

DIN EN 61189-5-2

ICS 31.180

Entwurf

Einsprüche bis 2013-06-08
Vorgesehen als
teilweiser Ersatz für
DIN EN 61189-5:2007-05

**Prüfverfahren für Elektromaterialien, Verbindungsstrukturen und Baugruppen –
Teil 5-2: Prüfverfahren für bestückte Leiterplatten: Teil Lötflussmittel
(IEC 91/1070/CD:2012)**

Test methods for electrical materials, interconnection structures and assemblies –
Part 5-2: Test methods for printed board assemblies: Soldering Flux
(IEC 91/1070/CD:2012)

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2013-04-02 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an dke@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an die DKE Deutsche Kommission Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik im DIN und VDE (Hausanschrift: Stresemannallee 15, 60596 Frankfurt am Main).

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 83 Seiten

DKE Deutsche Kommission Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik im DIN und VDE

Inhalt

	Seite
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Genauigkeit, Präzision und Auflösung	7
3.1 Genauigkeit	8
3.2 Präzision	8
3.3 Auflösung	9
3.4 Prüfbericht	9
3.5 Student'sche t -Verteilung	10
3.6 Vorgeschlagene Unsicherheits-Grenzwerte	10
4 Prüfverfahren für Lötflussmittel	11
4.1 Prüfung 5C01: Korrosion durch Flussmittel	11
4.2 Prüfung 5-2X01: Bestimmung der Aktivität flüssiger Flussmittel, Verfahren mittels Benetzungswaage	13
4.3 Prüfung 5-2X03: Ausbreitungsprüfung an flüssigen oder extrahierten Lotflussmitteln, an Lotpasten und extrahierten Flussmitteln aus Lotdrähten mit Flussmittelseele oder aus Lotvorformteilen	17
4.4 Prüfung 5-2X12: Haftvermögen von Flussmittel-Rückständen nach dem Trocknen	20
5 C: Chemische Prüfverfahren	22
5.1 Prüfung 6C01: Feststellung des Säuregrades von flüssigem Lötflussmittel – Potentiometrisches und visuelles Titrationsverfahren	22
5.2 Prüfung 6C02: Bestimmung von Halogeniden in Flussmitteln, Silberchromatmethode	25
5.3 Prüfung 6C03: Feststoffanteil, Flussmittel	27
5.4 Prüfung 6C04: Quantitative Bestimmung des Halogenidanteils in Flussmitteln (Chlorid und Bromid)	28
5.5 Prüfung 6C05: Qualitative Analyse von Fluoriden und Flussmittel durch Tüpfelprobe	33
5.6 Prüfung 6C06: Quantitative Bestimmung der Fluoridkonzentration in Flussmitteln	34
5.7 Prüfung 6C07: Säurezahl von Kolophonium	36
5.8 Prüfung 6C08: Dichte	36
5.9 Prüfung 6C09: Bestimmung des Prozentsatzes von Flussmittel auf/in flussmittelbeschichtetem Lot und/oder Lot mit Flussmittelseele	37
5.10 Prüfung 6C10: Flussmittelinduzierte Korrosion (Kupferspiegelverfahren)	39
Literaturhinweise	42
Bild 1 – Benetzungswaage – Prüfgerät	15
Bild 2 – Benetzungswaage – Messkurve	16
Bild 3 – Ergebnisse der Chlorid- und/oder Bromidprüfungen	27
Bild 4 – Prüfausrüstung für die Bestimmung der Dichte (Hydrometermesswert)	37
Bild 5 – Klassifikation der Flussmittelarten durch die Kupferspiegelprüfung	40

	Seite
Tabelle 1 – Student'sche t -Verteilung.....	10
Tabelle 2 – Typische Ausbreitungsflächen in mm ²	18
Tabelle 3 – Beziehung zwischen Halogenidgehalt und Masse des Prüflings.....	31
Tabelle 4 – Mischverhältnis Prüflingsgröße zu Wasserqualität.....	34

Nationales Vorwort

Das internationale Dokument IEC 91/1070/CD:2012 „Test methods for electrical materials, interconnection structures and assemblies – Part 5-2: Test methods for printed board assemblies: Soldering Flux“ (CD, en: Committee Draft) ist unverändert in diesen Norm-Entwurf übernommen worden. Dieser Norm-Entwurf enthält eine noch nicht autorisierte deutsche Übersetzung.

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung des CD entsprechend der diesbezüglich durch die IEC erteilten Erlaubnis beigefügt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen IEC-Text.

Das internationale Dokument wurde vom TC 91 „Electronics assembly technology“ der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) erarbeitet und den nationalen Komitees zur Stellungnahme vorgelegt.

Die IEC und das Europäische Komitee für Elektrotechnische Normung (CENELEC) haben vereinbart, dass ein auf IEC-Ebene erarbeiteter Entwurf für eine Internationale Norm zeitgleich (parallel) bei IEC und CENELEC zur Umfrage (CDV-Stadium) und Abstimmung als FDIS (en: Final Draft International Standard) bzw. Schluss-Entwurf für eine Europäische Norm gestellt wird, um eine Beschleunigung und Straffung der Normungsarbeit zu erreichen. Dokumente, die bei CENELEC als Europäische Norm angenommen und ratifiziert werden, sind unverändert als Deutsche Normen zu übernehmen.

