customer and supplier.

In any of these circumstances, it is essential that confidence can be placed upon the test data in terms of

- accuracy; calibration of the test instruments and/or system,
- precision; the repeatability and uncertainty of the measurement,
- resolution; the suitability of the test instrument and/or system.

3.1 Accuracy

The regime by which routine calibration of the test equipment is undertaken shall be clearly stated in the quality documentation of the supplier or agency conducting the test, and shall meet the requirements of ISO 9001.

The calibration shall be conducted by an agency having accreditation to a national or international measurement standard institute. There should be an uninterrupted chain of calibration to a national or international standard.

Where calibration to a national or international standard is not possible, "round robin" techniques may be used and documented to enhance confidence in measurement accuracy.

The calibration interval shall normally be one year. Equipment consistently found to be outside acceptable limits of accuracy shall be subject to shortened calibration intervals. Equipment consistently found to be well within acceptable limits may be subject to relaxed calibration intervals.

A record of the calibration and maintenance history shall be maintained for each instrument. These records should state the uncertainty of the calibration technique (in $\pm$ % deviation) in order that uncertainties of measurement can be aggregated and determined.

A procedure shall be implemented to resolve any situation where an instrument is found to be outside calibration limits.

3.2 Precision

The uncertainty budget of any measurement technique is made up of both systematic and random uncertainties. All estimates shall be based upon a single confidence level, the minimum being 95 %.

Systematic uncertainties are usually the predominant contributor, and will include all uncertainties not subject to random fluctuation. These include:

- calibration uncertainties;
- errors due to the use of an instrument under conditions which differ from those under which it was calibrated;
- errors in the graduation of a scale of an analogue meter (scale shape error).

Random uncertainties result from numerous sources but can be deduced from repeated measurement of a standard item. Therefore, it is not necessary to isolate the individual contributions. These may include:

- random fluctuations such as those due to the variation of an influence parameter. Typically, changes in atmospheric conditions reduce the repeatability of a measurement;
- uncertainty in discrimination, such as setting a pointer to a fiducial mark, or interpolating between graduations on an analogue scale.

Aggregation of uncertainties: geometric addition (root-sum-square) of uncertainties may be used in most cases. Interpolation error is normally added separately and may be accepted as being 20 % of the difference between the finest graduations of the scale of the instrument:

$$U_t = \pm \sqrt{(U_s^2 + U_r^2)} + U_i$$

where

U_t is the total uncertainty;

U_s is the systematic uncertainty;

U_r is the random uncertainty;

U_i is the interpolation error.

Determination of random uncertainties: random uncertainty can be determined by repeated measurement of a parameter, and subsequent statistical manipulation of the measured data. The technique assumes that the data exhibits a normal (Gaussian) distribution:

$$U_r = \frac{t \times \sigma}{\sqrt{n}}$$

where

U_r is random uncertainty;

n is the specimen size;

t is the percentage point of the " t " distribution from 3.5, statistical tables;

σ is the standard deviation (σ_{n-1}).

3.3 Resolution

It is paramount that the test equipment used is capable of sufficient resolution. Measurement systems used should be capable of resolving 10 % (or better) of the test limit tolerance.

It is accepted that some technologies will place a physical limitation upon resolution (e.g. optical resolution).

3.4 Report

In addition to requirements detailed in the test specification, the report shall detail:

- a) the test method used;
- b) the identity of the specimen(s);
- c) the test instrumentation;
- d) the specified limit(s);
- e) an estimate of measurement uncertainty, and resultant working limit(s) for the test;
- f) the detailed test results;
- g) the test date, and operators' signature.

3.5 Student's " t " distribution

Table 1 gives values of the factor " t " for 95 % and 99 % confidence levels, as a function of the number of measurements. It is sufficient to use a 95 % limit, as in the case of the worked examples shown in Annex A of IEC 61189-1.

Table 1 – Student's "t" distribution

Specimen size	t value 95 %	t value 99 %	Specimen size	t value 95 %	t value 99 %
2	12,7	63,7	14	2,16	3,01
3	4,3	9,92	15	2,14	2,98
4	3,18	5,84	16	2,13	2,95
5	2,78	4,6	17	2,12	2,92
6	2,57	4,03	18	2,11	2,9
7	2,45	3,71	19	2,1	2,88
8	2,36	3,5	20	2,09	2,86
9	2,31	3,36	21	2,08	2,83
10	2,26	3,25	22	2,075	2,82
11	2,23	3,17	23	2,07	2,81
12	2,2	3,11	24	2,065	2,8
13	2,18	3,05	25	2,06	2,79

3.6 Suggested uncertainty limits

The following target uncertainties are suggested:

- a) voltage <1 kV: $\pm 1,5$ %
- b) voltage >1 kV: $\pm 2,5$ %
- c) current <20 A: $\pm 1,5$ %
- d) current >20 A: $\pm 2,5$ %

Resistance

- e) earth and continuity: ± 10 %
- f) insulation: ± 10 %
- g) frequency: $\pm 0,2$ %

Time

- h) interval <60 s: ± 1 s
- i) interval >60 s: ± 2 %
- j) mass <10 g: $\pm 0,5$ %
- k) mass (10 – 100) g: ± 1 %
- l) mass >100 g: ± 2 %
- m) force: ± 2 %
- n) dimension <25 mm: $\pm 0,5$ %
- o) dimension >25 mm: $\pm 0,1$ mm
- p) temperature <100 °C: $\pm 1,5$ %
- q) temperature >100 °C: $\pm 3,5$ %
- r) humidity (30 – 75) % RH: ± 5 % RH

Plating thicknesses

- s) backscatter method: $\pm 10\%$
- t) microsection: ± 2 microns
- u) ionic contamination: $\pm 10\%$

4 Catalogue of approved test methods

This standard provides specific test methods in complete detail to permit implementation with minimal cross-referencing to other specific procedures. The use of generic conditioning exposures is accomplished in the methods by reference, for example those described in IEC 61189-1 and IEC 60068-1 and, when applicable, is a mandatory part of the test method standard.

Each method has its own title, number and revision status to accommodate updating and improving the methods as industry requirements change or demand new methodology. The methods are organized into test method groups and individual tests.

5 P: Preparation/conditioning test methods

Under consideration.

6 V: Visual test methods

Under consideration.

7 D: Dimensional test methods

Under consideration.

8 C: Chemical test methods

8.1 Test 6C01: Determination of acid value of liquid soldering flux – Potentiometric and visual titration methods

8.1.1 Object

This test method specifies two methods for the determination of the acid value of a flux of types L, M or H.

Method A is a potentiometric titration method and is to be considered as the reference method.

Method B is an alternative, visual end-point, titration method.

See ISO 9455 for reference.

8.1.2 Test specimen

A minimum of 2,0 g of liquid flux, 10 g of solder paste, 150 g of cored wire or 10 g of solder preforms.

8.1.3 Apparatus and reagents

8.1.3.1 General

- a) Use only reagents of recognized analytical quality and only distilled or deionized water.
- b) Ordinary laboratory apparatus.
- c) The term “M” represents molarity of a solution and is calculated by taking the moles of solute and dividing by the litres of solution, i.e. 1,00 mole of sucrose (about 342,3 g) mixed into a litre of water equals 1,00 M (1,00 mol/l).

8.1.3.2 Potentiometric titration method (Method A)

- a) Tetrabutyl ammonium hydroxide. 0,1 M (0,1 mol/l). Use a commercially available standard solution or one prepared from a commercially available concentrated standard solution by dilution with propan-2-ol. Standardize this solution against an accurately weighed amount of benzoic acid (about 0,5 g) dissolved in dimethylformamide, previously neutralized to thymol blue.
- b) Propan-2-ol: neutralized with tetrabutyl ammonium hydroxide solution to a faint pink colour using phenolphthalein as an indicator.
- c) Ethanol 96% by volume: neutralized with tetrabutyl ammonium hydroxide solution to a faint pink colour using phenolphthalein as an indicator.
- d) Toluene: neutralized with tetrabutyl ammonium hydroxide solution to a faint pink colour using phenolphthalein as an indicator.
- e) Ethanol/toluene mixture: mix equal volumes of the ethanol 96 % by volume and toluene.
- f) Millivoltmeter or pH meter.
- g) Glass electrode.
- h) Saturated calomel, or silver chloride/silver, electrode.
- i) Magnetic or mechanical stirrer with variable speed drive.

8.1.3.3 Titration with visual end-point (Method B)

- a) Ethanol 96 % by volume: neutralized with potassium hydroxide, 0,1 M in alcohol, to a faint pink colour using phenolphthalein as an indicator.
- b) Toluene: neutralized with potassium hydroxide, 0,1 M in alcohol, to a faint pink colour using phenolphthalein as an indicator.
- c) Ethanol/toluene mixture: mix equal volumes of the ethanol 96 % by volume and toluene.
- d) Propan-2-ol: neutralized with potassium hydroxide, 0,1 M in alcohol, to a faint pink colour using phenolphthalein as an indicator.
- e) Potassium hydroxide solution: 0,1 M in alcohol. Use a commercially available standard solution or one prepared from a commercially available concentrated standard solution by dilution with ethanol. Standardize this solution against an accurately weighed amount of benzoic acid (about 0,5 g) dissolved in ethanol.
- f) Phenolphthalein indicator solution: Add 1 g of phenolphthalein to approximately 50 ml methanol and mix. When dissolved, dilute to 100 ml with methanol and mix.

8.1.4 Procedures

8.1.4.1 Potentiometric titration (Method A)

- a) By preliminary experiments, determine whether the specimen is soluble in propan-2-ol, ethanol 96 % by volume, toluene or the ethanol/toluene mixture. If it is not completely soluble in any of these solvents, select the one in which it appears to be the most soluble. If it is equally soluble in all four solvents then use propan-2-ol.

- b) Carry out the following procedure, in triplicate, on the flux specimen.
- c) Weigh, to the nearest 0,001 g, 2,0 g to 5,0 g of the liquid flux specimen taking steps to prevent loss of volatile matter during the weighing. The larger size specimen is required for very low solids fluxes. Transfer the weighed specimen to a 250 ml low form beaker.
- d) Dilute specimen to 100 ml with propan-2-ol, or the selected solvent, according to the solubility characteristics of the flux. Cover with a watch glass and dissolve the flux by gentle agitation.
- e) Place the beaker on the stand of the titration assembly with the electrodes, stirrer and burette in position. Adjust the speed of the stirrer to give vigorous stirring without splashing. Titrate with the tetrabutyl ammonium hydroxide solution, adding 1 ml portions and recording the pH, or mV meter readings after each addition. As the end point is approached, reduce the additions of titrant to 0,1 ml and continue titrating past the end point.
- f) Plot the pH, or potential values against the volume of titrant added to obtain the titration curve. The point of inflection of the curve corresponds to the end-point of the titration.
- g) Carry out a blank determination, using all reagents, for comparison purposes.

8.1.4.2 Visual titration (Method B)

- a) By preliminary experiments, determine whether the specimen is soluble in propan-2-ol, ethanol 96 % by volume, toluene or the ethanol/toluene mixture. If it is not completely soluble in any of these solvents, select the one in which it appears to be the most soluble. If it is equally soluble in all four solvents then use ethanol as the selected solvent.
- b) Carry out the following procedure, in triplicate, on the flux specimen.
- c) Weigh, to the nearest 0,001 g sufficient of the flux specimen to correspond to approximately 1 g of non-volatile matter in accordance with test method 6C03, taking steps in the case of liquid flux specimens to prevent loss of volatile matter during the weighing.
- d) Transfer the weighed specimen to a suitable flask or beaker and add 100 ml of the selected solvent. Stir until the specimen has dissolved as completely as possible. Do not heat.
- e) Add 3 drops of phenolphthalein indicator and titrate with the potassium hydroxide (8.1.3.3) until a faint pink colour persists throughout the titrated solution for 15 s.
- f) Carry out blank determination, using all reagents, for comparison purposes.

8.1.4.3 Calculation of results

- a) The acid value is expressed in milligrams of potassium hydroxide per gram of non-volatile matter, regardless of the alkali used to perform the titration.
- b) The acid value (expressed in milligrams of potassium hydroxide per gram of non-volatile matter) is given by:

$$\frac{56,11VM}{mS}$$

where

V is the volume, in ml, of alkali used (tetrabutyl ammonium hydroxide for method A, potassium hydroxide for method B);

M is the molarity of the alkali used;

m is the mass, in grams of the specimen taken;

S is the percentage non-volatile matter determined as described in test method 6C03 of this standard.

The acid value (expressed in milligrams of potassium hydroxide per gram of flux) is given by:

$$\frac{56,11VM}{m}$$

The acid value of the flux under test is calculated as the mean of the results obtained on each of the three test specimens.

8.1.5 Additional information

Safety: operator should be trained and familiar with the hazards inherent to the chemicals being used and analysed. Proper personal safety equipment, such as safety glasses, gloves and splash apron, as well as adequate ventilation, should be used.

8.2 Test 6C02: Determination of halides in fluxes, silver chromate method

8.2.1 Object

This test method is designed to determine the presence of chlorides and bromides in soldering flux by visual examination after placement of the flux on test paper.

8.2.2 Test specimen

The test specimen shall consist of a minimum of 100 ml of liquid flux, a representative container of solder paste, paste flux for reflow soldering, extracted solder preform flux or extracted flux-cored wire.

8.2.3 Apparatus and reagents

- a) Six pieces of silver chromate test paper 51 mm × 51 mm.
- b) 0,25 l of reagent grade (highly pure, without contamination) propan-2-ol.

8.2.4 Procedure

8.2.4.1 Preparation

- a) The silver chromate paper is extremely light sensitive and must be stored in a closed container away from light until used for testing.
- b) To avoid contamination, the paper shall be handled with forceps and must never be touched with bare hands.

8.2.4.2 Test for liquid flux or flux extract solution

- a) Place one drop of test flux or flux extract (approximately 0,05 ml) on each piece of silver chromate test paper. Allow the droplet to remain on each test paper for a minimum of 15 s.
- b) After the 15 s, immediately immerse each test paper in clean propan-2-ol to remove the residual organic materials.
- c) Allow each test paper to dry for 10 min, then examine for colour change.

8.2.4.3 Test for paste flux or solder paste flux as obtained from the supplier

- a) Clean a glass microscope slide with propan-2-ol and air dry.
- b) Moisten a piece of silver chromate reagent paper of suitable size with deionized water.
- c) Apply the wet paper to the glass slide and remove the excess water with blotting paper.
- d) Using a spatula, apply a thin coating of the paste flux or solder paste flux directly to the moist reagent paper.

- e) Allow the paste flux or solder paste flux to remain in contact with the paper for 1 min, then remove the flux with propan-2-ol without disturbing the paper.

8.2.5 Evaluation

Carefully examine each test sheet for possible colour change. A change to off-white or yellow-white indicates the presence of chlorides or bromides (see Figure 1).

Interferences:

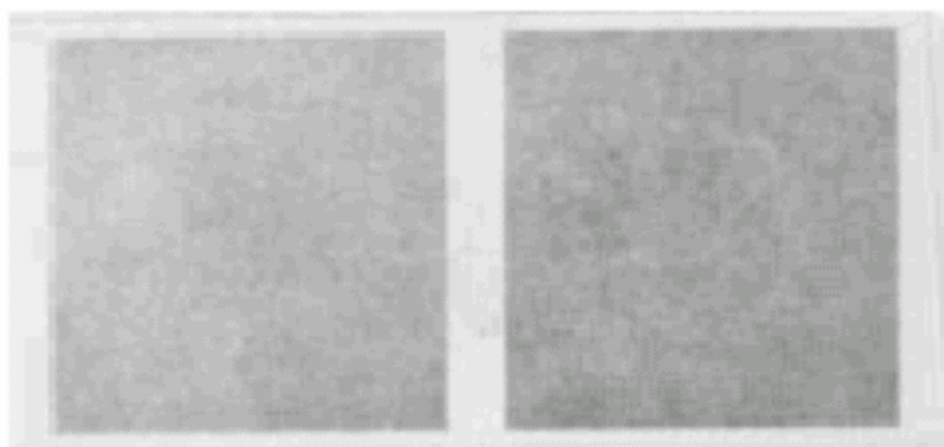
- a) A number of chemicals may cause test failures. (Representative examples are, but are not limited to, amines, cyanides, isocyanates, etc.)
- b) Certain acidic solutions may react with the reagent paper to provide a colour change similar to that obtained with chlorides and bromides. When a colour change is observed, it is advisable to check the acidity of the affected area by means of a pH indicating paper. If pH values of less than 3 are obtained, the presence of chlorides and bromides should be verified by other analytical means.

8.2.6 Additional information

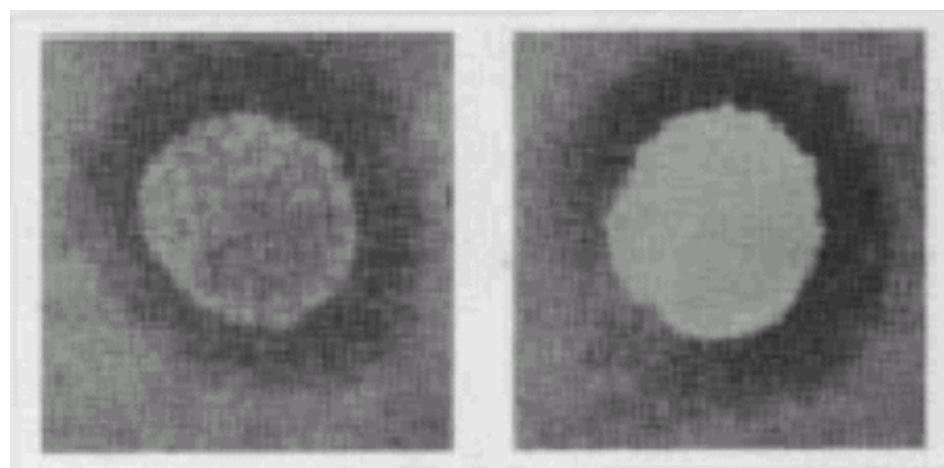
Safety: Observe all appropriate precautions on the material safety data sheets (MSDS) for chemicals involved in this test method.

Source for silver chromate test paper:

Quantek, PO Box 136, Lyndhurst, NJ 07071, (201) 935-4103



PASS



FAIL

IEC 1330/06

Figure 1 – Chlorides and/or bromides test results

8.3 Test 6C03: Solids content, flux

8.3.1 Object

This test method is designed to determine the residual solids content of the liquid flux after evaporation of the volatile chemicals from the liquid flux; typically 15 % by weight minimum.

8.3.2 Test specimen

The test specimen shall consist of a minimum of 6 g per test of liquid flux or flux extracted from solder paste, solder preforms or flux-cored wire.

8.3.3 Apparatus and reagents

- a) a circulating air drying oven capable of maintaining $(110 \pm 5) ^\circ\text{C}$;
- b) analytical balance capable of weighing 0,000 1 g;
- c) glass pipettes;
- d) glass petri dishes, 30 ml capacity;
- e) silica gel desiccant, or equivalent, in a glass desiccator.

8.3.4 Procedures

Carry out the following procedures in triplicate.

8.3.4.1 Preparation

- a) Dry three empty glass petri dishes in the drying oven, then cool in the desiccator to room temperature.
- b) Weigh each dish to the nearest 0,001 g.

8.3.4.2 Test

- a) Pipette approximately 6 g of test flux specimen into each specimen dish and weigh to the nearest 0,001 g.
- b) Heat in the drying oven for 1 h, then re-weigh after allowing the specimen to come to room temperature.
- c) Repeat heating and drying procedure until the weight is constant to within 0,005 g.

8.3.5 Evaluation

Calculate the residual solids as follows:

$$C_s = \frac{100 \times m_2}{m_1}$$

where

m_2 is the mass of residual after drying, in g;

m_1 is the mass of original test flux specimen, in g.

8.3.6 Additional information

8.3.6.1 Specimen size

Larger specimen sizes may be required to obtain accurate data on low solids (<15 %) fluxes.

8.3.6.2 Safety

Observe all appropriate precautions on the material safety data sheets (MSDS) for chemicals involved in this test method.

8.4 Test 6C04: Quantitative determination of halide content in fluxes (chloride and bromide)

8.4.1 Object

This test method is designed to determine the halide content of fluxes attributable to chlorides and bromides. The halide content is reported as the weight percentage of chloride to the solid (non-volatile) portion of the flux or as milliequivalent per gram of flux solids. A specimen of flux or flux extract is titrated to an end-point and the percentage chloride or meq/g of halides is calculated.

Method A is an alternative, visual end- point, titration method.

Method B is a potentiometric titration method.

8.4.2 Test specimen

8.4.2.1 Visual titration (Method A)

A minimum of 100 ml of liquid flux, 10 ml to 50 ml flux extract of known solids content from solder paste, solder preforms or flux-cored wire.

