

DIN EN 61189-6



ICS 31.180

**Prüfverfahren für Elektromaterialien, Verbindungsstrukturen und Baugruppen –
Teil 6: Prüfverfahren für Materialien, die bei der Herstellung elektronischer Baugruppen eingesetzt werden (IEC 61189-6:2006);
Deutsche Fassung EN 61189-6:2006**

Test methods for electrical materials, interconnection structures and assemblies –
Part 6: Test methods for materials used in manufacturing electronic assemblies
(IEC 61189-6:2006);
German version EN 61189-6:2006

Méthodes d'essais pour les matériaux électriques, les structures d'interconnexion et les ensembles –
Partie 6: Méthodes d'essais pour les matériaux utilisés dans la fabrication des assemblages électroniques (CEI 61189-6:2006);
Version allemande EN 61189-6:2006

Gesamtumfang 45 Seiten

DKE Deutsche Kommission Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik im DIN und VDE

Beginn der Gültigkeit

Die von CENELEC am 2006-08-01 angenommene EN 61189-6 gilt als DIN-Norm ab 2007-03-01.

Nationales Vorwort

Vorausgegangener Norm-Entwurf: E DIN IEC 61189-6:2002-11.

Für diese Norm ist das nationale Arbeitsgremium K 682 „Montageverfahren für elektronische Baugruppen“ der DKE Deutsche Kommission Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik im DIN und VDE (<http://www.dke.de>) zuständig.

Die enthaltene IEC-Publikation wurde vom TC 91 „Electronics assembly technology“ erarbeitet.

Das IEC-Komitee hat entschieden, dass der Inhalt dieser Publikation bis zu dem auf der IEC-Website unter „<http://webstore.iec.ch>“ mit den Daten zu dieser Publikation angegebenen Datum (maintenance result date) unverändert bleiben soll. Zu diesem Zeitpunkt wird entsprechend der Entscheidung des Komitees die Publikation

- bestätigt,
- zurückgezogen,
- durch eine Folgeausgabe ersetzt oder
- geändert.

Für den Fall einer undatierten Verweisung im normativen Text (Verweisung auf eine Norm ohne Angabe des Ausgabedatums und ohne Hinweis auf eine Abschnittsnummer, eine Tabelle, ein Bild usw.) bezieht sich die Verweisung auf die jeweils neueste gültige Ausgabe der in Bezug genommenen Norm.

Für den Fall einer datierten Verweisung im normativen Text bezieht sich die Verweisung immer auf die in Bezug genommene Ausgabe der Norm.

Der Zusammenhang der zitierten Normen mit den entsprechenden Deutschen Normen ergibt sich, soweit ein Zusammenhang besteht, grundsätzlich über die Nummer der entsprechenden IEC-Publikation. Beispiel: IEC 60068 ist als EN 60068 als Europäische Norm durch CENELEC übernommen und als DIN EN 60068 ins Deutsche Normenwerk aufgenommen.

Prüfverfahren für Elektromaterialien, Verbindungsstrukturen und Baugruppen –
Teil 6: Prüfverfahren für Materialien, die bei der Herstellung elektronischer
Baugruppen eingesetzt werden
(IEC 61189-6:2006)

Test methods for electrical materials,
interconnection structures and assemblies –
Part 6: Test methods for materials used in
manufacturing electronic assemblies
(IEC 61189-6:2006)

Méthodes d'essais pour les matériaux
électriques, les structures d'interconnexion et
les ensembles –
Partie 6: Méthodes d'essais pour les matériaux
utilisés dans la fabrication des assemblages
électroniques
(CEI 61189-6:2006)

Diese Europäische Norm wurde von CENELEC am 2006-08-01 angenommen. Die CENELEC-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist.

Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Zentralsekretariat oder bei jedem CENELEC-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CENELEC-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Zentralsekretariat mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CENELEC-Mitglieder sind die nationalen elektrotechnischen Komitees von Belgien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.

CENELEC

Europäisches Komitee für Elektrotechnische Normung
European Committee for Electrotechnical Standardization
Comité Européen de Normalisation Electrotechnique

Zentralsekretariat: rue de Stassart 35, B-1050 Brüssel

© 2006 CENELEC – Alle Rechte der Verwertung, gleich in welcher Form und in welchem Verfahren, sind weltweit den Mitgliedern von CENELEC vorbehalten.