Da der Abstimmungszeitraum für einen FDIS bzw. Schluss-Entwurf prEN nur 2 Monate beträgt, und dann keine sachlichen Stellungnahmen mehr abgegeben werden können, sondern nur noch eine „JA/NEIN“-Entscheidung möglich ist, wobei eine „NEIN“-Entscheidung fundiert begründet werden muss, wird bereits der CD als DIN-Norm-Entwurf veröffentlicht, um die Stellungnahmen aus der Öffentlichkeit frühzeitig berücksichtigen zu können.

Für dieses Dokument ist das nationale Arbeitsgremium K 682 „Montageverfahren für elektronische Baugruppen“ der DKE Deutsche Kommission Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik im DIN und VDE (www.dke.de) zuständig.

Für den Fall einer undatierten Verweisung im normativen Text (Verweisung auf eine Norm ohne Angabe des Ausgabedatums und ohne Hinweis auf eine Abschnietsnummer, 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.

Änderungen

Gegenüber DIN EN 61189-5:2007-05 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Teil 5-2 beinhaltet jetzt die Prüfverfahren für bestückte Leiterplatten: Teil Lötflusmittel;
- b) Alle Abschnitte wurden unter Berücksichtigung des gesamten Inhalts der vorherigen Ausgabe entsprechend den aktuellen Anforderungen an Form und Gestaltung überarbeitet;
- c) Abschnitt 4.1: Test 5C01 entspricht dem bisherigen Abschnitt 8.1, Abschnitt 4.2: Test 5-2X01 entspricht dem bisherigen Abschnitt 12.1, Abschnitt 4.3: Test 5-2X03 entspricht dem bisherigen Abschnitt 12.3, Abschnitt 4.4: Test 5-2X12 entspricht dem bisherigen Abschnitt 12.12;
- h) Neu hinzugefügt wurde Abschnitt 5.1: Prüfung 6C01;
- i) Neu hinzugefügt wurde Abschnitt 5.2: Prüfung 6C02;
- j) Neu hinzugefügt wurde Abschnitt 5.3: Prüfung 6C03;
- k) Neu hinzugefügt wurde Abschnitt 5.4: Prüfung 6C04;
- l) Neu hinzugefügt wurde Abschnitt 5.5: Prüfung 6C06;
- m) Neu hinzugefügt wurde Abschnitt 5.6: Prüfung 6C06;
- n) Neu hinzugefügt wurde Abschnitt 5.7: Prüfung 6C07;
- o) Neu hinzugefügt wurde Abschnitt 5.8: Prüfung 6C08;
- p) Neu hinzugefügt wurde Abschnitt 5.9: Prüfung 6C09;
- q) Neu hinzugefügt wurde Abschnitt 5.10: Prüfung 6C10.

Einleitung

IEC 61189 bezieht sich auf Prüfverfahren für die Robustheit von Materialien oder Baugruppen für Leiterplatten, unabhängig vom jeweiligen Herstellungsverfahren.

Die Norm ist in einzelne Teile unterteilt, in denen Informationen für den Konstrukteur, den Prüflingenieur 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 der Robustheit von Materialien oder Baugruppen für Leiterplatten. 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 „5C01“ das erste Chemische Prüfverfahren, das in IEC 61189-5 beschrieben ist.

Kurz gesagt bedeutet in diesem Beispiel die Zahl 5 die Nummer des Teils der IEC-Norm 61189, C die Gruppe der Prüfverfahren und 01 die Nummer des Prüfverfahrens.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von IEC 61189 ist ein Katalog von Prüfverfahren, die methodische Verfahren und Prüfabläufe darstellen, die bei der Prüfung bestückter Leiterplatten angewandt werden können.

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 60068-2-20, *Basic environmental testing procedures – Part 2: Tests – Test T: Soldering*

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

IEC 61189-3, *Test methods for electrical materials, interconnection structures and assemblies – Part 3: Test methods for interconnection structures (printed boards)*

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

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

IEC 61190-1-2:2002, *Attachment materials for electronic assembly – Part 1-2: Requirements for solder pastes 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*

IEC 61249-2-7, *Materials for printed boards and other interconnecting structures – Part 2-7: Reinforced base materials clad and unclad – Epoxide woven E-glass laminated sheet of defined flammability (vertical burning test), copper-clad*

IEC 62137:2004, *Environmental and endurance testing – Test methods for surface-mount boards of area array type packages FBGA, BGA, FLGA, LGA, SON and QFN*

ISO 5725-2, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method*

ISO 9001, *Quality management systems – Requirements*

ISO 9455-1, *Soft soldering fluxes – Test methods – Part 1: Determination of non-volatile matter, gravimetric method*

ISO 9455-2, *Soft soldering fluxes – Test methods – Part 2: Determination of non-volatile matter, ebulliometric method*

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 nicht 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 Prozentpunkte der t -Verteilung, wie in Tabelle 1 gezeigt;

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 Student'sche 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.