8.4.2.2 Potentiometric titration method (Method B)

A minimum of 200 ml of liquid flux, containing $(5,0 \pm 0,1)$ g flux extracted of known solids content from solder paste, solder preforms or flux-cored wire.

8.4.3 Apparatus and reagents

8.4.3.1 General

- a) Use only reagents of recognized analytical quality and only distilled or deionized water.
- b) Ordinary laboratory apparatus.
- c) The term "M" represents molarity of a solution and is calculated by taking the moles of solute and dividing by the litres of solution, i.e. 1,00 mole of sucrose (about 342,3 g) mixed into a litre of water equals 1,00 M (1,00 mol/l).

A normal solution (N) contains 1 g of solute per litre of solution.

A molar solution (M) contains 1 mole of solute per litre of solution.

Examples:

A 0,2 M solution of NaCl contains 0,2 moles of NaCl per litre.

A 3 N solution of NaCl contains 3 moles of NaCl per litre.

8.4.3.2 Visual titration (Method A)

- a) Hot plate with magnetic stirrer.
- b) Analytical balance capable of reading to 0,001 g.
- c) Pipettes.
- d) Burettes.
- e) 100 ml beakers, pyrex.
- f) 125 ml separatory funnel.
- g) 125 ml Erlenmeyer flasks.
- h) 1 000 ml volumetric flasks.
- i) 0,1 N silver nitrate, standardized: dissolve 17,000 g silver nitrate in deionized water and dilute to 1 000 ml in a volumetric flask.
- j) 1 M (1 mol/l) sodium hydroxide: 40,0 g of sodium hydroxide diluted to 1 000 ml with deionized water in a volumetric flask.
- k) 0,2 M (0,2 mol/l) nitric acid: add 12,6 ml concentrated (16 M) nitric acid to deionized water and dilute to 1 000 ml in a volumetric flask.
- l) 1 M (1 mol/l) potassium chromate: 194 g diluted to 1 000 ml using deionized water in a volumetric flask.
- m) 0,03 M (0,03 mol/l) phenolphthalein solution (reagent grade).
- n) Chloroform (reagent grade).
- o) Deionized water.

8.4.3.3 Potentiometric titration (Method B)

- a) Millivolt meter.
- b) Electrode potassium hydroxide – platinum, platinum-platinum, or silver nitrate-silver electrodes.
- c) Magnetic stirrer – number of revolutions adjustable.
- d) Dryer, adjustable to a temperature of $(100 \pm 5) ^\circ\text{C}$ and able to maintain this temperature within the tolerance limits.
- e) Balance with sensitivity of 0,000 1 g.
- f) General purpose experimental device.
- g) General purpose goods – only analysis reagent and deionized water.
- h) Propan-2-ol (reagent grade).
- i) Standard silver nitrate solution N/20 (0,05 M) available on market or a solution made as follows: 8,494 g silver nitrate highly pure shall be measured and poured into a 1 000 ml .

8.4.4 Procedure

8.4.4.1 Visual titration (Method A)

8.4.4.1.1 Rosin/resin fluxes specimen preparation

- a) In a tared 100 ml beaker, accurately weigh about 3 g to 5 g of flux specimen on an analytical balance.
- b) Quantitatively transfer the flux specimen to a 125 ml separatory funnel using three 10 ml aliquots of chloroform.
- c) Add 15 ml of deionized water to the funnel and shake the funnel for 10 s.
- d) Allow the funnel to stand until the layers completely separate.
- e) Draw off the bottom (chloroform) layer into a beaker and save for the next extraction.
- f) Transfer the top (water) layer to a 125 ml Erlenmeyer flask.
- g) Transfer the chloroform layer from the beaker to the funnel and repeat the extraction with 15 ml of water two more times, each time adding the water extract portion to the flask.
- h) Heat the water extract in the Erlenmeyer flask using a steam bath to expel any chloroform which may be present.
- i) Do not heat above $80 ^\circ\text{C}$. Allow for solution to cool to room temperature.

8.4.4.1.2 Organic and inorganic flux specimen preparation

- a) In a tared 125 ml Erlenmeyer flask, accurately weigh about 3 g to 5 g of flux specimen on analytical balance.
- b) Add 50 ml of deionized water.
- c) Add two drops of 0,03 M phenolphthalein solution to the Erlenmeyer flask.
- d) Add 1 M sodium hydroxide until the solution turns red. Add 0,2 M nitric acid dropwise until the red colour is just completely discharged.
- e) Dilute to about 60 ml with deionized water.
- f) Add six drops of 1 M potassium chromate and titrate with standardized 0,1 N silver nitrate to the red-brown end point.

8.4.4.2 Potentiometric titration method (Method B)

8.4.4.2.1 Resin flux cored solder procedure of test

- Use the dried product itself as test piece after washing the surface with acetone and rinsing first with deionized water and then with propan-2-ol.
- Measure and cut off solder to produce $(5,0 \pm 0,1)$ g of flux, and cut it into chips of 2 mm to 3 mm length.
- Measure the mass to within an accuracy of 0,001 g and put those chips into a beaker of 300 ml and add 50 ml propan-2-ol.
- Shake the beaker for about 15 min at normal temperature with a watch dish on, for extracting flux. When flux has dissolved completely, pour the supernatant gently into a 300 ml beaker.
- Wash the chipped solders with 30 ml propan-2-ol two to three times. Then add this washed solution to the extracted solution, making the total volume equal to 200 ml as test specimen.
- The chipped solders shall be dried for 1 h in a dryer at (100 ± 5) °C.
- After cooling, measure the mass to within an accuracy of 0,001 g. The difference between the masses of first measured and chipped solder after extraction of flux shall be the mass of flux.
- Putting an electrode into the beaker, place the beaker on a magnetic stirrer. Stir strongly preventing spattering, and titrate with silver nitrate standard solution.
- Measure the potential at every 1 ml, read the potential at every 0,1 ml toward the end of this titration. The point at which the potential changes sharp shall be the end point. For comparison purpose, the blank test shall be carried out for the whole process.

8.4.4.2.2 Solder paste, liquid flux and solid flux

- Measure a mass of $(5,0 \pm 0,1)$ g of flux to within an accuracy of 0,001 g and put it into a 300 ml beaker.
- Add 200 ml propan-2-ol and stir it at ambient temperature, extracting as much flux as possible. This solution is the test specimen.
- Put an electrode into the beaker, place the beaker on a magnetic stirrer. Stir strongly preventing spattering, and titrate with silver nitrate standard solution.
- Measure the potential at every 1 ml, read the potential at every 0,1 ml towards the end of this titration. The point at which the potential changes sharp shall be the end point. For comparison purposes, the blank test shall be carried out for the whole process.

NOTE This mass of specimen should be applied to the solders containing halide of more than 0,1 % to 1,0 %. As for the solders containing halide other than above, the figures shown in Table 2 should be applied.

Table 2 – Relation between halide content and mass of specimen

Content of halide mass %	0,05 or less	Over 0,05 0,1 or less	Over 0,1 1,0 or less	Over 1,0
Mass of specimen (g)	50	20	5	1

8.4.5 Calculations

8.4.5.1 Visual titration (Method A)

Calculate the percentage of halides as chloride based on flux solids content, using the following formula:

$$\text{Halides, as \% chlorides} = \frac{3,55 \text{ } VN \times 100}{mS}$$

Calculate halides milliequivalent per gram of flux solids (non-volatiles) using the following formula:

$$\text{Halides, meq/g solids} = \frac{V \times N \times 100}{mS}$$

where

V is the volume of 0,1 N silver nitrate in ml;

N is the normality of silver nitrate solution;

m is the mass of flux specimen in g;

S is the percentage of solids (non-volatiles) of the flux.

8.4.5.2 Potentiometric titration method (Method B)

The halide content shall be expressed by the content of chlorine (mass %) and shall be calculated by the following formula:

$$H = \frac{3,55 \times Mn \times fn \times Vn}{m}$$

where

H is the chlorine content in flux (mass %);

Vn is the volume of silver nitrate (ml);

Mn is the concentration of silver nitrate (mol/l);

fn is the power value of silver nitrate (see note);

m is the mass of specimen (g).

The halide content shall be expressed by the mean value of chlorine content in the flux measured on three specimens.

NOTE Power value is determined by the following method. Measure 2,922 g of sodium chloride (reagent grade) to within an accuracy of 0,001 g. Put it into a 1 000 ml flask and dilute with deionized water filled up to the scale line. Exactly 20 ml of this solution is then poured into a 300 ml beaker and titrated with silver nitrate based on the same procedure mentioned above. The power value of silver nitrate solution can be calculated from the formula

$$fn = \frac{20,0 \times m}{y \times 2,922}$$

where

m is the mass of special class sodium chloride (g);

y is the volume of titrated silver nitrate (M).

8.4.6 Report

The halide content is reported as the weight percentage of chloride to the solid (non-volatile) portion of the flux or as milliequivalent per gram of flux solids. A specimen of flux or flux extract is tritrated to an end-point and the percentage chloride or milligram of halides is calculated.

8.4.7 Additional information

Safety: Observe all appropriate precautions on the material safety data sheets (MSDS) for chemicals involved in this test method.

8.5 Test 6C05: Qualitative analysis of fluorides and fluxes by spot test

8.5.1 Object

This test method is designed to determine the presence of fluoride(s) in soldering flux by visual examination after placement of a drop of liquid test flux in a zirconium-alizarin purple solution.

8.5.2 Test specimen

- a) A minimum of 10 ml of a specimen from a production of liquid flux, solder paste flux, paste flux or extracted flux from preform or wire, furnished in a new or clean glass container.
- b) For paste flux or solder paste flux, dilute the specimen in propan-2-ol or another suitable solvent.

NOTE The solvent used in dilution/extraction should be water miscible.

8.5.3 Apparatus and reagents

8.5.3.1 Apparatus

- a) White spot plate.
- b) Glass droppers.
- c) Glass rods.

8.5.3.2 Reagents

- a) Zirconium nitrate solution: 0,05 g dissolved in 50 ml of deionized water;
- b) Sodium alizarin sulfate solution: 0,05 g dissolved in 50 ml of deionized water.

8.5.4 Procedure

8.5.4.1 Preparation

Prepare a fresh zirconium-alizarin purple solution in three spots of the white spot plate by adding one drop each of zirconium nitrate and sodium alizarin sulfate solutions.

8.5.4.2 Test

- a) Add one drop of the test flux to each of the spots.
- b) Mix each spot with a clean glass rod.
- c) Examine for any colour change.

8.5.4.3 Evaluation

A change in colour of the solution from purple to yellow is an indication of the presence of fluoride(s).

8.5.4.4 Additional information

Safety: Observe all appropriate precautions on the material safety data sheets (MSDS) for chemicals involved in this test method.

8.6 Test 6C06: Quantitative determination of fluoride concentration in fluxes

8.6.1 Object

This test method is used to determine the concentration of fluorides in soldering flux. The fluoride content is reported as the weight percentage of fluoride to the non-volatile portion of the flux. Ion specific electrodes are used for the determination.

8.6.2 Test specimen

- A minimum of 100 ml of a specimen from a production of liquid rosin flux, or prepared flux solution furnished in a new or clean glass container.
- For paste flux and solder paste flux, 100 ml of the diluted material.
- For preform and cored wire, 100 ml of the extracted material.

8.6.3 Apparatus and reagents

8.6.3.1 Apparatus

- Autocalibrating ion analyser.
- Fluoride specific electrode.
- Double junction reference electrode.
- Magnetic stirrer and stir bars.
- 250 ml and 500 ml beakers, glass or polypropylene.
- Funnel stand and funnel.
- 50 ml graduated cylinders.
- 100 ml and 1 000 ml volumetric flasks.
- 10 ml and 100 ml pipettes.
- Analytical balance capable of weighing 0,001 g.

8.6.3.2 Reagents

- Deionized water.
- Sodium fluoride, reagent grade (highly pure, without contamination).
- Chloroform, reagent grade.
- Fluoride analysis solution.
- Ashless filter paper.

8.6.4 Procedure

8.6.4.1 Specimen preparation: water soluble flux

Depending on the expected concentration of fluoride, use the following amount of specimen and deionized water as shown in Table 3.

Table 3 – Mixing ratio from specimen size to water quantity

Fluoride ppm	Specimen ml	DI Water ml
0,1 - 0,0	25	50
1,0 - 10,0	5	50

- a) Take the beaker and add the specimen; record the weight of the flux to 0,001 g.
- b) Add DI water and mix with stirrer for 10 min; stop mixing and allow to stand for 5 min.
- c) Pour solution through filter paper in funnel into a clean beaker. Allow specimen to drain completely.

8.6.4.2 Specimen preparation: non-water soluble flux

Depending on the expected concentration of fluoride, use the following amount of specimen and chloroform as shown in Table 4.

Table 4 – Specimen size to chloroform mixture

Fluoride ppm	Specimen ml	Chloroform ml
0,1 – 1,0	25	25
1,0 – 10,0	5	5

- a) Take the beaker and add the specimen; record the weight of the flux to 0,001 g.
- b) Add chloroform and 50 ml DI water and mix with stirrer for 10 min; stop mixing and allow to stand for 5 min.
- c) Carefully decant the water solution through filter paper in funnel into a clean beaker. Allow specimen to drain completely.

8.6.4.3 Standard solutions

- a) 10^{-6} fluoride (0,001 %): This standard can be purchased ready-to-use or a solution can be prepared. Weight 0,022 1 g (dried to 140 °C) reagent grade NaF. Add 500 ml DI water. Dilute to 1 l in a volumetric flask.
- b) $1,0^{-6}$ fluoride (0,000 1 %): This standard can be purchased ready-to-use or a solution can be prepared. Weight 0,002 3 g (dried to 140 °C) reagent grade NaF. Add 500 ml DI water. Dilute to 1 l in a volumetric flask. Another method is to dilute 100 ml, 10^{-6} fluoride standard with 450 ml DI water and dilute to 1 l in a volumetric flask.
- c) $0,1^{-6}$ fluoride (0,000 01 %). This standard is prepared by diluting 100 ml, $1,0^{-6}$ fluoride standard with 450 ml DI water and dilute to 1 l in a volumetric flask. Another method is to dilute 10 ml, 10^{-6} fluoride standard with 495 ml DI water and dilute to 1 l in a volumetric flask.

8.6.4.4 Double reference electrode filling solutions

- a) Inner chamber filling solution (green): Solution saturated with AgCl.
- b) Outer chamber filling solution: 10 % KNO₃.

8.6.4.5 Test

- a) For accurate results, allow all specimens and standards to reach the same temperature before attempting a measurement. Stir the specimens and standards while a measurement is being made.
- b) Prepare two standards that differ in concentration by a factor of 10. The standards should bracket the expected specimen concentration. Select concentration mode and STD 1 function. Significant digit selection is accomplished by pressing the X10 key the required number of times.
- c) Dilute 50 ml of the two standard solutions, each with 50 ml of DI water.

- d) While stirring with a magnetic stirrer, immerse electrodes in the more dilute standard solution. Adjust the display using arrows or X10 keys to the correct value. When "Ready" illuminates, press "Enter." The display automatically proceeds to "STD 2."
- e) Remove and rinse electrodes with DI water. Immerse electrodes in the more concentrated standard solution. Adjust the display to read the correct value for STD 2. When "Ready" illuminates, press "Enter." The display automatically proceeds to "Sample" function.
- f) To the specimen prepared per instructions for water soluble flux, add 25 ml total ionic strength adjustment buffer. While stirring, immerse electrodes. When display indicates "Ready," record indicated value.

8.6.4.6 Evaluation

The indicated value is equal to the parts per million (10^{-6}) fluoride. To obtain weight % of fluoride as percentage of the non-volatile content, use the following formula:

$$\text{Fluoride \% of solids} = \frac{I}{(mS) 100}$$

where

I is indicated value in parts per million;

m is the mass of the flux specimen in g;

S is the percentage of solids (non-volatile chemicals) of the flux.

8.6.5 Additional information

8.6.5.1 Calibration and limits

- a) Re-calibration should be carried out every few hours to compensate for electrode drift.
- b) Reproducibility is typically $\pm 2\%$ obtainable with hourly recalibration. Temperature fluctuation, drift and noise will limit reproducibility.
- c) Detection limits are 0,02 ppm minimum and no known maximum. A list of possible interfering ions has not yet been determined for this electrode method.

8.6.5.2 Safety

The operator should be trained and familiar with the hazards inherent to the chemicals being used and analysed. Proper personal safety equipment such as safety glasses, gloves and splash apron as well as adequate ventilation should be used.

Using the same batch of DI water for dilutions will eliminate the need to run blanks.

8.6.6 Informative references

Autocalibrating ion analyser - Orion EA 920

Fluoride specific electrode - Orion 94-09-00

Double junction reference electrode - Orion 90-02

Whatman #41 ashless filter paper

10^{-6} fluoride solution - Orion, catalogue #040908

$1,0^{-6}$ fluoride solution - Orion, catalogue #040906

TISAB (total ionic strength adjustment buffer) - Orion catalogue #940909

AgCl solution - Orion catalogue #900002

10 % KNO₃ solution - Orion catalogue #900003

8.7 Test 6C07: Acid number of rosin

Under consideration.

8.8 Test 6C08: Specific gravity

8.8.1 Object

This test specifies the method for measuring the specific gravity of liquid flux.

8.8.2 Test specimen

The test specimen is a sample of the liquid flux product itself.

8.8.3 Apparatus

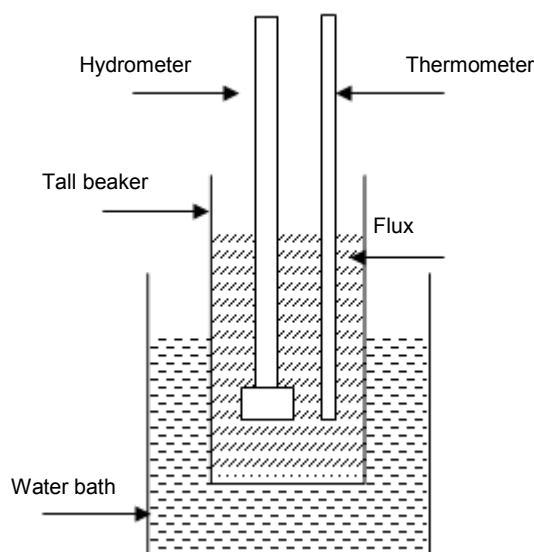
- Tall glass beaker (e.g. a measuring cylinder approximately 200 ml) for liquid flux.
- Hydrometer.
- Glass thermometer.
- Controlled temperature water bath adjustable to $(20 \pm 1) ^\circ\text{C}$.

8.8.4 Test procedure

- Clean and dry a circular tall glass beaker for measurement.
- Measure approximately 150 ml of the specimen and place in the beaker.
- Place the beaker in the water bath at $(20 \pm 1) ^\circ\text{C}$.
- Place the hydrometer and thermometer into the beaker.
- Read the scale at the upper edge of the meniscus in the hydrometer when the temperature of specimen stabilizes at $20 ^\circ\text{C}$ (see Figure 2).

8.8.5 Evaluation

Determine the density from a hydrometer reading.



IEC 1331/06

Figure 2 – Test equipment of specific gravity (hydrometer reading)

8.9 Test 6C09: Determination of the percentage of flux on/in flux-coated and/or flux-cored solder

8.9.1 Object

This test method provides a procedure for determining the flux percentage on flux-coated and/or in flux-cored solder.

8.9.2 Test specimen

For test A, use approximately 200 g of flux-coated and/or flux-cored solder; for test B, use approximately 30 g of flux-coated and/or flux-cored solder. For solders whose flux percentage is expected to be 1 % or more, the test specimen may be approximately 100 g. For solders whose flux percentage is expected to be 2 % or more, the test specimen may be approximately 50 g.

8.9.3 Apparatus

- a) One hot plate capable of being set to (50^{+5}_0) °C above the liquidus temperature of the solder specimen alloy.
- b) One suitably sized pyrex or equivalent beaker.

8.9.4 Test procedure

8.9.4.1 Test procedure A

- a) Determine the liquidus temperature of the solder alloy from IEC 61190-1-3.
- b) Weigh the solder specimen to the nearest 0,01 g (W1).
- c) Carefully pack the solder specimen as tightly as possible in the bottom of the beaker. Weigh the beaker and solder specimen to the nearest 0,01 g (W2).
- d) Preheat the hot plate to (50^{+5}_0) °C above the liquidus temperature of the solder specimen alloy.
- e) Place the beaker with the solder specimen on the hot plate. Remove the beaker as soon as all of the solder has melted and allow it to cool at room temperature for about 30 min.
- f) Using highly pure propan-2-ol, or other suitable solvent recommended by the solder manufacturer, some slight agitation, and gentle heat, thoroughly extract the flux residues from the beaker. Decant the extraction solution through coarse filter paper, taking care that no solder escapes the beaker. Repeat the extraction procedure as necessary to remove all traces of flux residue. Evaporate the remaining solvent from the beaker by warming under a gentle stream of air until the residue in the beaker is completely dry.
- g) Weigh the beaker and melted solder metal to the nearest 0,01 g (W3).
- h) Repeat the flux residue extraction procedure until a constant final weight W3 is obtained.