Ref. Nr. EN 61189-6:2006 D

Vorwort

Der Text des Schriftstücks 91/593/FDIS, zukünftige 1. Ausgabe von IEC 61189-6, ausgearbeitet von dem IEC TC 91 „Electronics assembly technology“, wurde der IEC-CENELEC Parallelen Abstimmung unterworfen und von CENELEC am 2006-08-01 als EN 61189-6 angenommen.

Nachstehende Daten wurden festgelegt:

- spätestes Datum, zu dem die EN auf nationaler Ebene durch Veröffentlichung einer identischen nationalen Norm oder durch Anerkennung übernommen werden muss (dop): 2007-05-01
- spätestes Datum, zu dem nationale Normen, die der EN entgegenstehen, zurückgezogen werden müssen (dow): 2009-08-01

Der Anhang ZA wurde von CENELEC hinzugefügt.

Anerkennungsnotiz

Der Text der Internationalen Norm IEC 61189-6:2006 wurde von CENELEC ohne irgendeine Abänderung als Europäische Norm angenommen.

Inhalt

	Seite
Vorwort	2
Einführung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Genauigkeit, Präzision und Auflösung	6
3.1 Genauigkeit	6
3.2 Präzision	7
3.3 Auflösung	8
3.4 Prüfbericht	8
3.5 Studentsche t -Verteilung	8
3.6 Empfohlene Unsicherheits-Grenzwerte	9
4 Verzeichnis zugelassener Prüfverfahren	10
5 P: Verfahren zur Vorbereitung und Beanspruchung von Prüflingen	10
6 V: Sichtprüfungen	10
7 D: Maßprüfungen	10
8 C: Chemische Prüfverfahren	10
8.1 Prüfung 6C01: Bestimmung des Säurewertes von flüssigen Löt-Flussmitteln durch potentiometrische und visuelle Titration	10
8.2 Prüfung 6C02: Bestimmung von Halogenen in Flussmitteln nach dem Silberchromat-Verfahren	13
8.3 Prüfung 6C03: Bestimmung des Feststoffgehaltes in Flussmitteln	15
8.4 Prüfung 6C04: Quantitative Bestimmung des Halogengehaltes (Chloride und Bromide) in Flussmitteln	16
8.5 Prüfung 6C05: Qualitative Bestimmung des Fluorid-Gehaltes in Flussmitteln mittels punktueller Prüfung	21
8.6 Prüfung 6C06: Quantitative Fluorid-Bestimmung in Flussmitteln	22
8.7 Prüfung 6C07: Säurezahl von Kolophonium	25
8.8 Prüfung 6C08: Bestimmung der Dichte von Flüssigkeiten	25
8.9 Prüfung 6C09: Bestimmung des prozentualen Flussmittelanteils auf/in flussmittelbeschichteten Loten und/oder Loten mit Flussmittelseele	26
8.10 Prüfung 6C10: Durch Flussmittel verursachte Korrosion (Kupferspiegel-Verfahren)	28
9 M: Mechanische Prüfverfahren	30
10 E: Elektrische Prüfverfahren	30
11 N: Umweltprüfverfahren	30
12 X: Sonstige Prüfverfahren	31
12.1 Prüfung 6X01: Bestimmung der Partikelgrößen-Verteilung in Lotpulvern, Sieb-Verfahren für die Pulver-Typen 1 bis 4	31
12.2 Prüfung 6X02: Messung der Partikelgrößen-Verteilung in Lotpulvern – Mikroskop-Verfahren	33
12.3 Prüfung 6X03: Partikelgrößen-Verteilung in Lotpulvern – Verfahren der optischen Bildanalyse	34

12.4	Prüfung 6X04: Bestimmung der Partikelgrößen-Verteilung in Lotpulvern – Laser-Beugungs-Verfahren	36
12.5	Prüfung 6X05: Bestimmung der maximalen Partikelgröße in Lotpulvern	38
12.6	Prüfung 6X06: Metallgehalt von Lotpasten mittels Gewichtsbestimmung	41
Anhang ZA (normativ) Normative Verweisungen auf internationale Publikationen mit ihren entsprechenden europäischen Publikationen		43