Tabelle 1 – Student'sche t -Verteilung

Stichproben- größe	t -Wert 95 %	t -Wert 99 %		Stichproben- größe	t -Wert 95 %	t -Wert 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 Vorgeschlagene 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: $\pm 1 \text{ s}$
- 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 %: ± 5 %

Metallisierungsdicke

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

4 Prüfverfahren für Lötflussmittel

4.1 Prüfung 5C01: Korrosion durch Flussmittel

4.1.1 Zweck

Dieses Prüfverfahren ist vorgesehen, um die korrosiven Eigenschaften von Flussmittelrückständen unter extremen Umgebungsbedingungen zu bestimmen. Ein Lot-Pellet wird zusammen mit dem Prüf-Flussmittel auf eine metallische Prüfplatte aufgeschmolzen. Das Lot wird dann den vorgeschriebenen Feuchtebedingungen ausgesetzt und die resultierende Korrosion, falls vorhanden, visuell beurteilt.

4.1.2 Prüfling

Mindestens 0,035 g Flussmittel-Feststoffanteil, 1 g Lotpaste, 1 g Lotdraht oder 1 g Lot-Vorformteile mit einem gleichartigen Feststoffanteil. Flussmittel-Feststoffanteile sind definiert als der Rückstand, der sich bei der Bestimmung des Feststoffanteils in Flussmitteln nach IEC 61189-6, Prüfverfahren 6C03, ergibt. Alle Lösungsmittel müssen in einem Chemie-Abzug aus dem Prüfling ausgetrieben werden.

4.1.3 Prüfgeräte und Reagenzien

- a) Ein Gefäß zur Lotaufnahme;
- b) eine Klimakammer, in der eine Temperatur von $(40 \pm 1)^\circ\text{C}$ und eine relative Feuchte von (93 ± 2) % eingestellt werden kann;
- c) ein Umluft-Trockenofen;
- d) ein Mikroskop mit mindestens 20facher Vergrößerung;
- e) Chemikalien:
Alle Chemikalien müssen chemisch rein sein (hochrein, ohne Verunreinigung); das verwendete Wasser muss destilliert oder deionisiert sein.
Ammonium-Persulfat, Schwefelsäure, Entfettungsmittel, wie Aceton oder Petrolether;
- f) eine Analysenwaage mit einer Genauigkeit von 0,001g;
- g) ein Kupferblech mit einer Dicke von $(0,50 \pm 0,05)$ mm und einer Reinheit von 99 %.

4.1.4 Durchführung

4.1.4.1 Chemikalien

- a) Ammonium-Persulfat-Lösung (25%ig (Massen-%) in 0,5%iger (Vol.-%) Schwefelsäure). Es werden 250 g Ammonium-Persulfat in Wasser aufgelöst und vorsichtig 5 ml Schwefelsäure (Dichte $1,84 \text{ g/cm}^3$) hinzugefügt. Das Ganze wird vermischt, gekühlt, auf 1 l verdünnt und wiederum vermischt. Die Lösung sollte frisch angesetzt werden.
- b) Schwefelsäure (5%ig (Vol.-%)). Zu 400 ml Wasser werden vorsichtig 50 ml Schwefelsäure (Dichte $1,84 \text{ g/cm}^3$) hinzugefügt. Das Ganze wird vermischt, gekühlt, auf 1 l verdünnt und wiederum vermischt.

4.1.4.2 Herstellen der Prüfbleche

- a) Für jede Prüfung ist ein 50 mm x 50 mm großes Stück aus dem Kupferblech herauszuschneiden.
- b) In der Mitte jedes Prüfbleches ist eine 3 mm tiefe kreisrunde Vertiefung durch Eindrücken des Bleches mit einer Stahlkugel mit einem Durchmesser von 20 mm in ein Loch der Unterlage mit 25 mm Durchmesser auszuformen, so dass in dem Blech ein Näpfchen entsteht.
- c) Eine Ecke jedes Prüfbleches wird hochgebogen, um danach die Handhabung mit einer Zange zu erleichtern.

4.1.4.3 Vorbehandlung der Prüfbleche

Unmittelbar vor Durchführung der Prüfung sind die Prüfbleche unter Verwendung einer sauberen Zange für die Handhabung wie folgt vorzubehandeln:

- a) Entfetten mit einem geeigneten neutralen organischen Lösungsmittel, wie Aceton oder Petrolether;
- b) eintauchen in 5%ige (Vol.-%) Schwefelsäure bei $(65 \pm 5)^\circ\text{C}$ für 1 min, um den Anlauffilm zu entfernen;
- c) eintauchen in eine Lösung von 25%igem (Massen-%) Ammonium-Persulfat (0,5 %ige (Vol.-%) Schwefelsäure) bei $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ für 1 min, um die Oberfläche gleichmäßig anzuätzen;
- d) waschen in fließendem Leitungswasser für maximal 5 s;
- e) eintauchen in 5%ige (Vol.-%) Schwefelsäure bei $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ für 1 min;
- f) waschen für 5 s in fließendem Leitungswasser, dann gründlich spülen in deionisiertem Wasser;
- g) spülen mit Aceton;
- h) in sauberer Luft trocknen lassen;
- i) das Prüfblech ist so bald wie möglich der Prüfung zu unterziehen oder bis zu 1 h in einem geschlossenen Behälter zu lagern.

4.1.4.4 Vorbereitung des Prüflots

- a) Für jede Prüfung ist ein Probe von $(1 \pm 0,05)$ g Lot abzuwiegen und in die Mitte der Vertiefung des Prüfbleches einzulegen.
- b) Die Lotprobe ist mit einem geeigneten neutralen organischen Lösungsmittel, wie z. B. Aceton oder Petrolether, zu entfetten.
- c) Das Lot kann in Form von Pellets vorliegen oder bei Lotdraht als enge Spirale geformt werden.