8.9.4.2 Test procedure B

- a) Clean the specimen of the flux cored solder wire under test with a tissue soaked in the degreasing solvent.
- b) Using the balance weigh 30 g of the cleaned wire to the nearest 0,01 g. Place the specimen into the glycerine. Heat to (50 ± 5) °C above the liquidus temperature of the wire under test.
- c) Remove the flux from the resin flux cored wire completely. Allow the flux to cool and solidify.
- d) Remove the solidified solder pellet and wash it in water. Immerse the pellet in alcohol for approximately 5 min. Re-wash the pellet in water and allow it to dry at room temperature.

- e) Using the balance, measure the mass of the pellet to constant weight, to the nearest 0,01 g.

8.9.4.3 Evaluation

Calculate the flux content F_A of the specimen as percentage by mass for procedure A from the following formula:

$$F_A (\%) = 100 \times (W3 - W2) / W1$$

Calculate the flux content F_B of the specimen as percentage by mass for procedure B from the following formula.

$$F_B (\%) = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100 = \% \text{ (mass)}$$

where

m_1 is the mass, in g, of the flux cored solder wire used in the test;

m_2 is the mass, in g, of the solder pellet.

8.9.5 Additional information

Safety: Observe all approximate safety precautions. Consult the material safety data sheets (MSDS) for safety precautions for chemicals involved in this test method.

8.10 Test 6C10: Flux induced corrosion (copper mirror method)

8.10.1 Object

This test method is designed to determine the removal effect the flux has (if any) on the bright copper mirror film which has been vacuum deposited on clear glass.

8.10.2 Test specimen

A minimum of 100 ml of liquid flux, a representative container of solder paste, reflowed solder paste flux, extracted solder preform flux or extracted fluxcored wire.

8.10.3 Apparatus and reagents

- 0,5 l of control standard rosin flux, class A, type II, grade WW, of LLL-R-626.
- 0,5 l of reagent grade (99 % pure) propan-2-ol.
- A vacuum deposition system or the means to procure glass test panels having a copper mirror coating as described in point d) of 8.10.5 below.
- 0,5 l of reagent grade 0,5 % solution of ethylene diamine tetra acetic acid (EDTA).
- 0,5 l of reagent grade ethanol or methanol.
- 100 ml medicine bottle with dropper.
- Test cabinet capable of achieving $(23 \pm 2) ^\circ\text{C}$ and $(50 \pm 5) \%$ relative humidity.
- Glass slides.
- A relative humidity gauge with an accuracy of $\pm 2 \%$ or better, to continuously monitor the test environment. The gauge should be calibrated periodically.

8.10.4 Procedure

8.10.4.1 Preparation

- a) Preparation of control standard flux: dissolve 35 g rosin into 100 ml of reagent grade 99 % propan-2-ol and stir thoroughly.
- b) Preparation of temperature/humidity chamber: when acid or salt solutions are used, the environment shall be monitored for a minimum of 48 h prior to exposing the copper mirror test panels, to assure compliance with the (50 ± 5) % relative humidity requirement.
- c) Preparation of copper mirror test panels: apply by vacuum deposition, a film of copper metal on one surface of a flat glass sheet or clear, polished glass. Apply a uniform thickness of approximately 50 nm and assure that the finished mirror permits (10 ± 5) % transmission of normal incident light of nominal wave length of 500 nm. This may be determined using a suitable photoelectric spectrophotometer. Commercially available copper mirrors meeting the above specifications are acceptable.

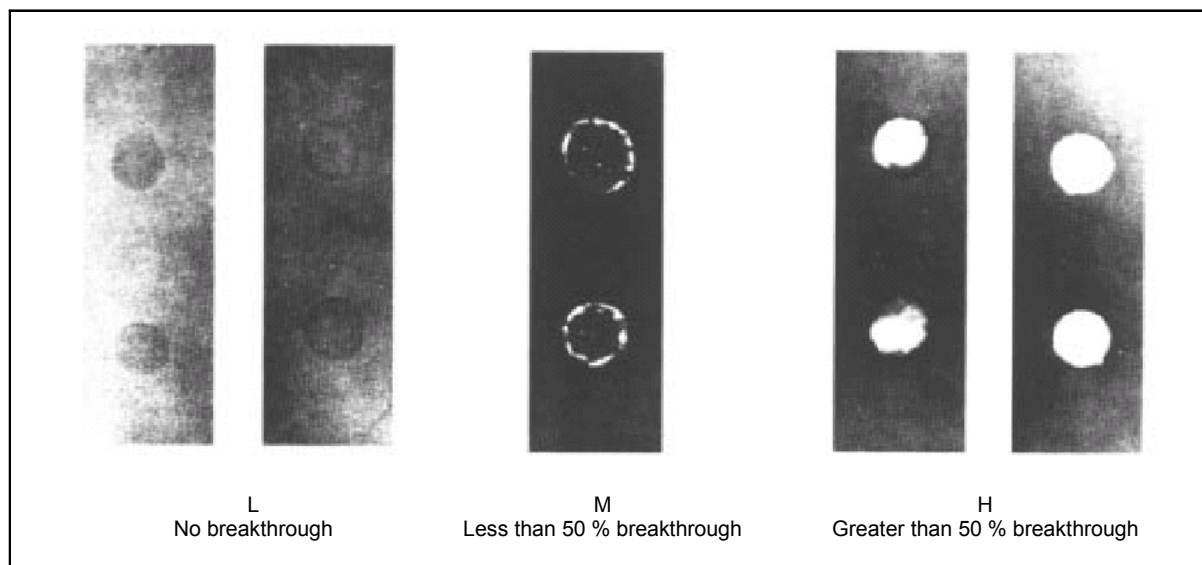
Prevent oxidation of the copper mirror by storing in a closed container which has been flushed with nitrogen. Immediately before testing, immerse the copper mirror in a 5 g/l solution of EDTA for copper oxide removal. Mirrors stored in a non-oxidizing environment, do not require cleaning with the EDTA solution prior to testing. The cleaning step shall be used if test results are in dispute. Rinse thoroughly in running water, immerse in clean ethanol or methanol and dry with clean, oil free air. Carefully examine the mirror before testing. There shall be no oxide.

8.10.4.2 Test

- a) Place the copper mirror test panel on a flat surface, mirror side up, and protect from dust and dirt at all times. Place one drop of test flux or extract to be tested (approximately 0,05 ml) on each copper mirror test panel. Do not allow the dropper to touch the test panel. Solder paste shall be applied directly to the copper mirror without scratching it; the amount of solder paste shall be approximately 0,5 mm in thickness and 8 mm in diameter. (It has been determined that significant variations from this quantity have little effect for most materials.)
- b) At the same time, place one drop of the control standard flux adjacent to the test flux. Do not allow drops to touch.
- c) Place test panels in a horizontal position in the dust-free cabinet at (23 ± 2) °C and (50 ± 5) % relative humidity for $(24 \pm 0,5)$ h.
- d) At the end of the 24 h period, remove the test panels and remove the test flux and control standard fluxes by immersion in clean propan-2-ol.

8.10.5 Evaluation

- a) Carefully examine each test panel for possible copper removal or discoloration.
- b) If there is any complete removal of the copper film as evidenced by the background showing through the glass, the test flux has failed the L category. Complete removal of the copper only around the perimeter of the drop defines the flux as M. Complete removal of the copper places the flux in the H category (see Figure 3).
- c) If the control flux fails, repeat the entire test using new copper mirror test panels.
- d) Discoloration of the copper film due to a superficial reaction or only a partial reduction of the copper film thickness is not considered as failure.
- e) A number of chemicals can cause failure of copper mirror: free halides, stronger organic and inorganic acids and free amines.



IEC 1332/06

Figure 3 – Flux type classification by copper mirror test

8.10.6 Additional information

Safety: Observe all appropriate precautions on the material safety data sheet (MSDS) for chemicals involved in this test method.

8.10.7 Reference documents

ASTM E104: Maintaining Constant Relative Humidity by means of Aqueous Solutions

LLL-R-626: Rosin, Gum, Rosin Wood and Rosin Tall Oil

Sources for prepared copper mirrors:

Evaporated Metal Films, Inc., 239 Cherry Street, Ithaca, NY 14850; 607-272-3320

H. L. Clausing Co., 8038 N. Monticello Ave., Skokie, IL, 847-676-0330.

9 M: Mechanical test methods

Under consideration.

10 E: Electrical test methods

Under consideration.

11 N: Environmental test methods

Under consideration.

12 X: Miscellaneous test methods

12.1 Test 6X01: Determination of solder powder particle size distribution – Screen method for types 1-4

12.1.1 Object

To describe a method for determining whether or not the powder in a solder paste complies with the relevant powder type.

12.1.2 Test specimen

Approximately 150 g of solder paste.

12.1.3 Equipment/apparatus

- a) Vibratory test sieving machine.
- b) Test sieves with mesh openings of 150, 75, 45, 38, 25 and 20 µm.
- c) Sieve bottom receiver and lid.
- d) Balance (scale) to within an accuracy of 0,01 g.
- e) Beaker 400 ml to 600 ml.
- f) Watch glass.
- g) Solvent.
- h) Acetone.
- i) Spatula.

12.1.4 Procedure

12.1.4.1 Preparation

Wait, if necessary, until the solder paste is at room temperature.

12.1.4.2 Test

- a) Homogenize the paste by stirring with the spatula.
- b) Weigh paste containing approximately 110 g of solder alloy into the carefully cleaned beaker.
- c) Add approximately 50 ml solvent.
- d) Stir the mixture with the spatula so that the flux in the paste can dissolve in the solvent.
- e) Cover the beaker with the watch glass.
- f) Let the beaker with the watch glass stand until the solder powder settles.
- g) Decant, carefully, as much as possible of the fluid without losing any of the solder powder.
- h) Repeat the extraction procedure five times, using 50 ml solvent for each extraction.
- i) Add approximately 50 ml acetone to the washed solder powder and stir with the spatula to assist in drying.
- j) Let the solder powder settle.
- k) Decant, carefully, as much as possible of the acetone.
- l) Repeat the acetone wash two additional times.
- m) Allow the powder to dry at room temperature until the weight is constant.

- n) Weigh the test sieves with mesh opening sizes appropriate for the type of powder being tested, and weigh the sieve bottom receiver as well. Typical sieves required are shown in Table 5.
- o) Place the sieves on the receiver with the sieve with the smallest opening on the receiver and process sequentially upwards to the largest opening screen.
- p) Weigh the powder and put this in the top sieve.
- q) Place the lid on the sieve combination and transfer this to the sieving machine.
- r) Run the machine for approximately 40 min.
- s) Reweigh the sieves and the receiver.
- t) Subtract the original weights of the sieves and the receiver to obtain the weights of powder with sizes greater than, within, and less than the nominal size range from Table 6.

12.1.4.3 Evaluation

Express the masses of the powder above, within, and below the nominal size range as percentages of the mass of the original specimen. Enter the data in Table 7.

Table 5 – Screen opening

Powder	Screen opening		
Type 1	150 µm	75 µm	20 µm
Type 2	75 µm	45 µm	20 µm
Type 3	45 µm	25 µm	20 µm
Type 4		38 µm	20 µm

Table 6 – Portions of particle sizes by weight % – nominal values

Powder	Less than 1 % larger than	80 % minimum between	10 % maximum less than
Type 1	150 µm	150 - 75 µm	20 µm
Type 2	75 µm	75 - 45 µm	20 µm
Type 3	45 µm	45 - 25 µm	20 µm
Type 4	38 µm	38 - 20 µm	20 µm

Table 7 – Powder particle size distribution record

Powder	Particle size distribution %			
Type 1	>150 µm _____%	> 75 µm _____%	> 20 µm _____%	< 20 µm _____%
Type 2	> 75 µm _____%	> 45 µm _____%	> 20 µm _____%	< 20 µm _____%
Type 3	> 45 µm _____%	> 25 µm _____%	> 20 µm _____%	< 20 µm _____%
Type 4	> 38 µm _____%	> 20 µm _____%	< 20 µm _____%	

12.2 Test 6X02: Solder powder particle size distribution – Measuring microscope method

12.2.1 Object

This test specifies a standard procedure for estimating the particle size and the particle shape of solder powder in solder pastes by microscopic methods.

12.2.2 Test specimen

1 g of solder paste.

12.2.3 Equipment/apparatus

- a) Thinner.
- b) Spatula.
- c) Beaker 30 ml.
- d) Microscope, magnification 100 times.
- e) Measuring ocular, scale division 10 μm .
- f) Microscope slides.
- g) Microscope glass cover slips.

12.2.4 Procedure

12.2.4.1 Preparation

Wait, if necessary, until the solder paste is at room temperature.

12.2.4.2 Test

- a) Homogenize the paste by stirring with the spatula.
- b) Weigh approximately 4 g of thinner.
- c) Add approximately 1 g of the solder paste.
- d) Stir with the spatula until a uniform mixture has been obtained.
- e) Apply a small drop on the microscope slide.
- f) Cover the slide with the cover slip and press gently to spread out the small drop between the glasses.
- g) Measure with the microscope the length and width of the estimated smallest and largest solder powder particles in a viewing area of approximately 50 particles. (Photographs may be used for measuring and/or reference purposes.)
- h) Estimate the principle shape of the particles as spherical or non-spherical.

12.2.4.3 Evaluation

Express the masses of the powder above, within, and below the nominal size range as percentages of the mass of the original specimen. Enter the data in Table 8.

Table 8 – Powder particle size distribution record

Powder	Particle size distribution			
	%			
Type 1	> 150 μm _____ %	> 75 μm _____ %	> 20 μm _____ %	< 20 μm _____ %
Type 2	> 75 μm _____ %	> 45 μm _____ %	> 20 μm _____ %	< 20 μm _____ %
Type 3	> 45 μm _____ %	> 25 μm _____ %	> 20 μm _____ %	< 20 μm _____ %
Type 4	> 38 μm _____ %	> 20 μm _____ %	< 20 μm _____ %	
Type 5	> 30 μm _____ %	> 15 μm _____ %	< 15 μm _____ %	
Type 6	> 15 μm _____ %	> 5 μm _____ %	< 5 μm _____ %	

12.3 Test 6X03: Solder powder particle size distribution – Optical image analyser method

12.3.1 Object

This test method is designed to determine powder particle size distribution in creams by image analysis.

12.3.2 Test specimen

10 g of solder paste.

12.3.3 Equipment/apparatus

- Thinner.
- Image analyser.
- Glass rod.
- Cover glasses.
- Glass slides.
- A stencil.

12.3.4 Procedure

12.3.4.1 Preparation

- Stencil some solder cream onto a glass slide using a stencil of 0,1 mm in thickness and with an opening of 5 mm or 6 mm diameter.
- Apply a little thinner to the solder paste and gently disperse the paste over an area about 20 mm diameter, using a glass rod. Cover with a 22 mm diameter cover glass and gently press to give a monolayer dispersion of powder particles under the cover glass.
- It is important to get a good dispersion without a lot of bubbles or particle agglomerates. If the paste you are examining has a high metal content, remove some of the stencilled paste before dispersing it. The standard stencils are suitable for 85 % – 86 % metal paste.
- Label the glass slide with the powder batch number.

12.3.4.2 Images for analysis

The next step is to put 10 or 15 images from each sample into an image directory.

- a) Start up the image analyser.
- b) Set up the microscope for appropriate illumination and select the X10 magnification.
- c) Put the slide on the microscope, focus, swing the binocular eyepiece to the left sending the light to the TV camera, and refocus on the screen.
- d) Ensure that there are no agglomerations or badly out-of-focus particles and then capture the image.
- e) Capture 10 images covering the slide in a systematic way without consciously selecting areas (other than avoiding agglomerations and areas of very low particle density).
- f) Record the number of the slide and remove from the microscope.
- g) Put the next slide on the microscope and repeat the process.
- h) When all the samples have been recovered, swing the eyepiece back and switch off the microscope.
- i) Comments
 - do not change the illumination between samples;
 - record a series of samples at the same magnification.

12.3.4.3 Image analysis

- a) When images from the required number of samples have been entered, select 'multi sample size' on the menu (or 'one sample size' for a single sample). An image in red and blue will then come up on the screen.
- b) Using the left and centre buttons on the mouse, adjust the thresholds until the red areas correspond to the particles to be measured. Selecting the right hand button allows you to vary the line on the screen where the intensity plot is measured. Adjust the top threshold so that it is about halfway down the intensity minima. Press centre and right buttons on the mouse simultaneously.
- c) You should now see a green rectangle on a grey image. If there is no rectangle, press the left hand button until one appears.
- d) A particle is measured if the top of the particle lies within the rectangle, so the size and position of the rectangle must be adjusted so that the sides are half a particle diameter from the sides of the screen, and the base of the rectangle a whole particle diameter from the bottom of the screen. The top of the rectangle should lie along the top of the screen. The middle button on the mouse swaps between 'moving' and 'growing' the rectangle. When the rectangle is set, press the right hand button on the mouse to proceed.
- e) On the keyboard that now comes up on the screen, select the number of samples being processed.
- f) On the next keyboard select the number of particles to be measured (200 for type 1-4 and 400 for type 5-6 is suggested).

12.3.4.4 Evaluation

Express the mass of powder analysed in the image analyser within the nominal size range of percentage and record the data in Table 9.

Table 9 – Powder particle size distribution record (optical analysis)

Powder	Particle size distribution %			
	> 150 µm _____ %	> 75 µm _____ %	> 20 µm _____ %	< 20 µm _____ %
Type 2	> 75 µm _____ %	> 45 µm _____ %	> 20 µm _____ %	< 20 µm _____ %
Type 3	> 45 µm _____ %	> 25 µm _____ %	> 20 µm _____ %	< 20 µm _____ %
Type 4	> 38 µm _____ %	> 20 µm _____ %	< 20 µm _____ %	
Type 5	> 30 µm _____ %	> 15 µm _____ %	< 15 µm _____ %	
Type 6	> 15 µm _____ %	> 5 µm _____ %	< 5 µm _____ %	

12.4 Test 6X04: Solder powder particle size distribution – Measuring laser diffraction method

12.4.1 Object

This test method is designed to determine powder particle size distribution in the solder paste by laser scanning method.

12.4.2 Test specimen

Approximately 100 g solder paste.

12.4.3 Equipment/apparatus

- Laser diffraction equipment.
- Balance.
- Beaker(200 ml).
- Watch glass.
- Isopropyl alcohol.
- Acetone.
- Spatula.
- Water bath.
- Heating device.

12.4.4 Preparation

Wait, if necessary, until the solder paste is at room temperature.

12.4.4.1 Test procedure

- Homogenize the paste by stirring with the spatula.
- Weigh approximately 100 g of the solder paste in a sufficiently clean beaker.
- Add isopropyl alcohol of approximately 150 ml.

- d) Heat it to the temperature of $(50 \pm 5) ^\circ\text{C}$.
- e) Mix it by using a spatula so that the flux in the paste may be solved in the solvent.
- f) Put the watch glass upon the beaker.
- g) Cool down the beaker to room temperature, and leave it until the solder powder is settled.
- h) Flow out the solution in the beaker as much as possible, paying attention so that no particles flow out.
- i) Repeat this distilling operation by isopropyl alcohol five times.
- j) Add acetone of approximately 50 ml to the powder and stir it by using a spatula.
- k) Leave it until the powders are settled.
- l) Flow out acetone carefully as much as possible.
- m) Put the beaker on the water bath, and dry the powder completely.
- n) Take the beaker out of the water bath and leave it until to the room temperature.

12.4.4.1.1 Test

Scale approximately 0,15 g of powder (a spatula of powder) from the beaker and measure the powder particle size in accordance with the directions of the laser diffraction equipment.

12.4.4.1.2 Evaluation

Express the masses of the powder above, within, and below the nominal size range as percentages of the mass of the original specimen. Enter the data in Table 10.

NOTE Record the types of laser diffraction equipment and wave length of laser to within a margin of the values given in Table 10.

Table 10 – Powder particle size distribution record

Powder	Particle size distribution in %			
	>150 μm _____ %	>75 μm _____ %	>20 μm _____ %	<20 μm _____ %
Type 1	_____ %	_____ %	_____ %	_____ %
Type 2	_____ %	_____ %	_____ %	_____ %
Type 3	_____ %	_____ %	_____ %	_____ %
Type 4	_____ %	_____ %	_____ %	
Type 5	_____ %	_____ %	_____ %	
Type 6	_____ %	_____ %	_____ %	

12.5 Test 6X05: Determination of maximum solder powder particle size

12.5.1 Object

This test method is designed to determine the maximum (average) solder particle size in a solder paste using a fineness of grind gauge.