Bilder

Bild 1	– Ergebnisse der Prüfung auf Chloride und/oder Bromide	15
Bild 2	– Prüfvorrichtung zur Bestimmung der Dichte von Flüssigkeiten (Hydrometer-Ablesung)	26
Bild 3	– Flussmittel-Klassifizierung nach der Kupferspiegel-Prüfung	30

Tabellen

Tabelle 1	– Studentsche t -Verteilung	9
Tabelle 2	– Beziehung zwischen Halogengehalt des Flussmittels und Prüflings-Masse	20
Tabelle 3	– Mischungsverhältnis von Prüflings- und Wassermenge	23
Tabelle 4	– Mischungsverhältnis von Prüflings- und Chloroformmenge	23
Tabelle 5	– Maschenweite der zu verwendenden Siebe	32
Tabelle 6	– Partikelgrößen-Anteile einer Stichprobe in Gew.-% – Nennwerte	32
Tabelle 7	– Aufzeichnung der Partikelgrößen-Verteilung von Pulvern	33
Tabelle 8	– Aufzeichnung der Partikelgrößen-Verteilung von Pulvern	34
Tabelle 9	– Aufzeichnung der Partikelgrößen-Verteilung (optische Analyse)	36
Tabelle 10	– Aufzeichnung der Partikelgrößen-Verteilung	38
Tabelle 11	– Annahme von Pulvern nach Partikelgröße	39
Tabelle 12	– Prüfbericht zu Lotpasten	40
Tabelle 13	– Prüfbericht zu Lotpasten	42

Einführung

IEC 61189 bezieht sich sowohl auf Prüfverfahren für Leiterplatten und daraus hergestellte Baugruppen als auch auf Prüfverfahren für die eingesetzten Materialien oder auf Verfahren zur Bestimmung der Widerstandsfähigkeit von Bauteilen, unabhängig vom jeweiligen Herstellungsverfahren.

Die Norm ist in einzelne Teile unterteilt, in denen Informationen für den Konstrukteur, den Prüfsingenieur oder den Techniker enthalten sind. Jeder Teil ist in eine spezifische Blickrichtung orientiert. Die Verfahren sind nach ihrer Anwendung in Gruppen zusammengefasst und in der Reihenfolge ihrer Entwicklung und Freigabe nummeriert.

In einigen Fällen sind Prüfverfahren, die von anderen TCs (z. B. TC 104) entwickelt wurden, aus den bestehenden IEC-Normen reproduziert worden, um dem Leser einen umfassenden Satz von Prüfverfahren an die Hand zu geben. Wenn dies der Fall ist, ist das bei dem speziellen Prüfverfahren vermerkt; wenn das Prüfverfahren bei der Reproduktion geringfügig geändert wurde, sind die Abschnitte, in denen Änderungen vorgenommen wurden, gekennzeichnet.

Dieser Teil von IEC 61189 enthält Prüfverfahren zur Beurteilung von Materialien, die bei der Herstellung von elektronischen Baugruppen eingesetzt werden. Die Verfahren sind in sich geschlossen bei ausreichender Detaillierung und Beschreibung, um Gleichmäßigkeit und Reproduzierbarkeit in den Verfahren und der Prüfmethodik zu erreichen.

Die in dieser Norm aufgeführten Prüfungen sind nach folgendem Schema in Gruppen unterteilt:

- P: Verfahren zur Vorbereitung/Beanspruchung von Prüflingen
- V: Sichtprüfungen
- D: Maßprüfungen
- C: Chemische Prüfverfahren
- M: Mechanische Prüfverfahren
- E: Elektrische Prüfverfahren
- N: Umweltprüfverfahren
- X: Sonstige Prüfverfahren

Um eine Bezugnahme auf die Prüfungen zu ermöglichen, eine Gleichmäßigkeit der Darstellung zu erhalten und einer künftigen Erweiterung des Systems Rechnung zu tragen, wird jede Prüfung durch eine Zahl (zugeteilt in der Reihenfolge der Erarbeitung) gekennzeichnet, die dem vorangestellten Kennbuchstaben für die Gruppe (Gruppen-Code), zu der die Prüfung gehört, hinzugefügt wird.