4.1.4.5 Prüfung

- a) Das Lotgefäß wird in der Weise erhitzt, dass man die Temperatur des Lotbades bei den Lotlegierungen Sn63Pb37 und Sn60Pb40 auf $(235 \pm 5)^\circ\text{C}$ stabilisiert, oder bei Sn96.5Ag3Cu0.5 auf $(255 \pm 3)^\circ\text{C}$, oder bei jeder anderen Lotlegierung auf $(35 \pm 3)^\circ\text{C}$ über der Liquidustemperatur, wie zwischen Nutzer und Lieferant vereinbart. Für andere Lotlegierungen als Sn63Pb37 und Sn60Pb40 kann die Temperatur des Lotbades etwa 40°C höher als die Schmelztemperatur der Legierung gewählt werden.
- b) Bei Flüssig-Flussmitteln sind 0,035 g des Flussmittel-Feststoffanteils in die Vertiefung des Prüfbleches einzubringen. Eine Lotprobe ist hinzuzufügen.
- c) Von Lotpasten, Lotdraht oder Lot-Vorformteilen mit Flussmittelseele werden jeweils 1 g in die Vertiefung des Prüfbleches eingebracht.
- d) Mit Hilfe einer Zange ist jedes Prüfblech auf die Oberfläche des geschmolzenen Lotes aufzulegen.
- e) Das Prüfblech muss so lange in Kontakt mit der Lotoberfläche bleiben, bis die Lotprobe in der Vertiefung des Prüfbleches schmilzt. Dann muss das Prüfblech noch (5 ± 1) s auf dem Lotbad verbleiben.
- f) Das Prüfblech ist für die nachfolgenden Vergleiche bei Feuchtebeanspruchung sorgfältig bei 20facher Vergrößerung zu untersuchen. Die Beobachtungen, insbesondere Verfärbungen, sind aufzuzeichnen.
- g) Danach ist das Prüfblech auf $(40 \pm 1)^\circ\text{C}$ für (30 ± 2) min vorzuwärmen.
- h) Die Klimakammer wird auf eine Temperatur von $(40 \pm 1)^\circ\text{C}$ und eine relative Feuchte von $(93 \pm 2)\%$ eingestellt.

- i) Die Prüfbleche werden dann senkrecht (und voneinander getrennt) in der Klimakammer aufgehängt.
- j) Dieser Beanspruchung sind die Prüfbleche 72 h (3 Tage) auszusetzen. Flussmittel vom Typ M (mäßig aktiv) und vom Typ H (hoch aktiv) können sowohl im gereinigten als auch im ungereinigten Zustand geprüft werden.

4.1.4.6 Auswertung

Vor der Klimalagerung sind die Prüfbleche sorgfältig zu untersuchen. Verfärbungen sind aufzuzeichnen.

Nach der maßgebenden Beanspruchungsdauer sind die Prüfbleche der Klimakammer zu entnehmen, mit 20facher Vergrößerung zu untersuchen und die Ergebnisse mit den Beobachtungen vor der Beanspruchung zu vergleichen.

Korrosion wird wie folgt beschrieben:

- Ausblühungen in den Grenzbereichen von Flussmittel-Rückstand und Kupferoberfläche oder in Rückständen oder an flussmittelfreien Stellen innerhalb der Rückstände.
- Einzelne weiße oder farbige Flecken in den Flussmittel-Rückständen.

Eine anfängliche Änderung der Farbe, die entstehen kann, wenn das Prüfblech beim Lötvorgang erhitzt wird, ist außer Acht zu lassen; jedoch ist die anschließende Entstehung grün-blauer Verfärbungen des Kupferbleches mit Bildung von Vertiefungen als Korrosion zu betrachten.

4.1.5 Zusätzliche Angaben

4.1.5.1 Definition von Korrosion

Für die Zwecke dieses Prüfverfahrens gilt folgende Festlegung für den Begriff der Korrosion: „Eine chemische Reaktion zwischen Kupfer, Lot und den Bestandteilen der Flussmittel-Rückstände, die nach dem Löten und während der Beanspruchung durch die oben genannten Umgebungsbedingungen stattfindet“.

Farbfotos vor und nach der Prüfung sind nützliche Hilfsmittel zur Feststellung von Korrosion.

4.1.5.2 Sicherheit

Für alle Chemikalien, die bei dieser Prüfung verwendet werden, sind die in den Sicherheitsdatenblättern (MSDS) angegebenen Sicherheitsmaßnahmen zu beachten.

4.2 Prüfung 5-2X01: Bestimmung der Aktivität flüssiger Flussmittel, Verfahren mittels Benetzungswaage

4.2.1 Zweck

Diese Prüfung schreibt das empfohlene Prüfverfahren zur Beurteilung der Aktivität flüssiger Flussmittel unter Verwendung einer Benetzungswaage vor.

4.2.2 Prüflinge

Als Prüfling ist ein Kupfer-Coupon zu verwenden, der einer akzeptierbaren Industrie-Spezifikation entspricht. Die Breite muss $(6 \pm 0,25)$ mm betragen, die Länge sollte (25 ± 1) mm betragen oder so bemessen sein, wie es für die Prüfeinrichtung geeignet ist. Die Dicke muss $(0,5 \pm 0,05)$ mm betragen.