12.5.2 Test specimen

At least 100 g of uniformly mixed solder paste.

12.5.2.1 Procedure**12.5.2.2 Equipment/apparatus**

- a) Gauge-Hegman Type CMA 185*, or equivalent. A hardened steel, stainless steel, or chrome-plated steel block approximately 175 mm in length, 65 mm in width and 13 mm thick.
- b) The top surface of the block shall be ground smooth and flat and shall contain one or two grooves 140 mm in calibrated length and 12,5 mm wide, parallel to the longer sides of the block.
- c) Each groove shall be tapered uniformly in depth lengthwise from a suitable depth (for example 50 µm to 100 µm) at 10 mm from one end to zero depth at the other with intermediate calibrations in accordance with the depth at these points.
- d) Scraper: A single- or double-edged hardened steel, stainless steel, or chrome-plated steel blade 90 mm long, 38 mm wide, and 6,4 mm thick. The edge or edges on the long sides shall be straight and rounded to a radius of approximately 0,38 mm.

12.5.2.3 Test

Use a fineness of grind gauge (Hegman) Type CMA 185 or equivalent to determine the maximum and average particle size of the powder.

12.5.3 Evaluation

Acceptance of each type of powder shall be based on the specifications listed in Table 11 and the results entered in Table 12.

Table 11 – Acceptance of powders by particle sizes

Powder type	1st	4th	Major
Type 1	160 µm	150 µm	140 µm
Type 2	80 µm	75 µm	65 µm
Type 3	50 µm	45 µm	40 µm
Type 4	40 µm	38 µm	35 µm
Type 5	30 µm	25 µm	23 µm
Type 6	20 µm	15 µm	15 µm

Table 12 – Test report on solder paste

Enter the appropriate information in the top portion of the report and complete the report by entering the test results or checkmarks in the appropriate spaces.

___ Inspection purpose: _____ QPL I.D. number: _____
 ___ Qualification: _____ Manufacturer's identification: _____
 ___ Quality conformance by lot: _____ Manufacturer's batch number: _____
 ___ Quality conformance by time: _____ Date of manufacture: _____
 ___ Shelf-life extension: _____ Original use-by date: _____
 ___ Performance: _____ Revised use-by date: _____
 Date inspection completed: _____ Overall results: ___ Pass ___ Fail
 Inspection performed by: _____ Witnessed by: _____

Inspections	User's actual requirement	Test result	P/F*	Tested by and date
Material				
Visual				
Metal content				
Viscosity				
Solder ball				
Slump				
Alloy				
Flux				
Powder particle size				
% in top screen				
% in next screen				
% in bottom screen				
% in receiver bottom				
Max. powder particle size				
Powder shape				
Tack				
Wetting				
* P/F = PASS/FAIL; enter P if test results are within tolerance of actual requirement; otherwise, enter F.				

12.5.4 Reference documents

ASTM D-1210-79 Fineness of Dispersion of Pigment-Vehicle Systems

*Source: Precision Gage & Tool Co. 375 Gargrave Road., Dayton, Ohio 45449 (937) 866-9666

12.6 Test 6X06: Solder paste metal content by weight

12.6.1 Object

This procedure determines the percent metal content for solder paste.

12.6.2 Test specimen

50 g of solder paste.

12.6.3 Equipment/apparatus

- a) Balance.
- b) Crucible or beaker.
- c) Heat source.
- d) Flux solvent.

12.6.4 Procedure

12.6.4.1 Preparation

Weigh 10 g to 50 g (to the nearest 0,01 g) of solder paste into a tared vessel suitable for melting the solder paste.

12.6.4.2 Test

- a) Melt the solder at approximately 25 °C above liquidus of the alloy, remove from heat and allow solder to solidify.
- b) Extract residual flux from the melt with a suitable solvent, dry and weigh metal to within 0,01 g to determine the percentage of metal content.

12.6.4.3 Evaluation

The metal content of the solder paste shall be calculated as percentage by mass by the following formula:

$$C_{\text{met}}(\%) = \frac{W_2}{W_1} \times 100$$

where

C_{met} is the metal content;

W_1 is the weight of solder paste used for the test; and

W_2 is the weight of the metal, free from flux.

Enter the results in Table 13.

Table 13 – Test report on solder paste

Enter the appropriate information in the top portion of the report and complete the report by entering the test results or checkmarks in the appropriate spaces.

___ Inspection purpose: _____ QPL I.D. number: _____
 ___ Qualification: _____ Manufacturer's identification: _____
 ___ Quality conformance per lot: _____ Manufacturer's batch number: _____
 ___ Quality conformance per time: _____ Date of manufacture: _____
 ___ Shelf-life extension: _____ Original use-by date: _____
 ___ Performance: _____ Revised use-by date: _____
 Date inspection completed: _____ Overall results: ___ Pass ___ Fail
 Inspection performed by: _____ Witnessed by: _____

Inspections	User's actual requirement	Test result	P/F*	Tested by and date
Material				
Visual				
Metal content				
Viscosity				
Solder ball				
Slump				
Alloy				
Flux				
Powder particle size				
% In top screen				
% In next screen				
% In bottom screen				
% In receiver bottom				
Max. powder particle size				
Powder shape				
Tack				
Wetting				
* P/F = PASS/FAIL; enter P if test results are within tolerance of actual requirement; otherwise, enter F.				

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS.....	44
INTRODUCTION.....	46
1 Domaine d'application	47
2 Références normatives.....	47
3 Exactitude, précision et résolution	47
3.1 Exactitude	48
3.2 Précision	48
3.3 Résolution	49
3.4 Rapport	49
3.5 Distribution "t" de Student	49
3.6 Limites d'incertitude suggérées	50
4 Catalogue des méthodes d'essai approuvées	51
5 P: Méthodes d'essai de préparation/conditionnement	51
6 V: Méthodes d'essai visuel	51
7 D: Méthodes d'essai dimensionnel.....	51
8 C: Méthodes d'essai chimique	51
8.1 Essai 6C01: Détermination de l'indice d'acide du flux pour brasage tendre liquide – Méthodes de titrage potentiométrique et visuel.....	51
8.2 Essai 6C02: Détermination des halogénures dans les flux, méthode du chromate d'argent	54
8.3 Essai 6C03: Teneur en matière sèche, flux	56
8.4 Essai 6C04: Détermination quantitative de la teneur en halogénure des flux (chlorure et bromure).....	57
8.5 Essai 6C05: Analyse qualitative des fluorures et des flux par essai à la goutte.....	62
8.6 Essai 6C06: Détermination quantitative de la concentration de fluorure dans le flux	63
8.7 Essai 6C07: Indice d'acide de la colophane.....	66
8.8 Essai 6C08: Densité.....	66
8.9 Essai 6C09: Détermination du pourcentage de flux sur/dans le fil d'apport enrobé de fondant et/ou fourré	67
8.10 Essai 6C10: Corrosion induite par le flux (méthode du miroir de cuivre)	69
9 M: Méthodes d'essai mécanique.....	71
10 E: Méthodes d'essai électrique	71
11 N: Méthodes d'essai environnemental	71
12 X: Méthodes d'essai divers	72
12.1 Essai 6X01: Détermination de la répartition granulométrique de la poudre à braser – Méthode de l'écran pour les types 1 à 4	72
12.2 Essai 6X02: Répartition granulométrique de la poudre à braser – Méthode au microscope de mesure	74
12.3 Essai 6X03: Répartition granulométrique de la poudre à braser – Méthode de l'analyseur d'image optique	75
12.4 Essai 6X04: Répartition granulométrique de la poudre à braser – Méthode de mesure de diffraction laser	77
12.5 Essai 6X05: Détermination de la granulométrie maximale de la poudre	79
12.6 Essai 6X06: Teneur en métal de la pâte à braser en poids	82

Figure 1 – Résultats de l'essai aux chlorures et/ou bromures.....	56
Figure 2 – Appareils d'essai de densité (lecture de l'hydromètre).....	67
Figure 3 – Classification du type de flux par essai du miroir de cuivre.....	71
Tableau 1 – Distribution " t " de Student	50
Tableau 2 – Relation entre la teneur en halogénure et la masse de l'éprouvette	61
Tableau 3 – Rapport de mélange taille de l'éprouvette/quantité d'eau	64
Tableau 4 – Taille de l'éprouvette par rapport au mélange de chloroforme	64
Tableau 5 – Maillage	73
Tableau 6 – Parties des dimensions de particules par % en poids – valeurs nominales	73
Tableau 7 – Enregistrement de la répartition granulométrique de la poudre	74
Tableau 8 – Enregistrement de la répartition granulométrique de la poudre	75
Tableau 9 – Enregistrement de la répartition granulométrique de la poudre (analyse optique)	77
Tableau 10 – Enregistrement de la répartition granulométrique de la poudre	79
Tableau 11 – Acceptation des poudres par tailles de particule	80
Tableau 12 – Rapport d'essai sur la pâte à braser	81
Tableau 13 – Rapport d'essai sur la pâte à braser	83

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

MÉTHODES D'ESSAI POUR LES MATÉRIAUX ÉLECTRIQUES, LES STRUCTURES D'INTERCONNEXION ET LES ENSEMBLES –

Partie 6: Méthodes d'essai des matériaux utilisés dans la fabrication des assemblages électroniques

AVANT-PROPOS

- 1) La Commission Electrotechnique Internationale (CEI) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de la CEI). La CEI a pour objet de favoriser la coopération internationale pour toutes les questions de normalisation dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. A cet effet, la CEI – entre autres activités – publie des Normes internationales, des Spécifications techniques, des Rapports techniques, des Spécifications accessibles au public (PAS) et des Guides (ci-après dénommés "Publication(s) de la CEI"). Leur élaboration est confiée à des comités d'études, aux travaux desquels tout Comité national intéressé par le sujet traité peut participer. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec la CEI, participent également aux travaux. La CEI collabore étroitement avec l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO), selon des conditions fixées par accord entre les deux organisations.
- 2) Les décisions ou accords officiels de la CEI concernant les questions techniques représentent, dans la mesure du possible, un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux de la CEI intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les Publications de la CEI se présentent sous la forme de recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux de la CEI. Tous les efforts raisonnables sont entrepris afin que la CEI s'assure de l'exactitude du contenu technique de ses publications; la CEI ne peut pas être tenue responsable de l'éventuelle mauvaise utilisation ou interprétation qui en est faite par un quelconque utilisateur final.
- 4) Dans le but d'encourager l'uniformité internationale, les Comités nationaux de la CEI s'engagent, dans toute la mesure possible, à appliquer de façon transparente les Publications de la CEI dans leurs publications nationales et régionales. Toutes divergences entre toutes Publications de la CEI et toutes publications nationales ou régionales correspondantes doivent être indiquées en termes clairs dans ces dernières.
- 5) La CEI n'a prévu aucune procédure de marquage valant indication d'approbation et n'engage pas sa responsabilité pour les équipements déclarés conformes à une de ses Publications.
- 6) Tous les utilisateurs doivent s'assurer qu'ils sont en possession de la dernière édition de cette publication.
- 7) Aucune responsabilité ne doit être imputée à la CEI, à ses administrateurs, employés, auxiliaires ou mandataires, y compris ses experts particuliers et les membres de ses comités d'études et des Comités nationaux de la CEI, pour tout préjudice causé en cas de dommages corporels et matériels, ou de tout autre dommage de quelque nature que ce soit, directe ou indirecte, ou pour supporter les coûts (y compris les frais de justice) et les dépenses découlant de la publication ou de l'utilisation de cette Publication de la CEI ou de toute autre Publication de la CEI, ou au crédit qui lui est accordé.
- 8) L'attention est attirée sur les références normatives citées dans cette publication. L'utilisation de publications référencées est obligatoire pour une application correcte de la présente publication.
- 9) L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments de la présente Publication de la CEI peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. La CEI ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et de ne pas avoir signalé leur existence.

La Norme internationale CEI 61189-6 a été établie par le comité d'études 91 de la CEI: Techniques d'assemblage des composants électroniques.

La présente version bilingue, publiée en 2008-05, correspond à la version anglaise.

Le texte anglais de cette norme est issu des documents 91/593/FDIS et 91/610/RVD.

Le rapport de vote 91/610/RVD donne toute information sur le vote ayant abouti à l'approbation de cette norme.

La version française de cette norme n'a pas été soumise au vote.

Cette publication a été rédigée selon les Directives ISO/CEI, Partie 2.

Il convient d'utiliser la présente norme conjointement avec les parties suivantes de la CEI 61189, sous le titre principal *Méthodes d'essai pour les matériaux électriques, les structures d'interconnexion et les ensembles*:

- Partie 1: Méthodes d'essai générales et méthodologie
- Partie 2: Test methods for materials for interconnection structures
- Partie 3: Test methods for interconnection structures (printed boards)
- Partie 4: Test methods for electronic components assembling characteristics (à l'étude)
- Partie 5: Méthodes d'essai des assemblages de cartes à circuit imprimé

et avec la norme suivante:

CEI 60068 série: Essais d'environnement

Le comité a décidé que le contenu de cette publication ne sera pas modifié avant la date de maintenance indiquée sur le site Web de la CEI sous <http://webstore.iec.ch> dans les données relatives à la publication recherchée. A cette date, la publication sera

- reconduite;
- supprimée;
- remplacée par une édition révisée, ou
- amendée.

INTRODUCTION

La CEI 61189 porte sur les méthodes d'essai des cartes imprimées et des assemblages de cartes à circuit imprimé, ainsi que sur la solidité des matériaux ou composants associés, quelle que soit leur méthode de fabrication.

La CEI 61189 est divisée en parties distinctes, contenant des informations destinées au concepteur et la méthodologie d'essai destinée aux ingénieurs et techniciens. Chaque partie met l'accent sur un élément particulier. Les méthodes sont regroupées en fonction de leur application et numérotées de manière séquentielle au fur et à mesure de leur développement et publication.

Dans certains cas, les méthodes d'essai développées par d'autres comités d'études (le TC 104, par exemple) ont été reproduites à partir de normes CEI existantes afin de proposer au lecteur un ensemble exhaustif de méthodes d'essai. Dans ce cas, cela est indiqué dans la méthode d'essai spécifique. Si la méthode d'essai reproduite comporte quelques révisions mineures, les paragraphes modifiés sont identifiés.

La présente partie de la CEI 61189 contient les méthodes d'essai d'évaluation des matériaux utilisés dans la fabrication des assemblages électroniques. Les méthodes sont indépendantes et contiennent des détails et une description suffisants pour atteindre l'uniformité et la reproductibilité des modes opératoires et des méthodologies d'essai.

Les essais abordés dans la présente norme sont regroupés en fonction des principes suivants:

- P: méthodes de préparation/conditionnement
- V: méthodes d'essai visuel
- D: méthodes d'essai dimensionnel
- C: méthodes d'essai chimique
- M: méthodes d'essai mécanique
- E: méthodes d'essai électrique
- N: méthodes d'essai environnemental
- X: méthodes d'essai divers

Pour faciliter la référence aux essais, maintenir la cohérence de la présentation et envisager les développements à venir, chaque essai est identifié par un numéro (attribué de manière séquentielle) ajouté à la lettre du préfixe (code de groupe) indiquant le groupe auquel appartient la méthode d'essai.

Les numéros de méthode d'essai n'ont pas de signification particulière quant à une éventuelle séquence d'essais. Cette responsabilité appartient à la spécification pertinente qui nécessite la réalisation de la méthode. Dans la plupart des cas, la spécification pertinente décrit également les critères de réussite/d'échec.

Les combinaisons de lettre et de numéro sont indiquées à titre de référence que la spécification pertinente va utiliser. Ainsi, "6C02" représente la deuxième méthode d'essai chimique décrite dans la partie 6 de la CEI 61189. Dans cet exemple, 6 est la partie de la norme CEI (61189-6), C est le groupe des méthodes et 02 est le numéro d'essai.

MÉTHODES D'ESSAI POUR LES MATÉRIAUX ÉLECTRIQUES, LES STRUCTURES D'INTERCONNEXION ET LES ENSEMBLES –

Partie 6: Méthodes d'essai des matériaux utilisés dans la fabrication des assemblages électroniques

1 Domaine d'application

La présente partie de la CEI 61189 est un catalogue de méthodes d'essai représentant les méthodologies et modes opératoires applicables aux matériaux utilisés dans la fabrication des assemblages électroniques.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

CEI 60068-1:1988, *Essai d'environnement – Partie 1: Généralités et conseils*

CEI 61189-1, *Méthodes d'essai pour les matériaux électriques, les structures d'interconnexion et les ensembles – Partie 1: Méthodes d'essai générales et méthodologie*

CEI 61190-1-1, *Matériaux de fixation pour les assemblages électroniques – Partie 1-1: Exigences relatives aux flux de brasage pour les interconnexions de haute qualité dans les assemblages de composants électroniques*

CEI 61190-1-3, *Matériaux de fixation pour les assemblages électroniques – Partie 1-3: Exigences relatives aux alliages à braser de catégorie électronique et brasures solides fluxées et non fluxées pour les applications de brasage électronique*

ISO 9001, *Systèmes de management de la qualité – Exigences*

ISO 9455 (toutes les parties), *Flux de brasage tendre – Méthodes d'essai*

3 Exactitude, précision et résolution

Les erreurs et incertitudes sont inhérentes à tous les processus de mesure. Les informations données ci-dessous permettent d'évaluer correctement la quantité d'erreurs et d'incertitudes à prendre en compte.

Les données d'essai servent un certain nombre d'objectifs, parmi lesquels:

- la surveillance d'un processus;
- l'amélioration du niveau de confiance en matière de conformité à la qualité;
- l'arbitrage entre le client et le fournisseur.

Dans chacune de ces circonstances, il est essentiel de placer les données d'essai à un certain niveau de confiance en termes de

- exactitude; étalonnage des appareils et/ou du système d'essai;
- précision; répétabilité et incertitude de la mesure;

- résolution; commodité des appareils et/ou du système d'essai;

3.1 Exactitude

Le régime d'étalonnage des appareils d'essai doit être clairement indiqué dans la documentation qualité du fournisseur ou de l'agence procédant aux essais et doit répondre aux exigences de l'ISO 9001.

L'étalonnage doit être réalisé par une agence ayant obtenu une accréditation auprès d'un institut national ou international de normalisation des mesures. Il convient de mettre en place une chaîne d'étalonnage ininterrompue conforme aux normes nationales ou internationales.

S'il n'est pas possible de procéder à un étalonnage conformément aux normes nationales ou internationales, des techniques "d'essais inter-laboratoires" peuvent être utilisées et documentées pour accroître le niveau de confiance en matière d'exactitude de mesure.

En principe, l'étalonnage doit avoir lieu tous les ans. Cependant, les appareils qui n'entrent systématiquement pas dans les limites acceptables d'exactitude doivent faire l'objet d'étalonnages plus réguliers. Les appareils se trouvant systématiquement dans les limites acceptables peuvent faire l'objet d'étalonnages moins fréquents.

Un enregistrement de l'étalonnage et de l'historique de maintenance doit être prévu pour chaque appareil. Il convient que ces enregistrements précisent l'incertitude de la technique d'étalonnage (écart exprimé en $\pm$ %) de manière à pouvoir rassembler et déterminer les incertitudes de mesure.

Un mode opératoire doit être mis en œuvre pour résoudre toutes les situations dans lesquelles un appareil se trouve hors des limites d'étalonnage.

3.2 Précision

Le budget d'incertitude de toutes les techniques de mesure est composé d'incertitudes systématiques et aléatoires. Toutes les estimations doivent reposer sur un seul niveau de confiance, le niveau minimum étant de 95 %.

D'une manière générale, les incertitudes systématiques prédominent et incluent toutes les incertitudes ne faisant pas l'objet de fluctuation aléatoire. Il s'agit:

- des incertitudes d'étalonnage;
- des erreurs dues à l'utilisation d'un appareil dans des conditions différentes de celles dans lesquelles il a été étalonné;
- des erreurs de graduation d'échelle d'un appareil de mesure analogique (erreur de forme d'échelle).

Les incertitudes aléatoires proviennent de diverses sources, mais elles peuvent être déduites par la mesure répétée d'un élément normalisé. Par conséquent, il n'est pas nécessaire d'isoler les apports individuels. Il peut s'agir:

- de fluctuations aléatoires, comme celles dues à la variation d'un paramètre d'influence. D'une manière générale, les modifications des conditions atmosphériques réduisent la répétabilité d'une mesure;
- de l'incertitude de discrimination, comme par exemple, la définition d'un pointeur vers un trait de repère ou l'interpolation entre graduations d'une échelle analogique.