Die Nummer des Prüfverfahrens hat keine Bedeutung hinsichtlich einer möglicherweise vorgesehenen Reihenfolge der Prüfungen; diese Verantwortung liegt bei der Einzelbestimmung, die die durchzuführende Prüfung angibt. Die Einzelbestimmung beschreibt auch in den meisten Fällen Annahme/Rückweise-Kriterien.

Die Buchstaben-Zahlen-Kombinationen dienen zur Bezugnahme in den Einzelbestimmungen. So bedeutet „6C02“ das zweite chemische Prüfverfahren, das in IEC 61189-6 beschrieben ist. In diesem Beispiel bedeutet die Zahl 6 die Nummer des Teils der IEC-Norm (61189-6), C die Gruppe der Prüfverfahren und 02 die Nummer des Prüfverfahrens.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von IEC 61189 ist ein Katalog von Prüfverfahren, die methodische Verfahren und Prüfabläufe darstellen, die auf Materialien angewandt werden können, die bei der Herstellung von Baugruppen eingesetzt werden.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

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 Genauigkeit, Präzision und Auflösung

Alle Messvorgänge werden von Fehlern und Messunsicherheiten begleitet. Die unten aufgeführten Informationen ermöglichen eine stichhaltige Abschätzung der Höhe des Fehlers und der Messunsicherheit, die berücksichtigt werden müssen.

Die Prüfdaten dienen mehreren Zwecken, wie

- Prozessüberwachung,
- Erhöhung des Vertrauens in die Qualitäts-Konformitätsprüfung,
- Vermittlung zwischen Abnehmer und Lieferant.

In jedem dieser Fälle ist es wesentlich, dass Vertrauen auf die Prüfdaten gesetzt werden kann, und zwar hinsichtlich

- Genauigkeit: Eichung der Prüfgeräte und/oder des Prüfsystems,
- Präzision: Reproduzierbarkeit und Unsicherheit der Messung,
- Auflösung: Eignung des Gerätes und/oder Systems zur Prüfung.

3.1 Genauigkeit

Das System, nach dem die Routineeichung der Prüfeinrichtung durchgeführt wird, muss in der Qualitätsdokumentation des Lieferanten oder der die Prüfung ausführenden Vertretung eindeutig festgelegt werden und muss die Anforderungen nach ISO 9001 erfüllen.

Die Eichung muss von einer offiziellen Stelle durchgeführt werden, die von einem nationalen oder internationalen Institut für Mess-Standardisierung anerkannt ist. Es sollte eine ununterbrochene Eichreihe nach einer nationalen oder internationalen Norm vorliegen.

Wenn eine Eichung nach einer nationalen oder internationalen Norm nicht möglich ist, können auch Rundversuchs-Techniken eingesetzt und dokumentiert werden, um das Vertrauen in die Messgenauigkeit zu erhöhen.

Die Eichintervalle sind normalerweise auf ein Jahr zu setzen. Ausrüstungen, deren Messwerte durchweg außerhalb der zulässigen Genauigkeitsgrenzen liegen, müssen verkürzten Eichintervallen unterworfen werden. Bei Ausrüstungen, deren Messwerte durchweg gut innerhalb der zulässigen Grenzen liegen, darf mit verlängerten Eichintervallen gearbeitet werden.

Für jedes Gerät ist eine Aufzeichnung über Eichungs- und Instandhaltungsverlauf bereitzustellen. In diesen Aufzeichnungen sollte auch die Unsicherheit der Eichtechnik ($\pm$ Abweichung in %) festgelegt sein, um Messunsicherheiten aufsummieren und bestimmen zu können.

Es ist auch ein Verfahren vorzusehen, nach dem vorzugehen ist, wenn ein Gerät nicht mehr innerhalb der Eichgrenzen arbeitet.

3.2 Präzision

Die Gesamtunsicherheit einer Messtechnik wird sowohl aus systematischen als auch aus zufälligen Unsicherheiten aufgebaut. Alle Fehlerabschätzungen müssen auf einem einzigen Vertrauensbereich beruhen, der mindestens 95 % betragen muss.