4.2.3 Prüfgeräte und Reagenzien

Das Prüfgerät muss aus folgenden Einzelteilen bestehen:

- a) Eine Messeinrichtung zur Bestimmung der Oberflächenspannung (Benetzungswaage), die ein temperaturgeregeltes Lotgefäß enthält, in dem das darin befindliche Lot im Fall von Sn60/Pb40 auf einer Temperatur von $(245 \pm 3)^\circ\text{C}$ gehalten wird, oder bei Sn96.5Ag3Cu0.5 auf $(255 \pm 3)^\circ\text{C}$ oder bei jeder anderen Lotlegierung auf $(35 \pm 3)^\circ\text{C}$ über der Liquidustemperatur, wie zwischen Nutzer und Lieferant vereinbart.
- b) Ein Diagrammschreiber, Datenerfassungssystem oder Rechner, der die Kraft als Funktion der Zeit mit einer Mindest-Schreibgeschwindigkeit von 10 mm/s aufzuzeichnen gestattet.
- c) Es ist eine mechanische Taucheinrichtung, wie in Bild 1 dargestellt, zu verwenden. Die Einrichtung muss in der Lage sein, bei einer Eintauchtiefe von $(6 \pm 0,1)$ mm und einer Verweildauer von $(5,0 \pm 0,5)$ s mit einer Eintauch- und Austrittsgeschwindigkeit von 20 mm/s bis 25 mm/s zu arbeiten.

4.2.4 Durchführung

4.2.4.1 Vorbereitung

- a) Der Prüfling sollte zunächst durch Eintauchen in ein geeignetes Lösemittel gereinigt (entfettet) werden, dann durch Eintauchen in ein $(10 \pm 1)\%$ iges Fluor-Bor-Säure-Tauchbad.
- b) Der Coupon ist dann mit Wasser zu waschen und zu trocknen.

4.2.4.2 Prüfung

- a) Nach Befestigung des Prüflings in einer geeigneten Halterung sollte der Coupon bei Raumtemperatur in das flüssige Flussmittel bis auf mindestens 10 mm Tiefe eingetaucht werden.
- b) Überschüssiges Flussmittel lässt man sofort ablaufen, indem der Prüfling 1 s bis 5 s lang senkrecht auf ein sauberes Filterpapier gestellt wird.
- c) Nach teilweiser Trocknung sollte der Prüfling in die Prüfeinrichtung eingebracht werden.
- d) Die Oberfläche des geschmolzenen Lotes muss, unmittelbar bevor der Prüfling in das Lot eintaucht wird, abgestreift werden.
- e) Der Prüfling muss in seiner Halterung etwa (10 ± 1) s lang 3 mm über dem Lotbad gehalten werden. Dann wird die Prüfung gestartet und der Prüfling nur ein einziges Mal in das Lotbad bis zu einer Tiefe von $(5,0 \pm 0,1)$ mm eingetaucht, wobei mit einer Eintauch- und Austrittsgeschwindigkeit von $(20-25)$ mm/s und einer Verweildauer von $(5,0 \pm 0,5)$ s zu arbeiten ist.
- f) Zur Beurteilung des Flussmittels ist während der Prüfung die Benetzungskurve mit einem geeigneten Gerät aufzuzeichnen.

4.2.5 Auswertung

Unter Verwendung des festgelegten Coupons sind die Flussmittel wie folgt zu beurteilen:

- a) Es ist die Benetzungszeit (T_w) zu bestimmen, d.h. die Zeit, bei der die Benetzungskurve die korrigierte Null-Linie nach dem Start der Prüfung schneidet (siehe Bild 2).
- b) Es ist die maximale Benetzungskraft $F_{\max}$ nach Durchführung einer Auftriebs-Korrektur zu bestimmen.

4.2.6 Zusätzliche Angaben

Dieses Prüfverfahren kann für eine erneute Qualifizierung von Flussmitteln, welche die empfohlene Lagerbeständigkeit überschritten haben, von Nutzen sein. Weiterhin kann dieses Verfahren zur Beurteilung der Benetzungsfähigkeit von Flussmitteln vor der Verarbeitung bei kritischen Anwendungen hilfreich sein.

4.2.6.1 Sicherheitshinweise

Für alle Chemikalien, die bei dieser Prüfung verwendet werden, sind die in den Sicherheitsdatenblättern (MSDS) angegebenen Sicherheitsmaßnahmen zu beachten.

4.2.6.2 Auftriebs-Korrektur

Um bei der Untersuchung mit der Benetzungswaage Benetzungskräfte zu erhalten, die miteinander verglichen werden können, ist es notwendig, für die Unterschiede in den Prüflingsgrößen, insbesondere der Breite und Dicke, Korrekturen an den Messwerten vorzunehmen. Dies geschieht durch Korrektur nach dem in das Lot eintauchenden Prüflingsvolumen. Zur Berechnung der Korrektur durch die Auftriebskraft kann die folgende Formel verwendet werden:

$$Pb = \rho g V$$

Dabei ist

ρ Dichte des Lotes bei Prüftemperatur³;

g Erdbeschleunigung ($9,81 \times 10^3 \text{ mm/s}^2$);

V eingetauchtes Volumen des Coupons (cm^3) = Breite x Dicke x Eintauchtiefe.