Regroupement des incertitudes: l'addition géométrique (somme des carrés) des incertitudes peut être utilisée dans la plupart des cas. L'erreur d'interpolation est en principe ajoutée séparément et peut être acceptée à hauteur de 20 % de la différence entre les graduations les plus fines de l'échelle de l'appareil:

$$U_t = \pm \sqrt{(U_s^2 + U_r^2)} + U_i$$

où

U_t est l'incertitude totale;

U_s est l'incertitude systématique;

U_r est l'incertitude aléatoire;

U_i est l'erreur d'interpolation.

Détermination des incertitudes aléatoires: l'incertitude aléatoire peut être déterminée par mesure répétée d'un paramètre et traitement statistique subséquent des données mesurées. La technique suppose que les données produisent une répartition normale (gaussienne):

$$U_r = \frac{t \times \sigma}{\sqrt{n}}$$

où

U_r est l'incertitude aléatoire;

n est la taille de l'éprouvette;

t est le point de pourcentage de distribution "t" de 3.5, tables statistiques;

σ est l'écart-type (σ_{n-1}).

3.3 Résolution

Il est très important que l'appareil d'essai utilisé offre une résolution suffisante. Il convient que les systèmes de mesure utilisés soient en mesure de résoudre 10 % (ou plus) de la tolérance de limite d'essai.

Il est accepté que certaines technologies limitent physiquement la résolution (la résolution optique, par exemple).

3.4 Rapport

Outre les exigences détaillées dans la spécification d'essai, le rapport doit détailler:

- a) la méthode d'essai utilisée;
- b) l'identité de la/des éprouvettes(s);
- c) l'appareillage d'essai;
- d) la/les limite(s) spécifiée(s);
- e) une estimation de l'incertitude de mesure et de la/des limite(s) d'application qui en résulte(nt) pour l'essai;
- f) les résultats d'essai détaillés;
- g) la date de l'essai et la signature des opérateurs.

3.5 Distribution "t" de Student

Le Tableau 1 donne les valeurs du facteur "t" pour des niveaux de confiance de 95 % et 99 %, en fonction du nombre de mesures. La limite de 95 % est suffisante, comme dans le cas des exemples indiqués dans l'Annexe A de la CEI 61189-1.

Tableau 1 – Distribution "t" de Student

Taille de l'éprouvette	Valeur t 95 %	Valeur t 99 %		Taille de l'éprouvette	Valeur t 95 %	Valeur t 99 %
2	12,7	63,7		14	2,16	3,01
3	4,3	9,92		15	2,14	2,98
4	3,18	5,84		16	2,13	2,95
5	2,78	4,6		17	2,12	2,92
6	2,57	4,03		18	2,11	2,9
7	2,45	3,71		19	2,1	2,88
8	2,36	3,5		20	2,09	2,86
9	2,31	3,36		21	2,08	2,83
10	2,26	3,25		22	2,075	2,82
11	2,23	3,17		23	2,07	2,81
12	2,2	3,11		24	2,065	2,8
13	2,18	3,05		25	2,06	2,79

3.6 Limites d'incertitude suggérées

Les incertitudes cibles suivantes sont suggérées:

- a) tension < 1 kV: $\pm 1,5 \%$
- b) tension < 1 kV: $\pm 2,5 \%$
- c) courant < 20 A: $\pm 1,5 \%$
- d) courant > 20 A: $\pm 2,5 \%$

Résistance

- e) masse et continuité: $\pm 10 \%$
- f) isolation: $\pm 10 \%$
- g) fréquence: $\pm 0,2 \%$

Durée

- h) intervalle < 60 s: $\pm 1 \text{ s}$
- i) intervalle > 60 s: $\pm 2 \%$
- j) masse < 10 g: $\pm 0,5 \%$
- k) masse (10 – 100) g: $\pm 1 \%$
- l) masse > 100 g: $\pm 2 \%$
- m) force: $\pm 2 \%$
- n) dimension < 25 mm: $\pm 0,5 \%$
- o) dimension > 25 mm: $\pm 0,1 \text{ mm}$
- p) température < 100 °C: $\pm 1,5 \%$
- q) température > 100 °C: $\pm 3,5 \%$
- r) humidité (30 – 75) % HR: $\pm 5 \%$ HR

Épaisseurs du revêtement métallique

- s) méthode de rétrodiffusion: $\pm 10 \%$
- t) microsection: ± 2 microns
- u) contamination ionique: $\pm 10 \%$

4 Catalogue des méthodes d'essai approuvées

La présente norme propose des méthodes d'essai particulières détaillées pouvant être mises en œuvre avec un référencement croisé minimal vers d'autres modes opératoires spécifiques. Les méthodes utilisent des expositions de conditionnement génériques par référence, par exemple, à celles décrites dans les CEI 61189-1 et CEI 60068-1 et sont, le cas échéant, une partie obligatoire de la norme de méthode d'essai.

Un titre, un numéro et un état de la révision sont attribués à chaque méthode en vue de faciliter les mises à jour et l'amélioration des méthodes, au fur et à mesure de l'évolution des exigences de l'industrie ou des nouvelles méthodologies. Les méthodes sont organisées en groupes de méthodes d'essai et en essais individuels.

5 P: Méthodes d'essai de préparation/conditionnement

A l'étude.

6 V: Méthodes d'essai visuel

A l'étude.

7 D: Méthodes d'essai dimensionnel

A l'étude.

8 C: Méthodes d'essai chimique

8.1 Essai 6C01: Détermination de l'indice d'acide du flux pour brasage tendre liquide – Méthodes de titrage potentiométrique et visuel

8.1.1 Objet

Cette méthode d'essai spécifie deux méthodes permettant de déterminer l'indice d'acide d'un flux de type L, M ou H.

La méthode A est une méthode de titrage potentiométrique et doit être considérée comme la méthode de référence.

La méthode B est une méthode de titrage alternative de point de virage visuel.

Voir l'ISO 9455 en référence.

8.1.2 Éprouvette

Au moins 2,0 g de flux liquide, 10 g de pâte à braser, 150 g de fil d'apport ou 10 g de préforme de soudure.

8.1.3 Appareils et réactifs

8.1.3.1 Généralités

- a) Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et uniquement de l'eau distillée ou déionisée.
- b) Appareils de laboratoire habituels.
- c) La lettre "M" représente la molarité d'une solution, qui est calculée en divisant les moles de soluté par les litres de solution, c'est-à-dire qu'un mole de sucre (environ 342,3 g) mélangé à un litre d'eau est égal à 1,00 M (1,00 mol/l).

8.1.3.2 Méthode de titrage potentiométrique (Méthode A)

- a) Ammoniaque tétrabutyle. 0,1 M (0,1 mol/l). Utiliser une solution normalisée disponible dans le commerce ou une solution préparée à partir d'une solution normalisée concentrée disponible dans le commerce par dilution avec de l'alcool isopropylique. Normaliser cette solution par rapport à une quantité précisément pesée d'acide benzoïque (environ 0,5 g) dissoute dans du diméthylformamide, préalablement neutralisé au bleu de thymol.
- b) Alcool isopropylique: neutralisé avec une solution d'ammoniaque tétrabutyle pour obtenir une couleur rose pâle à l'aide de phénolphtaléine comme indicateur.
- c) Éthanol à 96 % en volume: neutralisé avec une solution d'ammoniaque tétrabutyle pour obtenir une couleur rose pâle à l'aide de phénolphtaléine comme indicateur.
- d) Toluène: neutralisé avec une solution d'ammoniaque tétrabutyle pour obtenir une couleur rose pâle à l'aide de phénolphtaléine comme indicateur.
- e) Mélange d'éthanol et de toluène: mélanger des volumes égaux d'éthanol à 96 % en volume et de toluène.
- f) Millivoltmètre ou pH-mètre.
- g) Électrode de verre.
- h) Électrode au calomel saturé ou en chlorure d'argent/argent.
- i) Agitateur magnétique ou mécanique à vitesse variable.

8.1.3.3 Titrage avec point de virage visuel (Méthode B)

- a) Éthanol à 96 % en volume: neutralisé avec de l'hydroxyde de potassium, 0,1 M dans l'alcool, pour obtenir une couleur rose pâle à l'aide de phénolphtaléine comme indicateur.
- b) Toluène: neutralisé avec de l'hydroxyde de potassium, 0,1 M dans l'alcool, pour obtenir une couleur rose pâle à l'aide de phénolphtaléine comme indicateur.
- c) Mélange d'éthanol et de toluène: mélanger des volumes égaux d'éthanol à 96 % en volume et de toluène.
- d) Alcool isopropylique: neutralisé avec de l'hydroxyde de potassium, 0,1 M dans l'alcool, pour obtenir une couleur rose pâle à l'aide de phénolphtaléine comme indicateur.
- e) Solution d'hydroxyde de potassium: 0,1 M dans l'alcool. Utiliser une solution normalisée disponible dans le commerce ou une solution préparée à partir d'une solution normalisée concentrée disponible dans le commerce par dilution avec de l'éthanol. Normaliser cette solution par rapport à une quantité précisément pesée d'acide benzoïque (environ 0,5 g) dissoute dans l'éthanol.
- f) Solution d'indicateur au phénolphtaléine: Ajouter 1 g de phénolphtaléine dans environ 50 ml de méthanol, puis mélanger. Après dissolution, diluer dans 100 ml avec du méthanol, puis mélanger.

8.1.4 Modes opératoires

8.1.4.1 Titrage potentiométrique (Méthode A)

- a) Par des expériences préliminaires, déterminer si l'éprouvette est soluble dans l'alcool isopropylique, l'éthanol à 96 % en volume, le toluène ou le mélange éthanol/toluène. Si elle n'est pas totalement soluble dans ces solvants, sélectionner celui dans lequel elle semble être la plus soluble. Si le degré de solubilité est égal dans les quatre solvants, choisir l'alcool isopropylique.
- b) Suivre le mode opératoire suivant, en trois exemplaires, sur l'éprouvette de flux.
- c) Peser, au 0,001 g, 2,0 g à 5,0 g de l'éprouvette de flux liquide en prenant les mesures nécessaires pour éviter la perte de matière volatile lors de la pesée. L'éprouvette aux dimensions les plus importantes est requise pour les flux solides très bas. Transférer l'éprouvette pesée dans un bécher forme basse 250 ml.
- d) Diluer l'éprouvette à 100 ml avec de l'alcool isopropylique ou le solvant sélectionné, selon les caractéristiques de solubilité du flux. Couvrir avec un verre de montre, puis dissoudre le flux en l'agitant doucement.
- e) Placer le bécher sur le support de l'appareil de titrage avec les électrodes, l'agitateur et la burette en position. Régler la vitesse de l'agitateur pour remuer vigoureusement sans éclaboussures. Titrer avec la solution d'ammoniaque tétrabutyle, en ajoutant des portions de 1 ml et en enregistrant les lectures du pH-mètre ou du mV-mètre après chaque ajout. Au fur et à mesure de l'approche du point de virage, réduire les ajouts de solution titrée à 0,1 ml, puis poursuivre le titrage passé le point de virage.
- f) Relever le pH ou les valeurs potentielles en fonction du volume de solution titrée ajoutée pour obtenir la courbe de titrage. Le point d'inflexion de la courbe correspond au point de virage du titrage.
- g) Procéder à un essai à blanc à l'aide de tous les réactifs à titre de comparaison.

8.1.4.2 Titrage visuel (Méthode B)

- a) Par des expériences préliminaires, déterminer si l'éprouvette est soluble dans l'alcool isopropylique, l'éthanol à 96 % en volume, le toluène ou le mélange éthanol/toluène. Si elle n'est pas totalement soluble dans ces solvants, sélectionner celui dans lequel elle semble être la plus soluble. Si le degré de solubilité est égal dans les quatre solvants, choisir l'éthanol.
- b) Suivre le mode opératoire suivant, en trois exemplaires, sur l'éprouvette de flux.
- c) Peser, au 0,001 g près, une quantité suffisante d'éprouvette de flux pour correspondre à environ 1 g de matière non volatile avec la méthode d'essai 6C03, en prenant les mesures nécessaires, dans le cas des éprouvettes de flux liquide, pour éviter la perte de matière volatile lors de la pesée.
- d) Transférer l'éprouvette pesée dans un flacon ou un bécher adapté, puis ajouter 100 ml du solvant sélectionné. Agiter pour dissoudre l'éprouvette autant que possible. Ne pas chauffer.
- e) Ajouter 3 gouttes d'indicateur de phénolphthaléine, puis titrer avec l'hydroxyde de potassium (8.1.3.3) jusqu'à ce qu'une couleur rose pâle persiste dans toute la solution titrée pendant 15 s.
- f) Procéder à un essai à blanc à l'aide de tous les réactifs à titre de comparaison.

8.1.4.3 Calcul des résultats

- a) L'indice d'acide est exprimé en milligrammes d'hydroxyde de potassium par gramme de matière non volatile, quel que soit l'alcali utilisé pour procéder au titrage.
- b) L'indice d'acide (exprimé en milligrammes d'hydroxyde de potassium par gramme de matière non volatile) est donné par:

$$\frac{56,11VM}{mS}$$

où

V est le volume, en ml, d'alcali utilisé (solution d'ammoniaque tétrabutyle pour la méthode A, hydroxyde de potassium pour la méthode B);

M est la molarité de l'alcali utilisé;

m est la masse, en grammes, de l'éprouvette prélevée;

S est le pourcentage de matière non volatile déterminé dans la méthode d'essai 6C03 de la présente norme.

L'indice d'acide (exprimé en milligrammes d'hydroxyde de potassium par gramme de flux) est donné par:

$$\frac{56,11VM}{m}$$

L'indice d'acide du flux soumis à essai est calculé comme la moyenne des résultats obtenus sur chacune des trois éprouvettes.

8.1.5 Information supplémentaire

Sécurité: il convient que l'opérateur soit formé et conscient des risques inhérents aux produits chimiques utilisés et analysés. Il convient d'utiliser des équipements de protection individuelle adaptés (des lunettes de sécurité, des gants et un tablier, par exemple) et de prévoir une ventilation adéquate.

8.2 Essai 6C02: Détermination des halogénures dans les flux, méthode du chromate d'argent

8.2.1 Objet

Cette méthode d'essai a pour objet de déterminer la présence de chlorures et de bromures dans le flux pour brasage tendre par examen visuel après placement du flux sur du papier réactif.

8.2.2 Éprouvette

L'éprouvette doit être composée d'au moins 100 ml de flux liquide, d'un conteneur représentatif de pâte à braser, de flux en pâte pour le brasage par refusion, de flux de préforme de brasure extrait ou de fil d'apport fourré pour brasage tendre.

8.2.3 Appareils et réactifs

- Six morceaux de papier réactif au chromate d'argent de 51 mm × 51 mm.
- 0,25 l de réactif pur (de pureté élevée, sans pollution) d'alcool isopropylique.

8.2.4 Mode opératoire

8.2.4.1 Préparation

- Le papier au chromate d'argent est extrêmement sensible à la lumière et doit être stocké dans un conteneur fermé, à l'abri de toute source lumineuse jusqu'à son utilisation dans le cadre de l'essai.

- b) Pour éviter toute pollution, le papier doit être manipulé avec des pinces brucelles et ne doit jamais être touché à mains nues.

8.2.4.2 Essai pour la solution de flux liquide ou d'extrait de flux

- a) Déposer une goutte de flux d'essai ou d'extrait de flux (environ 0,05 ml) sur chaque morceau de papier réactif au chromate d'argent. Laisser la goutte sur chaque papier réactif pendant au moins 15 s.
- b) Passé ce délai de 15 s, plonger immédiatement chaque papier réactif dans de l'alcool isopropylique propre pour éliminer les matières organiques résiduelles.
- c) Laisser sécher le papier réactif pendant 10 min, puis examiner le changement de couleur.

8.2.4.3 Essai pour le flux en pâte ou le flux de pâte à braser tel qu'obtenu du fournisseur

- a) Nettoyer une lame porte-objet en verre avec de l'alcool isopropylique et sécher à l'air.
- b) Humidifier un morceau de papier réactif au chromate d'argent de taille adaptée avec de l'eau déionisée.
- c) Appliquer le papier mouillé sur le porte-objet en verre, puis éliminer l'excédent d'eau avec du papier buvard.
- d) A l'aide d'une spatule, appliquer une fine couche de flux en pâte ou de flux de pâte à braser directement sur le papier réactif humide.
- e) Laisser le flux en pâte ou le flux de pâte à braser en contact avec le papier pendant 1 min, puis retirer le flux avec de l'alcool isopropylique sans toucher le papier.

8.2.5 Évaluation

Examiner attentivement chaque feuille échantillon pour détecter un changement de couleur. Une couleur blanchâtre ou jaunâtre indique la présence de chlorures ou de bromures (voir la Figure 1).

Interférences:

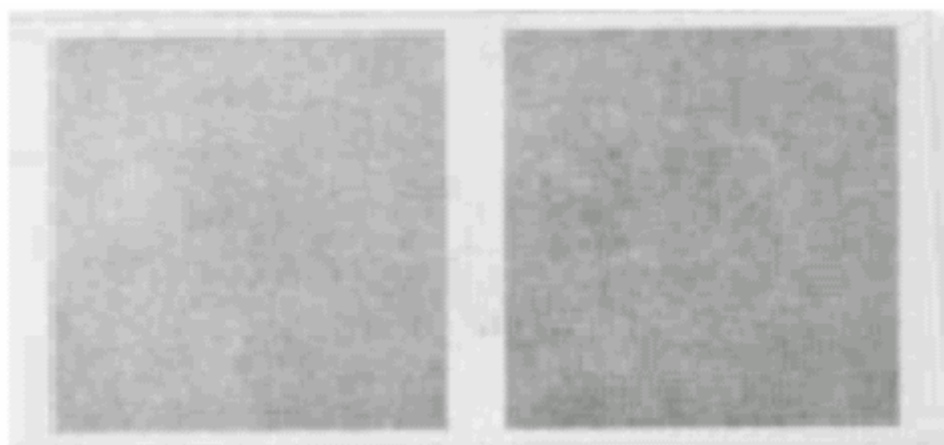
- a) Un certain nombre de produits chimiques peuvent faire échouer l'essai. (Des exemples significatifs sont, sans s'y limiter, les amines, le cyanure, les isocyanates, etc.)
- b) Certaines solutions acides peuvent réagir avec le papier réactif pour donner une couleur analogue à celle obtenue avec les chlorures et les bromures. Si un changement de couleur est observé, il est recommandé de vérifier l'acidité de la zone affectée au moyen d'un papier indicateur de pH. Si des valeurs de pH inférieures à 3 sont obtenues, il convient de vérifier la présence de chlorures et de bromures par d'autres moyens analytiques.

8.2.6 Information supplémentaire

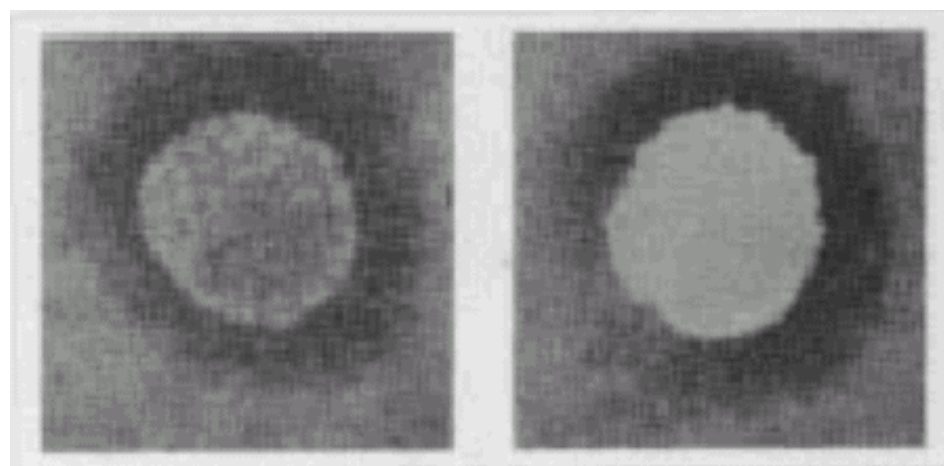
Sécurité: Observer toutes les précautions nécessaires stipulées dans les fiches de données de sécurité (FDS) pour les produits chimiques concernés par la présente méthode d'essai.

Source du papier réactif au chromate d'argent:

Quantek, PO Box 136, Lyndhurst, NJ 07071, (201) 935-4103



ADMIS



REFUSE

IEC 1330/06

Figure 1 – Résultats de l'essai aux chlorures et/ou bromures

8.3 Essai 6C03: Teneur en matière sèche, flux

8.3.1 Objet

Cette méthode d'essai a pour objet de déterminer la teneur en matière sèche du flux liquide après évaporation des produits chimiques volatils du flux liquide, en principe 15 % en poids au moins.