Die systematischen Unsicherheiten bilden den überwiegenden Anteil, sie umfassen alle Unsicherheiten, die nicht zu einer zufälligen Schwankung zu zählen sind. Zu ihnen gehören:

- Eichunsicherheiten;
- Fehler, die darauf beruhen, dass das Gerät unter anderen Bedingungen eingesetzt wird als jenen, unter denen die Eichung vorgenommen worden ist;
- Fehler in der Skaleneinteilung bei Analog-Messgeräten (Skalenformfehler).

Zufällige Unsicherheiten haben zahlreiche Ursachen, sie können aber aus wiederholten Messungen eines Standard-Parameters abgeleitet werden. Daher ist es notwendig, die Einzelanteile zu isolieren. Zu diesen Unsicherheiten können gezählt werden:

- Zufällige Schwankungen, z. B. solche, die auf der Änderung einer Einflussgröße beruhen. Bezeichnend ist, dass Änderungen des Klimas die Wiederholbarkeit einer Messung verringern;
- Unzulänglichkeit im Unterscheidungsvermögen, wie z. B. das Einstellen eines Zeigers auf eine Einstellmarke oder die Interpolation zwischen Skalenstrichen auf einer Analogskala.

Häufung von Unsicherheiten: In den meisten Fällen kann eine geometrische Addition (Wurzel aus der Summe der Quadrate) der Unsicherheiten angewandt werden. Ein Interpolationsfehler wird üblicherweise getrennt addiert und kann als 20 % der Differenz zwischen den feinsten Skaleneinteilungen des Gerätes angenommen werden.

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

Dabei ist

U_t die Gesamtunsicherheit,

U_s die systematische Unsicherheit,

U_r die zufällige Unsicherheit,

U_i der Interpolationsfehler.

Bestimmung der zufälligen Unsicherheiten: Eine zufällige Unsicherheit kann durch wiederholte Messungen des betrachteten Parameters und anschließende statistische Auswertung der Messdaten bestimmt werden. Bei dieser Technik wird angenommen, dass die Messdaten eine Normalverteilung (Gaußverteilung) zeigen:

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

Dabei ist

U_r die zufällige Unsicherheit;

n die Stichprobengröße;

t die Prozentpunkt der t -Verteilung aus 3.5 oder aus statistischen Tabellen;

σ die Standardabweichung (σ_{n-1}).

3.3 Auflösung

Es ist von höchster Wichtigkeit, dass die verwendete Prüfeinrichtung eine hinreichende Auflösung aufweist. Die eingesetzten Messsysteme sollten eine Auflösung von 10 % (oder weniger) der Prüfgrenzabweichung besitzen.

Es wird eingeräumt, dass bei einigen Techniken eine physikalische Begrenzung der Auflösung gegeben ist (z. B. optische Auflösung).

3.4 Prüfbericht

Zusätzlich zu den Anforderungen, die in den Prüfnormen festgelegt sind, muss der Prüfbericht folgende Angaben enthalten:

- a) verwendetes Prüfverfahren;
- b) Identität der Stichprobe(n);
- c) Prüfgeräte;
- d) festgelegte Grenzwerte;
- e) Abschätzung der Messunsicherheit und daraus resultierende Arbeitsgrenzen der Prüfung;
- f) detaillierte Prüfergebnisse;
- g) Prüfdatum und Unterschrift des Bearbeiters.

3.5 Studentsche t -Verteilung

In Tabelle 1 sind Werte des t -Faktors für eine statistische Sicherheit von 95 % bzw. 99 % als Funktion der Anzahl der Messwerte angegeben. Es ist – wie in den praktischen Beispielen in Anhang A gezeigt wird – ausreichend, mit einer statistischen Sicherheit von 95 % zu arbeiten.

Tabelle 1 – Studentsche *t*-Verteilung

Stichproben- größe	<i>t</i> -Wert 95 %	<i>t</i> -Wert 99 %		Stichproben- größe	<i>t</i> -Wert 95 %	<i>t</i> -Wert 99 %
2	12,7	63,7		14	2,16	3,01
3	4,30	9,92		15	2,14	2,98
4	3,18	5,84		16	2,13	2,95
5	2,78	4,60		17	2,12	2,92
6	2,57	4,03		18	2,11	2,90
7	2,45	3,71		19	2,10	2,88
8	2,36	3,50		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	2,20	3,11		24	2,065	2,80
13	2,18	3,05		25	2,06	2,79