Die berechnete Auftriebskraft sollte zur Korrektur der Null-Linie verwendet werden. Diese Korrektur ist erforderlich, um sowohl korrekte Messungen der Benetzungszeiten als auch der Benetzungskräfte zu erhalten. Alle Messungen der Benetzungszeiten und Benetzungskräfte müssen von der korrigierten Null-Linie aus vorgenommen werden. Im Fall einer aufrechten Kurve wird die korrigierte Null-Linie unterhalb der Geräte-Null-Linie liegen (siehe Bilder 1 und 2).

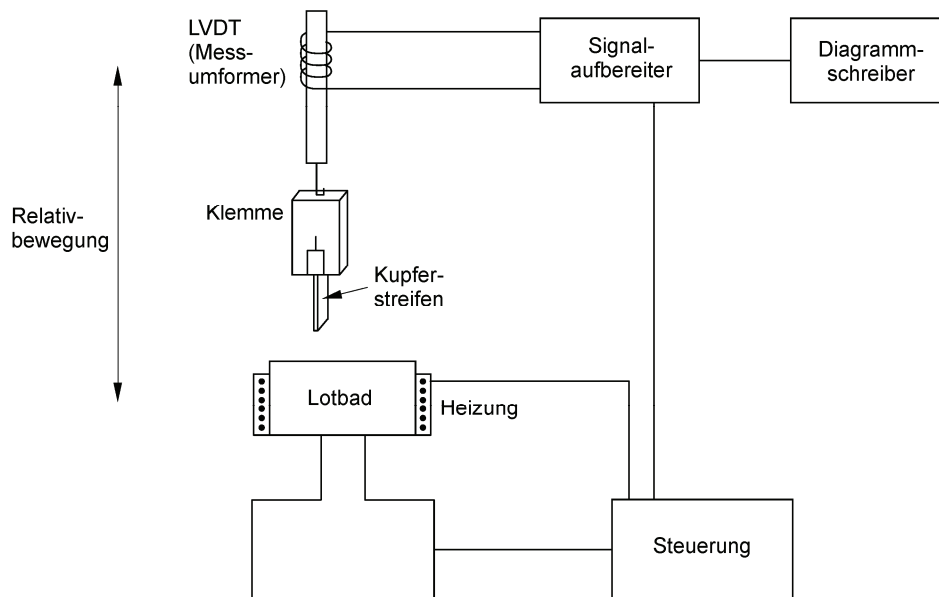
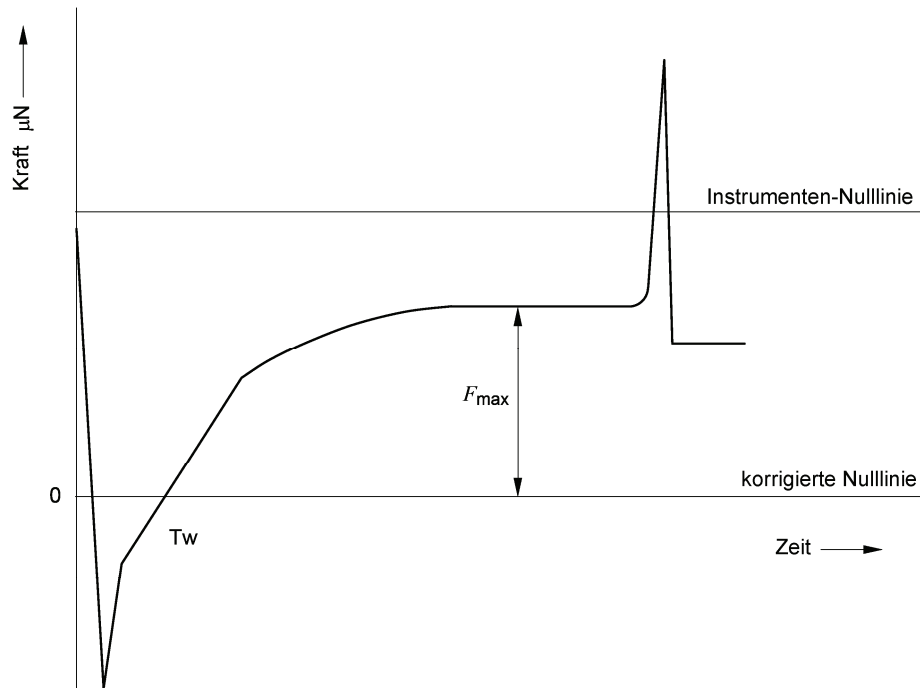


Bild 1 – Benetzungswaage – Prüfgerät

³ Zum Beispiel $8,40 \text{ g/cm}^3$ für die Lotlegierung Sn63/Pb37, $7,4 \text{ g/cm}^3$ für die Lotlegierung Sn-3.0Ag-0.5Cu.

**Bild 2 – Benetzungswaage – Messkurve**

ANMERKUNG Die von der Benetzungswaage gemessene senkrecht wirkende Kraft setzt sich aus zwei Kräften zusammen: der Auftriebskraft und der Benetzungskraft, die durch die Änderung des Kontaktwinkels vom anfänglichen Nichtbenetzungszustand zum Benetzungszustand verursacht wird. Die Auftriebskraft kann während der Prüfung berücksichtigt werden; sie ist gleich dem Gewicht des verdrängten Lotes, wenn der Prüfling in das Lot eingetaucht wird. Die einzige Kraft, die sich ändert, ist die Benetzungskraft, verursacht durch Änderung des Kontaktwinkels bei der Benetzung des Prüflings mit Lot.