8.3.2 Éprouvette

L'éprouvette doit être composée d'au moins 6 g par essai de flux liquide ou de flux extrait de la pâte à braser, de préformes de brasure ou de fil fourré pour brasage tendre.

8.3.3 Appareils et réactifs

- a) un four de séchage à air circulant capable de maintenir une température de $(110 \pm 5) ^\circ\text{C}$;
- b) une balance analytique permettant des pesées au 0,000 1 g près;
- c) des pipettes en verre;
- d) des boîtes de Pétri en verre d'une capacité de 30 ml;

e) du gel de silice, ou équivalent, dans un dessiccateur en verre.

8.3.4 Modes opératoires

Suivre le mode opératoire ci-dessous en trois exemplaires.

8.3.4.1 Préparation

- Sécher trois boîtes de Pétri en verre vides dans le four de séchage, puis les refroidir dans le dessiccateur à température ambiante.
- Peser chaque boîte au 0,001 g près.

8.3.4.2 Essai

- Pipeter environ 6 g d'éprouvette de flux d'essai dans chaque boîte d'éprouvette, puis peser au 0,001 g près.
- Chauffer dans le four de séchage pendant 1 h, puis peser de nouveau après avoir laissé l'éprouvette revenir à température ambiante.
- Répéter le mode opératoire de chauffage et de séchage jusqu'à obtenir un poids constant d'environ 0,005 g.

8.3.5 Évaluation

Calculer la teneur en matière sèche comme suit:

$$C_s = \frac{100 \times m_2}{m_1}$$

où

m_2 est la masse de résidu après séchage, en g;

m_1 est la masse de l'éprouvette de flux d'essai d'origine, en g.

8.3.6 Informations supplémentaires

8.3.6.1 Taille de l'éprouvette

Il peut s'avérer nécessaire d'utiliser des éprouvettes de dimensions supérieures pour obtenir des données précises sur les flux de solides à faible teneur (< 15 %).

8.3.6.2 Sécurité

Observer toutes les précautions nécessaires stipulées dans les fiches de données de sécurité (FDS) pour les produits chimiques concernés par la présente méthode d'essai.

8.4 Essai 6C04: Détermination quantitative de la teneur en halogénure des flux (chlorure et bromure)

8.4.1 Objet

Cette méthode d'essai a pour objet de déterminer la teneur en halogénure des flux imputables aux chlorures et bromures. La teneur en halogénure est présentée comme le pourcentage en poids de chlorure dans la partie solide (non volatile) du flux ou comme le milliéquivalent par gramme de solides de flux. Une éprouvette de flux ou d'extrait de flux est titrée jusqu'à un point de virage et le pourcentage de chlorure ou meq/g d'halogénures est calculé.

La méthode A est une méthode de titrage alternative de point de virage visuel.

La méthode B est une méthode de titrage potentiométrique.

8.4.2 Éprouvette

8.4.2.1 Titrage visuel (Méthode A)

Au moins 100 ml de flux liquide, 10 ml à 50 ml d'extrait de flux à teneur en matière sèche connue issu de la pâte à braser, de préformes de brasure ou de fil fourré pour brasage.

8.4.2.2 Méthode de titrage potentiométrique (Méthode B)

Au moins 200 ml de flux liquide, contenant $(5,0 \pm 0,1)$ g de flux extrait à teneur en matière sèche connue issu de la pâte à braser, de préformes de brasure ou de fil fourré pour brasage.

8.4.3 Appareils et réactifs

8.4.3.1 Généralités

- Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et uniquement de l'eau distillée ou déionisée.
- Appareils de laboratoire habituels.
- La lettre "M" représente la molarité d'une solution, qui est calculée en divisant les moles de soluté par les litres de solution, c'est-à-dire qu'un mole de sucrose (environ 342,3 g) mélangé à un litre d'eau est égal à 1,00 M (1,00 mol/l).

Une solution normale (N) contient 1 g de soluté par litre de solution.

Une solution molaire (M) contient 1 mole de soluté par litre de solution.

Exemples:

Une solution 0,2 M de NaCl contient 0,2 moles de NaCl par litre.

Une solution 3 N de NaCl contient 3 moles de NaCl par litre.

8.4.3.2 Titrage visuel (Méthode A)

- Plaque chauffante avec agitateur magnétique.
- Balance analytique permettant des pesées au 0,001 g près.
- Pipettes.
- Burettes.
- Béchers en pyrex de 100 ml.
- Ampoule à décantation de 125 ml.
- Flacons Erlenmeyer de 125 ml.
- Flacons volumétriques de 1 000 ml.
- 0,1 N de nitrate d'argent, normalisé: dissoudre 17,000 g de nitrate d'argent dans de l'eau déionisée, puis diluer dans un flacon volumétrique de 1 000 ml.
- 1 M (1 mol/l) d'hydroxyde de sodium: 40,0 g d'hydroxyde de sodium dilué dans un flacon volumétrique de 1 000 ml d'eau déionisée.
- 0,2 M (0,2 mol/l) d'acide nitrique: ajouter 12,6 ml d'acide nitrique (16 M) concentré dans de l'eau déionisée, puis diluer à 1 000 ml dans un flacon volumétrique.
- 1 M (1 mol/l) de chromate de potassium: 194 g dilué à 1 000 ml avec de l'eau déionisée dans un flacon volumétrique.
- 0,03 M (0,03 mol/l) de solution de phénolphtaléine (réactif pur).
- Chloroforme (réactif pur).
- Eau déionisée.

8.4.3.3 Titrage potentiométrique (Méthode B)

- a) Millivoltmètre.
- b) Hydroxyde de potassium d'électrode – électrodes en platine, platine-platine ou nitrate d'argent-argent.
- c) Agitateur magnétique – nombre de tours réglable.
- d) Sécheur, réglable à une température de $(100 \pm 5) ^\circ\text{C}$ et permettant de maintenir cette température dans les limites de tolérance.
- e) Balance au 0,0001 g près.
- f) Dispositif expérimental général.
- g) Éléments universels – uniquement les réactifs d'analyse et l'eau déionisée.
- h) Alcool isopropylique (réactif pur).
- i) Solution de nitrate d'argent normalisée N/20 (0,05 M) disponible sur le marché ou solution élaborée comme suit: 8,494 g de nitrate d'argent de pureté élevée, qui doit être mesurée et versée dans un flacon volumétrique de 1 000 ml.

8.4.4 Mode opératoire

8.4.4.1 Titrage visuel (Méthode A)

8.4.4.1.1 Préparation de l'éprouvette de flux de colophane/résine

- a) Dans un bécher taré de 100 ml, peser précisément environ 3 g à 5 g d'éprouvette de flux sur une balance analytique.
- b) Transférer quantitativement l'éprouvette de flux dans une ampoule à décantation de 125 ml en utilisant trois aliquotes de 10 ml de chloroforme.
- c) Ajouter 15 ml d'eau déionisée dans l'ampoule, puis l'agiter pendant 10 s.
- d) Laisser reposer l'ampoule tant que les couches ne sont pas complètement séparées.
- e) Prélever la couche (de chloroforme) inférieure dans un bécher, puis réserver pour la prochaine extraction.
- f) Transférer la couche (d'eau) supérieure dans un flacon Erlenmeyer de 125 ml.
- g) Transférer la couche de chloroforme du bécher dans l'ampoule, puis procéder à deux nouvelles extractions de 15 ml d'eau, en ajoutant à chaque fois la partie d'extract aqueux dans le flacon.
- h) Chauffer l'extract aqueux dans le flacon Erlenmeyer à l'aide d'un bain de vapeur pour chasser le chloroforme encore présent.
- i) Ne pas chauffer à plus de $80 ^\circ\text{C}$. Laisser refroidir la solution à température ambiante.

8.4.4.1.2 Préparation de l'éprouvette de flux organique et inorganique

- a) Dans un flacon Erlenmeyer taré de 125 ml, peser précisément environ 3 à 5 g d'éprouvette de flux sur une balance analytique.
- b) Ajouter 50 ml d'eau déionisée.
- c) Ajouter deux gouttes de 0,03 M de solution de phénolphthaléine dans le flacon Erlenmeyer.
- d) Ajouter 1 M d'hydroxyde de sodium tant que la solution n'a pas viré au rouge. Ajouter 0,2 M d'acide nitrique goutte à goutte tant que la couleur rouge n'a pas complètement disparu.
- e) Diluer à environ 60 ml avec de l'eau déionisée.
- f) Ajouter six gouttes de 1 M de chromate de potassium et titrer avec 0,1 N de nitrate d'argent normalisé jusqu'au point de virage brun-rouge.

8.4.4.2 Méthode de titrage potentiométrique (Méthode B)

8.4.4.2.1 Mode opératoire d'essai du fil d'apport fourré de résine

- a) Utiliser le produit séché lui-même comme éprouvette, après avoir nettoyé la surface avec de l'acétone et rincé en premier lieu avec de l'eau déionisée, puis avec de l'alcool isopropylique.
- b) Mesurer et découper la brasure pour produire $(5,0 \pm 0,1)$ g de flux, puis la couper en copeaux de 2 mm à 3 mm de long.
- c) Mesurer la masse au 0,001 g près, puis placer ces copeaux dans un bécher de 300 ml et ajouter 50 ml d'alcool isopropylique.
- d) Agiter le bécher pendant environ 15 min à température ambiante avec une boîte de nettoyage pour extraire le flux. Lorsque le flux s'est complètement dissout, verser doucement le surnageant dans un bécher de 300 ml.
- e) Nettoyer deux à trois fois les brasures écaillées avec 30 ml d'alcool isopropylique. Ensuite, ajouter cette solution nettoyée dans la solution extraite, pour obtenir un volume total de 200 ml comme éprouvette.
- f) Les brasures écaillées doivent être séchées pendant 1 h dans un sécheur à (100 ± 5) °C.
- g) Après le refroidissement, mesurer la masse au 0,001 g près. La différence entre les masses de la brasure préalablement mesurée et la brasure écaillée après extraction du flux doit être la masse du flux.
- h) Placer une électrode dans le bécher, puis le bécher sur un agitateur magnétique. Agiter vigoureusement sans éclaboussure, puis titrer avec une solution normalisée de nitrate d'argent.
- i) Mesurer le potentiel tous les 1 ml, puis le lire tous les 0,1 ml jusqu'à la fin du titrage. Le point de modification du potentiel doit être le point de virage. A titre de comparaison, l'essai à blanc doit être réalisé pour l'ensemble du processus.

8.4.4.2.2 Pâte à braser, flux liquide et flux solide

- a) Mesurer une masse de $(5 \pm 0,1)$ de flux au 0,001 g près, puis la placer dans un bécher de 300 ml.
- b) Ajouter 200 ml d'alcool isopropylique et agiter à température ambiante, en extrayant autant de flux que possible. Cette solution est l'éprouvette.
- c) Placer une électrode dans le bécher, puis le bécher sur un agitateur magnétique. Agiter vigoureusement sans éclaboussure, puis titrer avec une solution normalisée de nitrate d'argent.
- d) Mesurer le potentiel tous les 1 ml, puis le lire tous les 0,1 ml jusqu'à la fin du titrage. Le point de modification du potentiel doit être le point de virage. A titre de comparaison, l'essai à blanc doit être réalisé pour l'ensemble du processus.

NOTE Il convient d'appliquer cette masse d'éprouvette aux brasures contenant l'halogénure à plus de 0,1 % à 1 %. Comme pour les brasures contenant d'autres halogénures que celles ci-dessus, il convient d'appliquer les chiffres du Tableau 2.

Tableau 2 – Relation entre la teneur en halogénure et la masse de l'éprouvette

Teneur en halogénure % de la masse	0,05 ou moins	Plus de 0,05 0,1 ou moins	Plus de 0,1 1,0 ou moins	Plus de 1,0
Masse de l'éprouvette (g)	50	20	5	1

8.4.5 Calculs**8.4.5.1 Titrage visuel (Méthode A)**

Calculer le pourcentage d'halogénures sous forme de chlorures en fonction de la teneur en matière sèche du flux, grâce à la formule suivante:

$$\text{Halogénures, en \% de chlorures} = \frac{3,55 \, VN \times 100}{mS}$$

Calculer le milliéquivalent par gramme d'halogénures des solides de flux (non volatils) grâce à la formule suivante:

$$\text{Halogénures, meq/g de solide} = \frac{V \times N \times 100}{mS}$$

où

V est le volume de 0,1 N de nitrate d'argent, en ml;

N est la normalité de la solution de nitrate d'argent;

m est la masse de l'éprouvette de flux, en g;

S est le pourcentage de solides (non volatils) du flux.

8.4.5.2 Méthode de titrage potentiométrique (Méthode B)

La teneur en halogénure doit être exprimée par la teneur en chlore (% en masse) et doit être calculée grâce à la formule suivante:

$$H = \frac{3,55 \times Mn \times fn \times Vn}{m}$$

où

H est la teneur en chlore du flux (% de masse);

Vn est le volume de nitrate d'argent (ml);

Mn est la concentration de nitrate d'argent (mol/ml);

fn est la valeur de puissance du nitrate d'argent (voir la note);

m est la masse de l'éprouvette (g).

La teneur en halogénure doit être exprimée par la valeur moyenne de la teneur en chlore du flux mesurée sur trois éprouvettes.

NOTE La valeur de puissance est déterminée par la méthode ci-dessous. Mesurer 2,922 g de chlorure de sodium (réactif pur) au 0,001 g près. Le placer dans un flacon de 1 000 ml et le diluer avec de l'eau déionisée jusqu'à la ligne graduée. Verser exactement 20 ml de cette solution dans un bécher de 300 ml, puis titrer avec du nitrate d'argent selon le même mode opératoire mentionné ci-dessus. La valeur de puissance de la solution de nitrate d'argent peut être calculée par la formule.

$$fn = \frac{20,0 \times m}{y \times 2,922}$$

où

m est la masse du chlorure de sodium de classe spéciale (g);

y est le volume de nitrate d'argent titré (M).

8.4.6 Rapport

La teneur en halogénure est présentée comme le pourcentage en poids de chlorure dans la partie solide (non volatile) du flux ou comme le milliéquivalent par gramme de solides de flux. Une éprouvette de flux ou d'extrait de flux est titrée jusqu'à un point de virage et le pourcentage de chlorure ou milligramme d'halogénures est calculé.

8.4.7 Informations supplémentaires

Sécurité: Observer toutes les précautions nécessaires stipulées dans les fiches de données de sécurité (FDS) pour les produits chimiques concernés par la présente méthode d'essai.

8.5 Essai 6C05: Analyse qualitative des fluorures et des flux par essai à la goutte

8.5.1 Objet

Cette méthode d'essai a pour objet de déterminer la présence de fluorure dans le flux de brasage, par examen visuel après placement d'une goutte de flux d'essai liquide dans une solution violette de zirconium-alizarine.

8.5.2 Éprouvette

- Au moins 10 ml d'une éprouvette prélevée d'une production de flux liquide, de flux de pâte à braser, de flux en pâte ou de flux extrait de préforme ou de fil, présentée dans un conteneur en verre neuf ou propre.
- Pour le flux en pâte ou le flux de pâte à braser, diluer l'éprouvette dans l'alcool isopropylique ou un autre solvant adapté.

NOTE Il convient que le solvant utilisé dans la dilution/l'extraction soit hydrosoluble.

8.5.3 Appareils et réactifs

8.5.3.1 Appareils

- Plaque blanche pour essais à la goutte.
- Compte-gouttes en verre.
- Baguettes en verre.

8.5.3.2 Réactifs

- Solution de nitrate de zirconium: 0,05 g dissout dans 50 ml d'eau déionisée;
- Solution de sulfate d'alizarine de sodium: 0,05 g dissout dans 50 ml d'eau déionisée.

8.5.4 Mode opératoire

8.5.4.1 Préparation

Préparer une solution fraîche de zirconium-alizarine pourpre dans trois godets de la plaque blanche à godets en ajoutant une goutte de chaque solution de nitrate de zirconium et de sulfate d'alizarine de sodium.

8.5.4.2 Essai

- a) Ajouter une goutte de flux d'essai dans chacun des points.
- b) Mélanger chaque point avec une baguette en verre propre.
- c) Examiner le changement de couleur.

8.5.4.3 Évaluation

Un changement de couleur de la solution du violet au jaune indique la présence de fluorure(s).

8.5.4.4 Informations supplémentaires

Sécurité: Observer toutes les précautions nécessaires stipulées dans les fiches de données de sécurité (FDS) pour les produits chimiques concernés par la présente méthode d'essai.

8.6 Essai 6C06: Détermination quantitative de la concentration de fluorure dans le flux

8.6.1 Objet

Cette méthode d'essai a pour objet de déterminer la concentration des fluorures dans le flux de brasage. La teneur en fluorure est présentée comme le pourcentage en poids de fluorure sur la partie non volatile du flux. Des électrodes spécifiques aux ions sont utilisées pour la détermination.

8.6.2 Éprouvette

- a) Au moins 100 ml d'éprouvette prélevée sur une production de flux de colophane liquide ou de solution de flux préparée, présentée dans un conteneur en verre neuf ou propre.
- b) Pour le flux en pâte et le flux en pâte de brasure, 100 ml de matériau dilué.
- c) Pour la préforme et le fil fourré, 100 ml de matériau extrait.

8.6.3 Appareils et réactifs

8.6.3.1 Appareils

- a) Analyseur ionique à étalonnage automatique.
- b) Électrode spécifique au fluorure.
- c) Électrode de référence à double jonction.
- d) Agitateur magnétique et barres mélangeuses.
- e) Bêchers de 250 ml et 500 ml, en verre ou en polypropylène.
- f) Support d'entonnoir et entonnoir.
- g) Éprouvettes graduées de 50 ml.
- h) Flacons volumétriques de 100 et 1 000 ml.
- i) Pipettes de 10 et 100 ml.
- j) Balance analytique permettant des pesées au 0,001 g près.

8.6.3.2 Réactifs

- a) Eau déionisée.
- b) Fluorure de sodium, réactif pur (de pureté élevée, sans pollution).
- c) Chloroforme, réactif pur.

- d) Solution d'analyse au fluorure.
- e) Papier à filtrer sans cendre.

8.6.4 Mode opératoire

8.6.4.1 Préparation de l'éprouvette: flux hydrosoluble

Selon la concentration prévue de fluorure, utiliser la quantité d'éprouvette et d'eau déionisée ci-dessous (voir le Tableau 3).

Tableau 3 – Rapport de mélange taille de l'éprouvette/quantité d'eau

Fluorure ppm	Éprouvette ml	Eau déionisée ml
0,1 - 0,0	25	50
1,0 - 10,0	5	50

- a) Prendre le bécher et ajouter l'éprouvette. Enregistrer le poids du flux au 0,001 g près.
- b) Ajouter l'eau déionisée, puis mélanger avec l'agitateur pendant 10 min. Interrompre le mélange et laisser reposer pendant 5 min.
- c) Verser la solution dans le bécher propre à travers le papier à filtrer placé dans l'entonnoir. Laisser l'éprouvette s'écouler complètement.

8.6.4.2 Préparation de l'éprouvette: flux non hydrosoluble

Selon la concentration prévue de fluorure, utiliser la quantité d'éprouvette et de chloroforme ci-dessous (voir le Tableau 4).

Tableau 4 – Taille de l'éprouvette par rapport au mélange de chloroforme

Fluorure ppm	Éprouvette ml	Chloroforme ml
0,1 – 1,0	25	25
1,0 – 10,0	5	5

- a) Prendre le bécher et ajouter l'éprouvette. Enregistrer le poids du flux au 0,001 g près.
- b) Ajouter le chloroforme et 50 ml d'eau déionisée, puis mélanger avec l'agitateur pendant 10 min. Interrompre le mélange et laisser reposer pendant 5 min.
- c) Laisser décanter la solution aqueuse dans un bécher propre à travers le papier à filtrer placé dans l'entonnoir. Laisser l'éprouvette s'écouler complètement.

8.6.4.3 Solutions normalisées

- a) 10^{-6} de fluorure (0,001 %): cet étalon peut être acheté prêt à l'emploi ou une solution peut être préparée. Peser 0,022 1 g (séché à 140 °C) de réactif pur NaF. Ajouter 500 ml d'eau déionisée. Diluer jusqu'à 1 l dans un flacon volumétrique.
- b) $1,0^{-6}$ de fluorure (0,000 1 %): cet étalon peut être acheté prêt à l'emploi ou une solution peut être préparée. Peser 0,002 3 g (séché à 140 °C) de réactif pur NaF. Ajouter 500 ml d'eau déionisée. Diluer jusqu'à 1 l dans un flacon volumétrique. Une autre méthode consiste à diluer 100 ml, 10^{-6} d'étalon de fluorure avec 450 ml d'eau déionisée jusqu'à 1 l dans un flacon volumétrique.