3.6 Empfohlene Unsicherheits-Grenzwerte

Folgende Zielwerte für die Unsicherheit werden empfohlen:

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

Widerstand

- e) Erdung und Durchgang: $\pm 10 \%$
- f) Isolation: $\pm 10 \%$
- g) Frequenz: $\pm 0,2 \%$

Zeit

- h) Intervall < 60 s: $\pm 1 \%$
- i) Intervall > 60 s: $\pm 2 \%$
- j) Masse < 10 g: $\pm 0,5 \%$
- k) Masse 10 g bis 100 g: $\pm 1 \%$
- l) Masse > 100 g: $\pm 2 \%$
- m) Kraft: $\pm 2 \%$
- n) Maße < 25 mm: $\pm 0,5 \%$
- o) Maße > 25 mm: $\pm 0,1 \text{ mm}$
- p) Temperatur < 100 °C: $\pm 1,5 \%$
- q) Temperatur > 100 °C: $\pm 3,5 \%$
- r) rel. Feuchte 30 % bis 75 %: $\pm 5 \%$ rel. Feuchte

Metallisierungsdicke

- s) Rückstreuverfahren: $\pm 10 \%$
- t) Mikroschliff: $\pm 2 \mu\text{m}$
- u) Ionische Verunreinigung: $\pm 10 \%$

4 Verzeichnis zugelassener Prüfverfahren

Diese Norm liefert spezifische Prüfverfahren, die sehr ausführlich dargestellt sind, um eine Arbeitsweise mit einem Minimum an Querverweisen auf andere spezifische Verfahren zu gestatten. Bei den Verfahren ist die Anwendung von allgemeinen Beanspruchungen durch Verweise auf andere Normen, z. B. auf IEC 61189-1 und IEC 60068-1, geregelt und bildet, wenn zutreffend, einen zwingend vorgeschriebenen Teil der Prüfnorm.

Jedes Verfahren hat einen eigenen Titel, eine eigene Nummer und einen eigenen Ausgabestand, um eine Modernisierung und Verbesserung der Verfahren zu ermöglichen, da sich die Industrieanforderungen ändern oder eine neue Methodik erforderlich machen. Die Verfahren sind in Prüfverfahrens-Gruppen und Einzelprüfungen organisiert.

5 P: Verfahren zur Vorbereitung und Beanspruchung von Prüflingen

In Vorbereitung.

6 V: Sichtprüfungen

In Vorbereitung.

7 D: Maßprüfungen

In Vorbereitung.

8 C: Chemische Prüfverfahren

8.1 Prüfung 6C01: Bestimmung des Säurewertes von flüssigen Löt-Flussmitteln durch potentiometrische und visuelle Titration

8.1.1 Zweck

Dieses Verfahren legt zwei Vorgehensweisen zur Bestimmung des Säurewertes eines Flussmittels vom Typ L, M oder H fest.

Das Verfahren A ist ein potentiometrisches Titrationsverfahren, das als Vergleichsverfahren anzusehen ist.

Das Verfahren B ist ein alternatives Titrationsverfahren mit visueller Endpunktermittlung.

Siehe dazu ISO 9455.

8.1.2 Prüflinge

Als Prüfling sind zu verwenden: Mindestens 2,0 g bei flüssigen Flussmitteln, 10 g einer Lotpaste, 150 g eines Lotdrahtes mit Flussmittelseele oder 10 g bei Lot-Vorformteilen.

8.1.3 Prüfgeräte und Reagenzien

8.1.3.1 Allgemeines

- a) Es sind nur Reagenzien einer anerkannten Analysenqualität und nur destilliertes oder deionisiertes Wasser zu verwenden.
- b) Es sind übliche Laborgeräte zu verwenden.
- c) Der Zusatz „M“ stellt die Molarität einer Lösung dar; sie wird berechnet, indem man die Molzahl des gelösten Stoffes durch die Literzahl der Lösung dividiert, d. h. 1,00 Mol Saccharose (etwa 342,3 g), gelöst in einem Liter Wasser, ergeben eine Lösung von 1,00 M (1,00 mol/l).