Die korrigierte Null-Linie (Auftrieb) ist die Kraft, wenn der Kontaktwinkel 90° beträgt oder wenn die Badoberfläche zur Waagerechten zurückkehrt, nachdem sie anfangs durch den eingetauchten Prüfling eingedrückt war. Die Messkurve der Benetzungswaage ist auf die korrigierte Null-Linie (Auftrieb) zentriert, da der einzige Parameter, der sich während der Prüfung ändert, der Kontaktwinkel θ ist.

Siehe Gleichung (1):

$$F = \gamma p \cos \theta - g \rho v \quad \text{Gleichung 1}$$

$$\text{Auftrieb} = g \rho v \quad \text{Gleichung 2}$$

Dabei ist

- F Gemessene Kraft in μN ;
- γ Oberflächenspannung des geschmolzenen Lotes ($400 \mu\text{N}/\text{mm}$);
- p Umfang des Prüflings in mm ;
- θ Kontaktwinkel;
- g Erdbeschleunigung ($9,81 \times 10^3 \text{ mm}/\text{s}^2$);
- ρ Lotdichte ($8000 \mu\text{g}/\text{mm}^3$);
- v eingetauchtes Volumen in mm^3 .

Die korrigierte Null-Linie (Auftrieb) ist eine feste Bezugslinie, von der aus die Kraftmessungen vorgenommen werden sollten. Diese Linie sollte auch als Bezugspunkt für Zeitmessungen verwendet werden. Mit einer Veränderung der Prüflingsabmessungen ändert sich auch das eingetauchte Volumen und damit der Auftrieb; damit ändert sich auch die Lage der korrigierten Null-Linie; die Benetzungskurve bleibt jedoch noch auf diese Linie zentriert. Ähnlich wird sich bei einer Änderung der Eintauchtiefe auch das eingetauchte Volumen verändern mit der gleichen Auswirkung auf den Auftrieb. Obwohl bei Verwendung der korrigierten Null-Linie kleine Abweichungen des Eintauchvolumens und der Eintauchtiefe des Prüflings ausgeglichen werden, werden große Änderungen die Geschwindigkeit des Wärmetransports

in den Prüfling hinein beeinflussen, was sich wiederum sowohl auf T_w auswirkt, d.h. auf die Zeit bis zum Überkreuzen der korrigierten Null-Linie (Auftrieb), als auch auf die Zeit zum Erreichen von $F_{\max}$.

4.3 Prüfung 5-2X03: Ausbreitungsprüfung an flüssigen oder extrahierten Lotflussmitteln, an Lotpasten und extrahierten Flussmitteln aus Lotdrähten mit Flussmittelseele oder aus Lotvorformteilen

4.3.1 Zweck

Mit diesem Prüfverfahren erhält man Hinweise über die Aktivität von Flussmitteln zum Wellenlöten, von Flussmitteln aus Loten mit Flussmittelseele und Lotpasten. Es werden zwei Verfahren zur Auswahl gestellt:

Mit Verfahren A wird die Fläche der Lotausbreitung gemessen.

Mit Verfahren B wird das Ausbreitungsverhältnis des Lotes gemessen.

4.3.2 Verfahren A

4.3.2.1 Prüflinge

- a) Für flüssige oder extrahierte Lotflussmittel sind mindestens 10 ml zu verwenden, die in einen sauberen Glasbehälter gefüllt werden.
- b) Für Pastenflussmittel und Lotpasten-Flussmittel sind mindestens 10 ml des verdünnten Flussmittels (35 %) zu verwenden.
- c) Für Lotvorformteile und Lotdraht mit Flussmittelseele sind mindestens 10 ml des extrahierten Flussmittels zu verwenden.

4.3.2.2 Prüfgeräte und Reagenzien

- a) Fünf Stücke aus 0,25 mm dickem Messingblech 70/30 mit einer Größe von etwa 40 mm x 75 mm;
- b) entfettete sehr feine Stahlwolle (z. B. Type Nr. 00);
- c) Lotdraht aus Sn60Pb37A oder Sn96.5Ag3Cu0.5 oder jeder andere Lotlegierungsdraht, der zwischen Nutzer und Lieferant vereinbart wird, nach IEC 61190-1-3, mit einem Durchmesser von 1,5 mm;
- d) ein Lotgefäß mit einer Tiefe von mindestens 25 mm und einem Fassungsvermögen von mindestens 2 kg Lot.

4.3.2.3 Vorbereitung der Prüflinge

- a) Die fünf Messing-Coupons sind mit Stahlwolle zu reinigen.
- b) Die Messing-Coupons sind einzuebnen, indem die gegenüberliegenden Seiten des Coupons umgebogen werden. Dazu sollten die beiden Biegungen parallel zu den Kanten der Metallrolle verlaufen, auf die die Messingfolie bei Lieferung aufgerollt war, um den Prüfling zu versteifen und einzuebnen.
- c) Es ist ein 30 mm langes Stück eines festen Lotdrahtes abzuschneiden.
- d) Dieses Lotdrahtstück wird auf einen Dorn mit 3 mm Durchmesser gewickelt.
- e) Der Lotdrahtwickel ist dann zur Herstellung von Lotvorformteilen in einzelne Ringe zu zerschneiden.