- c) $0,1^{-6}$ de fluorure (0,000 01 %). Cet étalon est préparé en diluant 100 ml, $1,0^{-6}$ d'étalon de fluorure avec 450 ml d'eau déionisée jusqu'à 1 l dans un flacon volumétrique. Une autre méthode consiste à diluer 10 ml, 10^{-6} d'étalon de fluorure avec 495 ml d'eau déionisée jusqu'à 1 l dans un flacon volumétrique.

8.6.4.4 Solutions de remplissage de l'électrode double

- a) Solution de remplissage de la chambre intérieure (vert): Solution saturée avec AgCl.
b) Solution de remplissage de la chambre extérieure: 10 % de KNO₃.

8.6.4.5 Essai

- a) Pour obtenir des résultats précis, laisser toutes les éprouvettes et tous les étalons atteindre la même température avant de procéder aux mesures. Agiter les éprouvettes et étalons pendant la mesure.
b) Préparer deux étalons dont la concentration diffère d'un facteur de 10. Il convient que les étalons encadrent la concentration prévue de l'éprouvette. Sélectionner le mode de concentration et la fonction STD 1. Il est possible de choisir un chiffre significatif en appuyant sur la touche X10 le nombre de fois requis.
c) Diluer 50 ml des deux solutions-étalons avec 50 ml d'eau déionisée chacune.
d) En mélangeant à l'aide d'un agitateur magnétique, plonger les électrodes dans la solution-étalon la plus diluée. Régler l'affichage à l'aide des flèches ou des touches X10 pour obtenir la valeur correcte. Lorsque "Ready" (prêt) s'allume, appuyer sur "Enter" (entrée). L'affichage passe automatiquement à "STD 2".
e) Retirer et rincer les électrodes avec de l'eau déionisée. Plonger les électrodes dans la solution-étalon la plus concentrée. Régler l'affichage pour lire la valeur correcte de STD 2. Lorsque "Ready" s'allume, appuyer sur "Enter". L'affichage passe automatiquement à la fonction "Sample" (échantillonnage).
f) Ajouter 25 ml de tampon d'ajustement de la force ionique dans l'éprouvette préparée conformément aux instructions pour le flux hydrosoluble. En agitant, plonger les électrodes. Lorsque "Ready" s'affiche, enregistrer la valeur indiquée.

8.6.4.6 Évaluation

La valeur indiquée est égale aux parties par million ($^{-6}$) de fluorure. Pour obtenir le pourcentage en poids de fluorure en pourcentage de matière non volatile, utiliser la formule ci-dessous:

$$\% \text{ de fluorure des solides} = \frac{I}{(mS)100}$$

où

I est la valeur indiquée en parties par million;

m est la masse de l'éprouvette de flux, en g;

S est le pourcentage de solides (produits chimiques non-volatils) du flux.

8.6.5 Informations supplémentaires

8.6.5.1 Étalonnage et limites

- a) Il convient de procéder à un nouvel étalonnage à quelques heures d'intervalle pour compenser la dérive de l'électrode.
b) En principe, la reproductibilité peut être obtenue à ± 2 % si l'étalonnage est réalisé toutes les heures. La fluctuation de température, la dérive et le bruit limitent la reproductibilité.

- c) Les limites de détection sont de 0,02 ppm au moins, la valeur maximale n'étant pas connue. Une liste des ions parasites possibles n'a pas encore été établie pour cette méthode aux électrodes.

8.6.5.2 Sécurité

Il convient que l'opérateur soit formé et conscient des risques inhérents aux produits chimiques utilisés et analysés. Il convient d'utiliser des équipements de protection individuelle adaptés (des lunettes de sécurité, des gants et un tablier, par exemple) et de prévoir une ventilation adéquate.

L'utilisation du même lot d'eau déionisée pour les dilutions permet d'éviter de procéder à des essais à blanc.

8.6.6 Références informatives

Analyseur ionique à étalonnage automatique - Orion EA 920

Électrode spécifique au fluorure - Orion 94-09-00

Électrode de référence à double jonction - Orion 90-02

Papier à filtrer sans cendre Whatman #41

10^{-6} de solution de fluorure - Orion, catalogue #040908

$1,0^{-6}$ de solution de fluorure - Orion, catalogue #040906

Tampon d'ajustement de la force ionique - Orion catalogue #940909

Solution d'AgCl - Orion catalogue #900002

Solution de 10 % de KNO₃ - Orion catalogue #900003

8.7 Essai 6C07: Indice d'acide de la colophane

En cours d'étude.

8.8 Essai 6C08: Densité

8.8.1 Objet

Cet essai spécifie la méthode de mesure de la densité du flux liquide.

8.8.2 Éprouvette

L'éprouvette est un échantillon de flux liquide lui-même.

8.8.3 Appareils

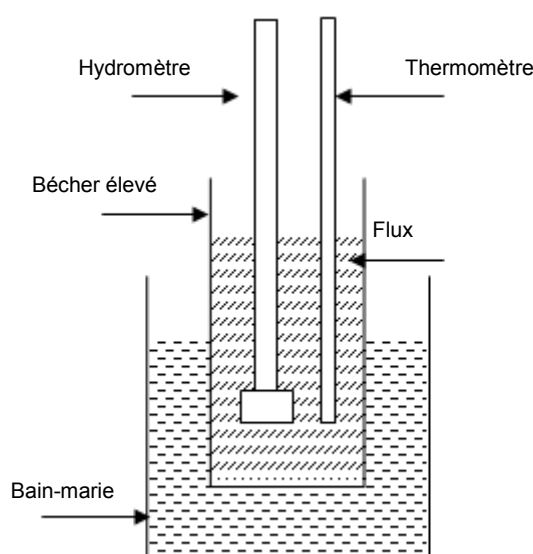
- Un bécher en verre élevé (une éprouvette graduée à pied de 200 ml, par exemple) pour le flux liquide.
- Hydromètre.
- Thermomètre en verre.
- Bain-marie à commande de température réglable à $(20 \pm 1) ^\circ\text{C}$.

8.8.4 Mode opératoire d'essai

- Nettoyer et sécher un b cher circulaire en verre  lev  pour proc der   la mesure.
- Mesurer environ 150 ml d' prouvette et placer le tout dans le b cher.
- Placer le b cher dans le bain-marie   (20   1)  C.
- Placer l'hydrom tre et le thermom tre dans le b cher.
- Lire l' chelle sur le bord sup rieur du m nisque de l'hydrom tre lorsque la temp rature de l' prouvette est stabilis e   20  C (voir Figure 2).

8.8.5  valuation

D terminer la densit    partir de la lecture de l'hydrom tre.



IEC 1331/06

Figure 2 – Appareils d'essai de densit  (lecture de l'hydrom tre)

8.9 Essai 6C09: D termination du pourcentage de flux sur/dans le fil d'apport enrob  de fondant et/ou fourr 

8.9.1 Objet

Cette m thode d'essai donne un mode op ratoire permettant de d terminer le pourcentage de flux sur le fil d'apport enrob  de fondant et/ou fourr .

8.9.2  prouvette

Pour l'essai A, utiliser environ 200 g de fil d'apport enrob  de fondant et/ou fourr . Pour l'essai B, utiliser environ 30 g de fil d'apport enrob  de fondant et/ou fourr . Pour les brasures dont le pourcentage de flux est pr vu   1 % au moins, l' prouvette peut peser environ 100 g. Pour les brasures dont le pourcentage de flux est pr vu   2 % au moins, l' prouvette peut peser environ 50 g.

8.9.3 Appareils

- Une plaque chauffante pouvant atteindre une temp rature de (50⁺⁵₀)  C au-dessus de la temp rature du liquidus de l'alliage de l' prouvette de soudure.
- Un b cher en pyrex ou  quivalent, de dimension adapt e.

8.9.4 Mode opératoire d'essai

8.9.4.1 Mode opératoire A

- a) Déterminer la température du liquidus de l'alliage de soudure à partir de la CEI 61190-1-3.
- b) Peser l'éprouvette de soudure au 0,01 g (W1) près.
- c) Envelopper soigneusement l'éprouvette de soudure aussi serrée que possible au fond du bécher. Peser le bécher et l'éprouvette de soudure au 0,01 g (W2) près.
- d) Préchauffer la plaque chauffante à (50^{+5}_0) °C au-dessus de la température du liquidus de l'alliage de l'éprouvette de soudure.
- e) Placer le bécher avec l'éprouvette de soudure sur la plaque chauffante. Retirer le bécher dès que la totalité de la brasure a fondu, puis laisser refroidir à température ambiante pendant environ 30 min.
- f) Utiliser de l'alcool isopropylique de pureté élevée ou un autre solvant adapté recommandé par le fabricant de brasure, agiter légèrement, chauffer doucement, puis extraire soigneusement les résidus de flux du bécher. Décantier la solution d'extraction à travers un papier à filtrer à gros grain, en prenant soin de ne pas laisser échapper de brasure du bécher. Répéter le mode opératoire d'extraction autant de fois que nécessaire pour éliminer toute trace de résidu de flux. Laisser évaporer le solvant restant du bécher en le chauffant sous un léger flux d'air tant que le résidu n'a pas complètement séché.
- g) Peser le bécher et le métal de soudure fondu au 0,01 g (W3) près.
- h) Répéter le mode opératoire d'extraction du résidu de flux jusqu'à obtenir un poids final W3 constant.

8.9.4.2 Mode opératoire B

- a) Nettoyer l'éprouvette de fil d'apport fourré pour brasage tendre soumis à essai avec un tissu imbibé de solvant dégraissant.
- b) A l'aide d'une balance, peser 30 g de fil nettoyé au 0,01 g. Placer l'éprouvette dans la glycérine. Chauffer à (50 ± 5) °C au-dessus de la température du liquidus du fil soumis à essai.
- c) Retirer complètement le flux du fil d'apport fourré pour brasage tendre de résine. Laisser le flux refroidir et se solidifier.
- d) Retirer la pastille de soudure solidifiée et la nettoyer dans l'eau. Plonger la pastille dans l'alcool pendant environ 5 min. La nettoyer de nouveau dans l'eau, puis la laisser sécher à température ambiante.
- e) A l'aide de la balance, mesurer la masse de la pastille jusqu'à obtenir un poids constant, au 0,01 g.

8.9.4.3 Évaluation

Calculer la teneur en flux F_A de l'éprouvette en pourcentage par masse pour le mode opératoire A grâce à la formule ci-dessous:

$$F_A (\%) = 100 \times (W3 - W2) / W1$$

Calculer la teneur en flux F_B de l'éprouvette en pourcentage par masse pour le mode opératoire B grâce à la formule ci-dessous:

$$F_B (\%) = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100 = \% \text{ (mass)}$$

où

m_1 est la masse, en g, du fil d'apport fourré pour brasage tendre utilisé dans l'essai;

m_2 est la masse, en g, de la pastille de soudure.

8.9.5 Information supplémentaire

Sécurité: Observer toutes les précautions de sécurité appropriées correspondantes. Consulter les fiches de données de sécurité (FDS) du matériau, afin de prendre connaissance des précautions en matière de sécurité pour les produits chimiques concernés par la présente méthode d'essai.

8.10 Essai 6C10: Corrosion induite par le flux (méthode du miroir de cuivre)

8.10.1 Objet

Cette méthode d'essai a pour objet de déterminer l'effet d'élimination induit par le flux (le cas échéant) sur le film de miroir de cuivre brillant déposé sous vide sur du verre transparent.

8.10.2 Éprouvette

Au moins 100 ml de flux liquide, un conteneur représentatif de pâte à braser, de flux de pâte à braser refondu, de flux de préforme de brasure extrait ou de fil d'apport fourré pour brasage tendre.

8.10.3 Appareils et réactifs

- 0,5 l de flux de colophane de référence, classe A, type II, nuance WW, de LLL-R-626.
- 0,5 l de réactif pur (pur à 99 %) d'alcool isopropylique.
- Un système de dépôt sous vide, ou un moyen de produire des éprouvettes en verre revêtues de miroir de cuivre, tel que décrit en d) de 8.10.5 ci-après.
- 0,5 l de solution à 0,5 % de réactif pur d'acide éthylène-diamine-tétra-acétique (EDTA).
- 0,5 l d'éthanol ou de méthanol en réactif pur.
- Flacon de pharmacie de 100 ml avec pipette.
- Banc d'essai permettant d'obtenir une température de $(23 \pm 2) ^\circ\text{C}$ et une humidité relative de $(50 \pm 5) \%$.
- Porte-objets.
- Une jauge d'humidité relative d'une précision de $\pm 2 \%$ ou plus, pour surveiller l'environnement d'essai en continu. Il convient d'étalonner régulièrement la jauge.

8.10.4 Mode opératoire

8.10.4.1 Préparation

- Préparation du flux de référence: dissoudre 35 g de colophane dans 100 ml d'alcool isopropylique à 99 % de réactif pur, puis agiter soigneusement.

- b) Préparation de la chambre de température/en atmosphère humide: si des solutions acides ou salines sont utilisées, l'environnement doit être surveillé pendant au moins 48 h avant l'exposition des éprouvettes de miroir de cuivre, afin de garantir la conformité à l'exigence de (50 ± 5) % d'humidité relative.
- c) Préparation des éprouvettes de miroir de cuivre: appliquer, par dépôt sous vide, un film de métal cuprifère sur la surface d'une feuille de verre ou d'un verre transparent poli. Appliquer une épaisseur uniforme d'environ 50 nm, puis vérifier que le miroir fini laisse passer (10 ± 5) % de la lumière incidente normale de longueur d'onde nominale de 500 nm. Cela peut être déterminé à l'aide d'un spectrophotomètre photoélectrique adapté. Les miroirs de cuivre disponibles dans le commerce répondant aux spécifications ci-dessus sont acceptables.

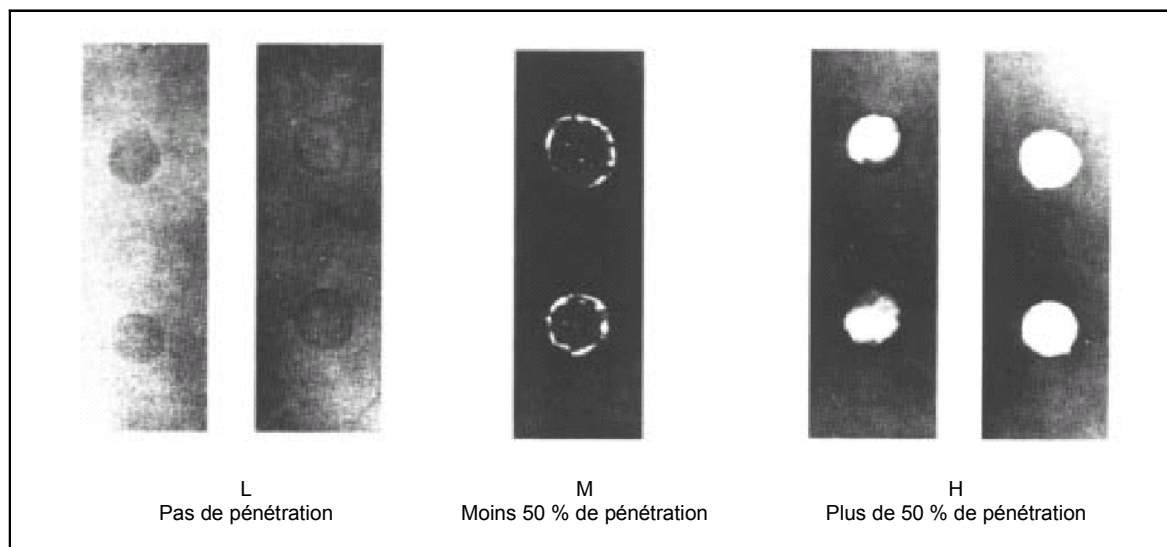
Prévenir l'oxydation du miroir de cuivre en le stockant dans un conteneur fermé préalablement nettoyé à l'azote. Immédiatement avant l'essai, plonger le miroir de cuivre dans 5 g/l de solution d'EDTA pour éliminer l'oxyde de cuivre. Il n'est pas utile de nettoyer les miroirs stockés dans un environnement non oxydant avec la solution d'EDTA avant l'essai. L'étape de nettoyage doit être suivie uniquement si les résultats de l'essai sont contestés. Rincer soigneusement à l'eau courante, plonger dans de l'éthanol ou du méthanol propre, puis sécher à l'air propre sans huile. Examiner attentivement le miroir avant l'essai. Il ne doit présenter aucune trace d'oxyde.

8.10.4.2 Essai

- a) Placer l'éprouvette de miroir de cuivre sur une surface plane, miroir vers le haut, puis le protéger de la poussière et des impuretés en permanence. Déposer une goutte de flux d'essai ou d'extrait à soumettre à essai (environ 0,05 ml) sur chaque éprouvette de miroir de cuivre. Ne pas toucher l'éprouvette avec la pipette. La pâte à braser doit être appliquée directement sur le miroir de cuivre sans l'abîmer. La quantité de pâte à braser doit représenter environ 0,5 mm d'épaisseur et 8 mm de diamètre (il a été déterminé que des variations significatives de cette quantité ont peu d'impact sur la plupart des matériaux).
- b) Au même moment, déposer une goutte de flux de référence aux alentours du flux d'essai. Ne pas laisser les gouttes se toucher.
- c) Placer les éprouvettes en position horizontale dans le coffret exempt de poussière à (23 ± 2) °C et (50 ± 5) % d'humidité relative pendant $(24 \pm 0,5)$ heures.
- d) A l'issue de la période de 24 h, retirer les éprouvettes, puis éliminer le flux d'essai et les flux de référence par immersion dans de l'alcool isopropylique.

8.10.5 Évaluation

- a) Examiner attentivement chaque éprouvette à la recherche d'une éventuelle élimination ou décoloration du cuivre.
- b) En cas d'élimination complète du film de cuivre, telle que mise en évidence par le fond visible à travers le verre, le flux d'essai ne peut pas relever de la catégorie L. Une élimination totale du cuivre uniquement autour de la goutte permet au flux de relever de la catégorie M. Une élimination totale du cuivre permet au flux de relever de la catégorie H (voir Figure 3).
- c) Si le flux de référence échoue, répéter la totalité de l'essai en utilisant de nouvelles éprouvettes de miroir de cuivre.
- d) Une décoloration du film de cuivre suite à une réaction superficielle ou une réduction partielle de l'épaisseur du film de cuivre n'est pas considérée comme un échec.
- e) Un certain nombre de produits chimiques peuvent être à l'origine d'un échec du miroir de cuivre: les halogénures libres, les acides organiques et inorganiques plus puissants et les amines libres.



IEC 1332/06

Figure 3 – Classification du type de flux par essai du miroir de cuivre

8.10.6 Information supplémentaire

Sécurité: Observer toutes les précautions nécessaires stipulées dans la fiche de données de sécurité (FDS) pour les produits chimiques concernés par la présente méthode d'essai.

8.10.7 Documents de référence

ASTM E104: Maintaining Constant Relative Humidity by means of Aqueous Solutions

LLL-R-626: Rosin, Gum, Rosin Wood and Rosin Tall Oil

Sources pour les miroirs de cuivre préparés:

Evaporated Metal Films, Inc., 239 Cherry Street, Ithaca, NY 14850; 607-272-3320

H. L. Clausing Co., 8038 N. Monticello Ave., Skokie, IL, 847-676-0330.

9 M: Méthodes d'essai mécanique

En cours d'étude.

10 E: Méthodes d'essai électrique

En cours d'étude.

11 N: Méthodes d'essai environnemental

En cours d'étude.

12 X: Méthodes d'essai divers

12.1 Essai 6X01: Détermination de la répartition granulométrique de la poudre à braser – Méthode de l'écran pour les types 1 à 4

12.1.1 Objet

Il s'agit de décrire une méthode permettant de déterminer si la poudre présente dans une pâte à braser est conforme au type de poudre pertinent.

12.1.2 Éprouvette

Environ 150 g de pâte à braser.

12.1.3 Appareils

- a) Sasseur vibrant.
- b) Tamis de laboratoire à maillasses de 150, 75, 45, 38, 25 et 20 µm.
- c) Réceptacle du tamis et couvercle.
- d) Balance (échelle) au 0,01 g près.
- e) Bécher 400 ml à 600 ml.
- f) Verre de montre.
- g) Solvant.
- h) Acétone.
- i) Spatule.

12.1.4 Mode opératoire

12.1.4.1 Préparation

Le cas échéant, attendre le retour à température ambiante de la pâte à braser.