8.1.3.2 Geräte und Reagenzien zur potentiometrischen Titration (Verfahren A)

- a) 0,1 M (0,1 mol/l) Tetrabutyl-ammonium-hydroxid. Es ist eine handelsübliche Standardlösung zu verwenden oder eine durch Verdünnen einer handelsüblichen konzentrierten Standardlösung mit Isopropanol angesetzte Lösung. Diese Lösung ist gegen eine exakt ausgewogene Menge Benzoesäure (ungefähr 0,5 g), gelöst in Dimethylformamid und zuvor gegen Thymolblau neutralisiert, zu normieren.
- b) Isopropanol, neutralisiert mit einer Tetrabutyl-ammonium-hydroxid-Lösung bis zur Schwachrosa-Färbung unter Verwendung von Phenolphthalein als Indikator.
- c) Ethanol, 96 Volumen-%, neutralisiert mit einer Tetrabutyl-ammonium-hydroxid-Lösung bis zur Schwachrosa-Färbung unter Verwendung von Phenolphthalein als Indikator.
- d) Toluol, neutralisiert mit einer Tetrabutyl-ammonium-hydroxid-Lösung bis zur Schwachrosa-Färbung unter Verwendung von Phenolphthalein als Indikator.
- e) Ein Ethanol-Toluol-Gemisch, hergestellt aus gleichen Volumenanteilen von 96%igem Ethanol und Toluol.
- f) Ein Millivoltmeter oder ein pH-Wert-Messer.
- g) Glaselektroden.
- h) Eine gesättigte Kalomel- oder eine Silberchlorid/Silber-Elektrode.
- i) Ein Magnet- oder mechanischer Rührer mit einstellbarer Geschwindigkeit.

8.1.3.3 Reagenzien zur Titration mit visueller Endpunktbestimmung (Verfahren B)

- a) Ethanol, 96 Volumen-%, neutralisiert mit 0,1 molarer alkoholischer Kaliumhydroxid-Lösung bis zur Schwachrosa-Färbung unter Verwendung von Phenolphthalein als Indikator.
- b) Toluol, neutralisiert mit 0,1 molarer alkoholischer Kaliumhydroxid-Lösung bis zur Schwachrosa-Färbung unter Verwendung von Phenolphthalein als Indikator.
- c) Ein Ethanol-Toluol-Gemisch, hergestellt aus gleichen Volumenanteilen von 96%igem Ethanol und Toluol.
- d) Isopropanol, neutralisiert mit 0,1 molarer alkoholischer Kaliumhydroxid-Lösung bis zur Schwachrosa-Färbung unter Verwendung von Phenolphthalein als Indikator.
- e) Eine 0,1 molare alkoholische Kaliumhydroxid-Lösung. Es ist eine handelsübliche Standardlösung zu verwenden oder eine durch Verdünnen einer handelsüblichen konzentrierten Standardlösung mit Ethanol angesetzte Lösung. Diese Lösung ist gegen eine exakt ausgewogene Menge Benzoesäure (ungefähr 0,5 g), gelöst in Ethanol, zu normieren.
- f) Phenolphthalein-Indikator-Lösung. Es ist 1 g Phenolphthalein zu etwa 50 ml Methanol hinzuzugeben und zu vermischen. Nach Auflösen ist die Lösung mit Methanol auf 100 ml zu verdünnen und zu vermischen.

8.1.4 Durchführung

8.1.4.1 Potentiometrische Titration (Verfahren A)

- a) Durch Vorversuche ist zu ermitteln, ob die Flussmittel-Probe in Isopropanol, 96%igem Ethanol, Toluol oder einem Ethanol-Toluol-Gemisch löslich ist. Wenn sie in einem dieser Lösemittel nicht vollständig löslich ist, ist das Lösemittel auszuwählen, in dem sie am besten löslich erscheint. Wenn sie in allen vier Lösemitteln gleich gut löslich ist, ist Isopropanol zu verwenden.
- b) Das folgende Verfahren ist in dreifacher Ausführung an der Flussmittel-Probe durchzuführen.

- c) 2,0 g bis 5,0 g der flüssigen Flussmittel-Stichprobe ist auf 0,001 g genau abzuwiegen. Dabei sind Maßnahmen zu ergreifen, einen Verdampfungsverlust zu verhindern. Die größere Stichprobengröße ist für Flussmittel mit sehr geringem Feststoffanteil erforderlich. Die eingewogene Probe ist in ein niedriges 250-ml-Becherglas einzufüllen.
- d) Die Probe ist mit Isopropanol oder dem entsprechend der Löslichkeitscharakteristik des Flussmittels gewählten Lösemittel auf 100 ml zu verdünnen. Das Becherglas ist mit einem Uhrglas abzudecken und das Flussmittel durch leichtes Rühren aufzulösen.
- e) Man stellt das Becherglas auf das Stativ der Titrationsapparatur; die Elektroden, der Rührer und die Bürette werden eingerichtet. Die Geschwindigkeit des Rührers ist auf starkes Rühren einzustellen, ohne dass jedoch Spritzer entstehen. Es wird mit Tetrabutyl-ammonium-hydroxid-Lösung titriert, indem 1-ml-Mengen hinzugegeben und die Anzeige des pH-Wert-Messers oder des Millivoltmeters nach jeder Zugabe aufgezeichnet werden. In der Nähe des Endpunktes ist die Zugabe an Titrierlösung auf 0,1-ml-Mengen zu reduzieren. Die Titration ist fortzusetzen, bis der Endpunkt überschritten ist.
- f) Um die Titrationskurve zu erhalten, sind der pH-Wert oder die Spannungswerte gegen das Volumen des hinzugefügten Titriermittels aufzuzeichnen. Der Wendepunkt der Kurve entspricht dem Endpunkt der Titration.
- g) Zu Vergleichszwecken ist eine Leerbestimmung unter Verwendung aller Reagenzien durchzuführen.

8.1.4.2 Titration mit visueller Endpunktbestimmung (Verfahren B)

- a) Durch Vorversuche ist zu ermitteln, ob die Flussmittel-Probe in Isopropanol, 96%igem Ethanol, Toluol oder einem Ethanol-Toluol-Gemisch löslich ist. Wenn sie in einem dieser Lösemittel nicht vollständig löslich ist, ist das Lösemittel auszuwählen, in dem sie am besten löslich erscheint. Wenn sie in allen vier Lösemitteln gleich gut löslich ist, ist Isopropanol zu verwenden.
- b) Das folgende Verfahren ist in dreifacher Ausführung an der Flussmittel-Probe durchzuführen.
- c) Es ist eine hinreichend große Flussmittelmenge, die etwa 1 g nicht flüchtigem Anteil gemäß Prüfverfahren 6C03 entspricht, auf 0,001 g genau abzuwiegen. Bei flüssigen Flussmittel-Proben sind dabei Maßnahmen zu ergreifen, einen Verdampfungsverlust zu verhindern.
- d) Die abgewogene Probe ist in einen geeigneten Kolben oder ein Becherglas einzufüllen; dann sind 100 ml des ausgewählten Lösemittels hinzuzugeben. Man rührt die Lösung um, bis sich das Flussmittel so weit wie möglich aufgelöst hat. Es ist keine Erwärmung vorzunehmen.
- e) Man fügt drei Tropfen Phenolphthalein-Indikatorlösung hinzu und titriert mit Kaliumhydroxid (8.1.3.3), bis eine schwach-rosa Färbung über die ganze titrierte Lösung entsteht und 15 s bestehen bleibt.
- f) Zu Vergleichszwecken ist eine Leerbestimmung unter Verwendung aller Reagenzien durchzuführen.

8.1.4.3 Berechnung der Ergebnisse

- a) Der Säurewert wird ausgedrückt in mg Kaliumhydroxid pro g nicht-flüchtiger Anteil, ohne Rücksicht auf die zur Titration verwendete Lauge.
- b) Der Säurewert (ausgedrückt in mg Kaliumhydroxid pro g nicht-flüchtiger Anteil) ist gegeben durch:

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

Dabei ist

- V das Volumen der verwendeten Lauge (Tetrabutyl-ammonium-hydroxid für Verfahren A, Kaliumhydroxid für Verfahren B) in ml;
- M die Molarität der verwendeten Lauge;
- m die Masse der gezogenen Stichprobe in g;
- S der Prozentsatz des nicht-flüchtigen Anteils, ermittelt nach Prüfverfahren 6C03 dieser Norm.