12.1.4.2 Essai

- a) Homogénéiser la pâte en remuant avec la spatule.
- b) Peser la pâte contenant environ 110 g d'alliage de soudure dans le bécher soigneusement nettoyé.
- c) Ajouter environ 50 ml de solvant.
- d) Remuer le mélange avec la spatule de manière à dissoudre le flux de la pâte dans le solvant.
- e) Couvrir le bécher avec le verre de montre.
- f) Laisser le bécher reposer avec le verre de montre tant que la poudre à braser n'a pas précipité.
- g) Décanter soigneusement autant de fluide que possible sans perdre de poudre à braser.
- h) Répéter cinq fois le mode opératoire d'extraction en utilisant 50 ml de solvant pour chacun d'eux.
- i) Ajouter environ 50 ml d'acétone à la poudre à braser nettoyée, puis remuer avec la spatule pour faciliter le séchage.
- j) Laisser précipiter la poudre.
- k) Décanter soigneusement autant d'acétone que possible.

- l) Nettoyer l'acétone deux fois de plus.
- m) Laisser sécher la poudre à température ambiante tant que le poids n'est pas constant.
- n) Peser les tamis de laboratoire à taille de maillage appropriée correspondant au type de poudre soumis à essai, puis peser également le réceptacle du tamis. Des tamis types sont présentés dans le Tableau 5.
- o) Placer les tamis sur le réceptacle, celui au plus petit calibre de maillage proche du réceptacle, puis les autres dans l'ordre, jusqu'au tamis de plus gros calibre de maillage.
- p) Peser la poudre et la placer dans le tamis supérieur.
- q) Placer le couvercle sur la combinaison de tamis, puis transférer le tout sur le sasseur.
- r) Activer le sasseur pendant environ 40 min.
- s) Peser de nouveau les tamis et le réceptacle.
- t) Soustraire les poids d'origine des tamis et du récepteur pour obtenir les poids de poudre offrant des dimensions supérieures, égales et inférieures aux dimensions nominales indiquées dans le Tableau 6.

12.1.4.3 Évaluation

Exprimer les masses de poudre supérieures, égales ou inférieures à la gamme de dimensions nominales en pourcentage de la masse de l'éprouvette d'origine. Entrer les données dans le Tableau 7.

Tableau 5 – Maillage

Poudre	Maillage		
	150 µm	75 µm	20 µm
Type 1	150 µm	75 µm	20 µm
Type 2	75 µm	45 µm	20 µm
Type 3	45 µm	25 µm	20 µm
Type 4		38 µm	20 µm

Tableau 6 – Parties des dimensions de particules par % en poids – valeurs nominales

Poudre	Moins de 1 % supérieures à	80 % au moins entre	10 % au maximum inférieures à
Type 1	150 µm	150 - 75 µm	20 µm
Type 2	75 µm	75 - 45 µm	20 µm
Type 3	45 µm	45 - 25 µm	20 µm
Type 4	38 µm	38 - 20 µm	20 µm

Tableau 7 – Enregistrement de la répartition granulométrique de la poudre

Poudre	Répartition granulométrique %			
	>150 µm _____ %	> 75 µm _____ %	> 20 µm _____ %	< 20 µm _____ %
Type 1				
Type 2	> 75 µm _____ %	> 45 µm _____ %	> 20 µm _____ %	< 20 µm _____ %
Type 3	> 45 µm _____ %	> 25 µm _____ %	> 20 µm _____ %	< 20 µm _____ %
Type 4	> 38 µm _____ %	> 20 µm _____ %	< 20 µm _____ %	

12.2 Essai 6X02: Répartition granulométrique de la poudre à braser – Méthode au microscope de mesure

12.2.1 Objet

Cet essai spécifie un mode opératoire normalisé permettant d'évaluer la dimension et la forme des particules de pâte à braser par des méthodes au microscope.

12.2.2 Éprouvette

1 g de pâte à braser.

12.2.3 Appareils

- Diluant.
- Spatule.
- Bécher de 30 ml.
- Microscope à grossissement X100.
- Oculaire de mesure, intervalle de graduation de 10 µm.
- Porte-objets.
- Couvre-objet.

12.2.4 Mode opératoire

12.2.4.1 Préparation

Le cas échéant, attendre le retour à température ambiante de la pâte à braser.

12.2.4.2 Essai

- Homogénéiser la pâte en remuant avec la spatule.
- Peser environ 4 g de diluant.
- Ajouter environ 1 g de pâte à braser.
- Remuer avec la spatule pour obtenir un mélange uniforme.
- Déposer une petite goutte sur la lame porte-objet.

- f) Couvrir le porte-objet avec le couvre-objet et appuyer doucement pour étaler la goutte entre les lamelles.
- g) Mesurer au microscope la longueur et la largeur des particules de poudre à braser estimées comme étant les plus petites et les plus grosses, dans une zone de diffusion d'environ 50 particules (il est possible d'utiliser des photographies pour la mesure et/ou à titre de référence).
- h) Évaluer la forme dominante des particules, sphériques ou non sphériques.

12.2.4.3 Évaluation

Exprimer les masses de poudre supérieures, égales ou inférieures à la gamme de dimensions nominales en pourcentage de la masse de l'éprouvette d'origine. Entrer les données dans le Tableau 8.

Tableau 8 – Enregistrement de la répartition granulométrique de la poudre

Poudre	Répartition granulométrique %			
	> 150 μm _____ %	> 75 μm _____ %	> 20 μm _____ %	< 20 μm _____ %
Type 1	_____ %	_____ %	_____ %	_____ %
Type 2	> 75 μm _____ %	> 45 μm _____ %	> 20 μm _____ %	< 20 μm _____ %
Type 3	> 45 μm _____ %	> 25 μm _____ %	> 20 μm _____ %	< 20 μm _____ %
Type 4	> 38 μm _____ %	> 20 μm _____ %	< 20 μm _____ %	
Type 5	> 30 μm _____ %	> 15 μm _____ %	< 15 μm _____ %	
Type 6	> 15 μm _____ %	> 5 μm _____ %	< 5 μm _____ %	

12.3 Essai 6X03: Répartition granulométrique de la poudre à braser – Méthode de l'analyseur d'image optique

12.3.1 Objet

Cette méthode d'essai a pour objet de déterminer la répartition granulométrique de la poudre à braser dans les crèmes par analyse d'image.

12.3.2 Éprouvette

10 g de pâte à braser.

12.3.3 Appareils

- a) Diluant.
- b) Analyseur d'image.
- c) Baguette en verre.
- d) Couvre-objets.
- e) Porte-objets.
- f) Pochoir.

12.3.4 Mode opératoire

12.3.4.1 Préparation

- a) Pocher de la crème à braser sur un porte-objet à l'aide d'un pochoir de 0,1 mm d'épaisseur et une ouverture de 5 mm ou 6 mm de diamètre.
- b) Déposer une petite quantité de diluant sur la pâte à braser, puis étaler doucement la pâte sur une surface d'environ 20 mm de diamètre à l'aide d'une baguette en verre. Couvrir avec un couvre-objet de 22 mm de diamètre et appuyer doucement pour étaler les particules de poudre sous le couvre-objet sur une seule couche.
- c) Il est important d'obtenir une bonne dispersion sans trop de bulles ou d'agglomérats de particules. Si la teneur en métal de la pâte en cours d'examen est élevée, enlever une petite quantité de pâte pochée avant l'étalement. Les pochoirs normalisés sont adaptés aux pâtes à 85 % – 86 % de teneur en métal.
- d) Etiqueter le porte-objet avec le numéro de lot de la poudre.

12.3.4.2 Images pour l'analyse

L'étape suivante consiste à placer 10 ou 15 images de chaque échantillon dans un répertoire d'images.

- a) Lancer l'analyseur d'image.
- b) Configurer le microscope pour obtenir un éclairage approprié et sélectionner le grossissement X10.
- c) Placer le porte-objet sur le microscope, mettre au point, déplacer le binoculaire vers la gauche en projetant la lumière vers la télécaméra, puis faire une nouvelle mise au point sur l'écran.
- d) Vérifier l'absence d'agglomérations ou de particules hors du foyer, puis capturer l'image.
- e) Capturer 10 images en couvrant le porte-objet de manière systématique en sélectionnant les zones au hasard (sans éviter les agglomérations et les zones à faible densité granulométrique).
- f) Enregistrer le numéro du porte-objet et le retirer du microscope.
- g) Placer le porte-objet suivant sur le microscope et répéter le processus.
- h) Lorsque tous les échantillons ont été analysés, remplacer le binoculaire et éteindre le microscope.
- i) Commentaires
 - ne pas modifier l'éclairage entre les échantillons;
 - enregistrer une série d'échantillons au même grossissement.

12.3.4.3 Analyse d'image

- a) Lorsque les images du nombre requis d'échantillons ont été entrées, sélectionner "multi sample size" (taille d'échantillon multiple) dans le menu (ou "one sample size" (taille d'échantillon unique) dans le cas d'un échantillon unique). Une image en rouge et bleu s'affiche à l'écran.
- b) A l'aide du bouton gauche et central de la souris, régler les seuils pour faire en sorte que les zones rouges correspondent aux particules à mesurer. Le bouton droit permet de faire varier la ligne à l'écran lors de la mesure du tracé de l'intensité. Régler le seuil supérieur de manière à le placer à environ la moitié de l'intensité minimale. Appuyer simultanément sur les boutons du milieu et de droite de la souris.

- c) Un rectangle vert doit à présent apparaître sur une image grise. Si ce rectangle n'apparaît pas, appuyer sur le bouton gauche pour le faire apparaître.
- d) Une particule est mesurée si son sommet se trouve à l'intérieur du rectangle. Par conséquent, la dimension et la position du rectangle doivent être ajustées de sorte que ses côtés représentent la moitié du diamètre d'une particule à partir des côtés de l'écran, et que la base du rectangle représente tout le diamètre de particule à partir du bas de l'écran. Il convient que le sommet du rectangle longe le sommet de l'écran. Le bouton du milieu de la souris permet de déplacer et d'agrandir le rectangle. Lorsque le rectangle est défini, appuyer sur le bouton droit de la souris pour continuer.
- e) Sur le clavier qui accompagne l'écran, sélectionner le nombre d'échantillons en cours de traitement.
- f) Sur le clavier suivant, sélectionner le nombre de particules à mesurer (200 pour le type 1-4 et 400 pour le type 5-6 sont suggérés).

12.3.4.4 Évaluation

Exprimer la masse de poudre analysée dans l'analyseur d'image en pourcentage de la gamme de dimensions nominales, puis enregistrer les données dans le Tableau 9.

Tableau 9 – Enregistrement de la répartition granulométrique de la poudre (analyse optique)

Poudre	Répartition granulométrique			
	%			
Type 1	> 150 μm _____ %	> 75 μm _____ %	> 20 μm _____ %	< 20 μm _____ %
Type 2	> 75 μm _____ %	> 45 μm _____ %	> 20 μm _____ %	< 20 μm _____ %
Type 3	> 45 μm _____ %	> 25 μm _____ %	> 20 μm _____ %	< 20 μm _____ %
Type 4	> 38 μm _____ %	> 20 μm _____ %	< 20 μm _____ %	
Type 5	> 30 μm _____ %	> 15 μm _____ %	< 15 μm _____ %	
Type 6	> 15 μm _____ %	> 5 μm _____ %	< 5 μm _____ %	

12.4 Essai 6X04: Répartition granulométrique de la poudre à braser – Méthode de mesure de diffraction laser

12.4.1 Objet

Cette méthode d'essai a pour objet de déterminer la répartition granulométrique de la poudre à braser dans la pâte à braser par exploration laser.

12.4.2 Éprouvette

Environ 100 g de pâte à braser.

12.4.3 Appareils

- a) Appareil de diffraction laser.
- b) Balance.

- c) Bécher (200 ml).
- d) Verre de montre.
- e) Alcool isopropylique.
- f) Acétone.
- g) Spatule.
- h) Bain-marie.
- i) Dispositif de chauffage.

12.4.4 Préparation

Le cas échéant, attendre le retour à température ambiante de la pâte à braser.

12.4.4.1 Mode opératoire d'essai

- a) Homogénéiser la pâte en remuant avec la spatule.
- b) Peser environ 100 g de pâte à braser dans un bécher suffisamment propre.
- c) Ajouter environ 150 ml d'alcool isopropylique.
- d) Chauffer à $(50 \pm 5) ^\circ\text{C}$.
- e) Mélanger à l'aide de la spatule de manière à dissoudre le flux de la pâte dans le solvant.
- f) Recouvrir le bécher avec le verre de montre.
- g) Laisser refroidir le bécher à température ambiante, puis laisser reposer tant que la poudre à braser n'est pas précipitée.
- h) Laisser écouler la solution autant que possible dans le bécher, en veillant à ne pas perdre de particules.
- i) Répéter cinq fois cette opération de distillation à l'alcool isopropylique.
- j) Ajouter environ 50 ml d'acétone à la poudre, puis remuer avec la spatule.
- k) Laisser précipiter les poudres.
- l) Verser l'acétone avec le plus de précaution possible.
- m) Placer le bécher dans le bain-marie, puis sécher intégralement la poudre.
- n) Retirer le bécher du bain-marie et laisser reposer jusqu'à température ambiante.

12.4.4.1.1 Essai

Prélever environ 0,15 g (l'équivalent d'une spatule) de poudre du bécher et mesurer la granulométrie conformément aux directions de l'appareil de diffraction laser.

12.4.4.1.2 Évaluation

Exprimer les masses de poudre supérieures, égales ou inférieures à la gamme de dimensions nominales en pourcentage de la masse de l'éprouvette d'origine. Entrer les données dans le Tableau 10.

NOTE Enregistrer les types d'appareil de diffraction laser et la longueur d'onde du laser dans la marge des valeurs données dans le Tableau 10.

Tableau 10 – Enregistrement de la répartition granulométrique de la poudre

Poudre	Répartition granulométrique en %			
	> 150 μm _____ %	> 75 μm _____ %	> 20 μm _____ %	< 20 μm _____ %
Type 1	_____ %	_____ %	_____ %	_____ %
Type 2	_____ %	_____ %	_____ %	_____ %
Type 3	_____ %	_____ %	_____ %	_____ %
Type 4	_____ %	_____ %	_____ %	
Type 5	_____ %	_____ %	_____ %	
Type 6	_____ %	_____ %	_____ %	

12.5 Essai 6X05: Détermination de la granulométrie maximale de la poudre**12.5.1 Objet**

Cette méthode d'essai a pour objet de déterminer la granulométrie (moyenne) maximale d'une pâte à braser à l'aide d'une jauge de broyage.

12.5.2 Éprouvette

Au moins 100 g de pâte à braser mélangée de manière uniforme.

12.5.2.1 Mode opératoire**12.5.2.2 Appareils**

- Jauge de broyage Hegman Type CMA 185* ou équivalent. Un bloc d'acier trempé, d'acier inoxydable ou d'acier chromé d'environ 175 mm de long, 65 mm de large et 13 mm d'épaisseur.
- La surface supérieure du bloc doit être lisse et plane. Elle doit contenir une ou deux rainures de 140 mm de longueur étalonnée et 12,5 mm de largeur, parallèle(s) aux côtés les plus longs du bloc.
- Chaque rainure doit être uniformément dépouillée en profondeur dans la direction de la longueur (50 μm à 100 μm , par exemple) à 10 mm d'une extrémité à une profondeur nulle à l'autre extrémité, avec des étalonnages intermédiaires conformes à la profondeur en ces points.
- Raclette: une lame d'acier trempé, d'acier inoxydable ou d'acier chromé à simple ou double tranchant de 90 mm de long, 38 mm de large et 6,4 mm d'épaisseur. Le/Les bord(s) sur les longueurs doivent être rectilignes et arrondis selon un rayon d'environ 0,38 mm.

12.5.2.3 Essai

Utiliser une jauge de broyage (Hegman) Type CMA 185, ou équivalent, pour déterminer la granulométrie maximale et moyenne de la poudre.

12.5.3 Évaluation

L'acceptation de chaque type de poudre doit reposer sur les spécifications du Tableau 11, et les résultats doivent être entrés dans le Tableau 12.

Tableau 11 – Acceptation des poudres par tailles de particule

Type de poudre	1 ^{er}	4 ^{ième}	Principal
Type 1	160 µm	150 µm	140 µm
Type 2	80 µm	75 µm	65 µm
Type 3	50 µm	45 µm	40 µm
Type 4	40 µm	38 µm	35 µm
Type 5	30 µm	25 µm	23 µm
Type 6	20 µm	15 µm	15 µm

Tableau 12 – Rapport d'essai sur la pâte à braser

Entrer les informations appropriées dans la partie supérieure du rapport, puis le renseigner en entrant les résultats d'essai ou en cochant les espaces prévus à cet effet.

__ Objet de l'inspection: _____ Numéro d'identification LPQ: _____
 __ Qualification : _____ Identification du fabricant: _____
 __ Conformité à la qualité par lot : _____ Numéro de lot du fabricant: _____
 __ Conformité à la qualité par durée: Date de fabrication: _____
 __ Extension de durée de stockage : Utilisation d'origine par date: _____
 __ Performance : _____ Utilisation révisée par date: _____
 Date de fin de l'inspection: _____ Résultats globaux: __ Réussite __ Échec
 Inspection réalisée par: _____ Assisté de: _____

Inspections	Exigences réelles de l'utilisateur	Résultat d'essai	R/É*	Soumis à essai par et date
Matériau				
Visuelle				
Teneur en métal				
Viscosité				
Bille de soudure				
Affaissement				
Alliage				
Flux				
Granulométrie de la poudre				
% dans l'écran supérieur				
% dans l'écran suivant				
% dans l'écran inférieur				
% au fond du récepteur				
Granulométrie maximale de la poudre				
Forme de la poudre				
Adhérence				
Mouillage				
* R/É = REUSSITE/ECHEC. Entrer R si les résultats d'essai se trouvent dans la tolérance de l'exigence réelle. Dans le cas contraire, entrer É.				

12.5.4 Documents de référence

ASTM D-1210-79 Fineness of Dispersion of Pigment-Vehicle Systems

*Source: Precision Gage & Tool Co. 375 Gargrave Road., Dayton, Ohio 45449 (937) 866-9666

12.6 Essai 6X06: Teneur en métal de la pâte à braser en poids

12.6.1 Objet

Ce mode opératoire permet de déterminer le pourcentage de teneur en métal de la pâte à braser.

12.6.2 Éprouvette

50 g de pâte à braser.

12.6.3 Appareils

- a) Balance.
- b) Creuset ou bécher.
- c) Source de chaleur.
- d) Solvant de flux.

12.6.4 Mode opératoire

12.6.4.1 Préparation

Peser 10 g à 50 g (au 0,01 g près) de pâte à braser dans un récipient taré prévu pour la fusion de la pâte à braser.

12.6.4.2 Essai

- a) Fusionner la brasure à environ 25 °C au-dessus du liquidus de l'alliage, retirer de la chaleur et laisser solidifier la brasure.
- b) Extraire le flux résiduel de la fusion avec un solvant adapté, sécher et peser au 0,01 g près pour déterminer le pourcentage de teneur en métal.

12.6.4.3 Évaluation

La teneur en métal de la pâte à braser doit être calculée en pourcentage par masse grâce à la formule suivante:

$$C_{\text{met}}(\%) = \frac{W_2}{W_1} \times 100$$

où

C_{met} est la teneur en métal;

W_1 est le poids de la pâte à braser utilisée pour l'essai; et

W_2 est le poids du métal, exempt de flux.

Entrer les résultats dans le Tableau 13.

Tableau 13 – Rapport d'essai sur la pâte à braser

Entrer les informations appropriées dans la partie supérieure du rapport, puis le renseigner en entrant les résultats d'essai ou en cochant les espaces prévus à cet effet.

__ Objet de l'inspection: _____ Numéro d'identification LPQ: _____

__ Qualification : _____ Identification du fabricant: _____

__ Conformité à la qualité par lot : _____ Numéro de lot du fabricant: _____

__ Conformité à la qualité par durée: Date de fabrication: _____

__ Extension de durée de stockage : Utilisation d'origine par date: _____

__ Performance : _____ Utilisation révisée par date: _____

Date de fin de l'inspection: _____ Résultats globaux: __ Réussite __ Échec

Inspection réalisée par: _____ Assisté de: _____

Inspections	Exigences réelles de l'utilisateur	Résultat d'essai	R/É*	Soumis à essai par et date
Matériau				
Visuelle				
Teneur en métal				
Viscosité				
Bille de soudure				
Affaissement				
Alliage				
Flux				
Granulométrie de la poudre				
% dans l'écran supérieur				
% dans l'écran suivant				
% dans l'écran inférieur				
% au fond du récepteur				
Granulométrie maximale de la poudre				
Forme de la poudre				
Adhérence				
Mouillage				
* R/É = REUSSITE/ECHEC. Entrer R si les résultats d'essai se trouvent dans la tolérance de l'exigence réelle. Dans le cas contraire, entrer É.				

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

3, rue de Varembé
P.O. Box 131
CH-1211 Geneva 20
Switzerland

Tel: + 41 22 919 02 11
Fax: + 41 22 919 03 00
info@iec.ch
www.iec.ch