4.3.2.4 Prüfung

- a) Die Lötbadtemperatur ist bei Sn60Pb40 auf $(260 \pm 3)^\circ\text{C}$ zu halten oder bei Sn96.5Ag3Cu0.5 auf $(255 \pm 3)^\circ\text{C}$ oder bei jeder anderen Lotlegierung auf $(35 \pm 3)^\circ\text{C}$ über der Liquidustemperatur, die zwischen Nutzer und Lieferant vereinbart wurde.
- b) Das vorgeformte Lotstück ist in die Mitte des Prüflings zu legen.
- c) Ein Tropfen Flussmittel (0,05 ml) ist in die Mitte des vorgeformtem Lotstückes auf den Prüfling aufzubringen.
- d) Dann legt man den Coupon vorsichtig auf die Oberfläche des Lotbades 15 s lang auf.

- e) Dann nimmt man den Coupon in horizontaler Lage vom Lotbad ab, legt ihn auf eine flache Oberfläche und lässt das anhaftende Lot ungestört erstarren.
- f) Alle Flussmittel-Rückstände sind mit einem geeigneten Lösungsmittel zu entfernen.

4.3.2.5 Auswertung

Die Lot-Ausbreitungsfläche ist durch Vergleich mit Kreisen (vorgezeichnet), deren Flächen von ähnlicher Größe sind wie die, die in Tabelle 5 aufgelistet sind, zu messen. Der Mittelwert der Ausbreitung aller fünf geprüften Prüflinge ist aufzuzeichnen.

Tabelle 2 dient als Hilfsmittel zur Flächenbestimmung in mm².

Tabelle 2 – Typische Ausbreitungsflächen in mm²

Durchmesser mm	Fläche mm ²
10,00	78,54
10,70	90,00
11,28	100,00

4.3.3 Verfahren B

4.3.3.1 Prüflinge

- a) Es können Flussmittel aus verschiedenen Produkten untersucht werden, wie Lotpasten, Flussmittel aus Lotdraht mit Flussmittelseele und flüssige Flussmittel.
- b) Feste Flussmittel sind in 25 %igem (Massen-%) Isopropanol aufzulösen.
- c) Lotdraht aus Sn63Pb37 oder Sn96.5Ag3Cu0.5 oder jede andere Lotlegierung, die zwischen dem Nutzer und dem Lieferanten vereinbart wurde, nach IEC 61190-1-3 muss auf einen zylinderförmigen Stab mit einem Durchmesser von 3,3 mm gewickelt werden.

4.3.3.2 Prüfgeräte und Reagenzien

- a) Lotbad: Ein Lotbad mit einer Tiefe von mindestens 30 mm und 100 mm x 150 mm in Breite und Länge, ausgestattet mit einer Temperaturregelung bis zu einer Temperatur von $(50 \pm 2) ^\circ\text{C}$ oberhalb der Schmelztemperatur des geprüften Lotes;
- b) Trockner: Ein Luft-Konvektionsofen mit einer Temperaturregelung, die bis zu einer Temperatur von $(150 \pm 3) ^\circ\text{C}$ reicht und die diese Temperatur auch aufrechterhalten kann;
- c) eine Zange oder ein anderes geeignetes Werkzeug, mit dem der Prüfling vom Lotbad abgehoben werden kann;
- d) ein Schaber, mit dem die Oxidhaut auf dem Lotbad leicht entfernt werden kann;
- e) ein Spatel;
- f) eine Metallschablone mit einer Dicke von 2,5 mm und einer Öffnung von 6 mm Durchmesser;
- g) ein Mikrometer, mit dem auf 0,001 mm genau gemessen werden kann;
- h) eine Mikrospritze oder eine Mikropipette, mit der 0,05 ml abgemessen werden können;
- i) allgemeine Experimentiergeräte: Ganzglasgeräte;
- j) Schleifpapier (wasserfest);
- k) Alkohol: Ethylalkohol (analysenrein);
- l) Isopropanol (analysenrein);
- m) Wasch-Lösungsmittel: ein geeignetes Lösungsmittel zum Entfernen von Flussmittelresten nach dem Löten;

- n) Kupferblech: Ein 0,05 mm dickes Blech mit der Abmessung 50 mm × 50 mm 0,5 mm aus phosphorfreiem Kupfer (zur Vermeidung von Oberflächenoxidation);
- o) Lot: Sn63PB37 oder Sn96.5Ag3Cu0.5 oder jede andere Lotlegierung, die zwischen dem Nutzer und dem Lieferanten vereinbart wurde, nach IEC 61190-1-3, als Vergleichsprobe.

4.3.3.3 Herstellung der Prüflinge

4.3.3.3.1 Prüfverfahren

- a) Herstellen eines oxidierten Kupferbleches: Die Oberfläche wird mit Alkohol gereinigt. Eine Seite des Bleches ist mit Schleifpapier zu polieren, mit Alkohol zu reinigen und bei Raumtemperatur vollkommen zu trocknen. Zum Oxidieren bringt man das Blech in eine Trocknungsanlage bei $(150 \pm 3)^\circ\text{C}$ ein und belässt es dort 1 h lang. Zur leichteren Handhabung mit einer Zange können die vier Ecken des Bleches umgebogen werden.
- b) Lotprüfling für flüssige, feste und Pasten-Flussmittel: Der Lotprüfling besteht aus einem Dorn mit 3,2 mm Durchmesser, auf den ein Lotdraht aus Sn63Pb37 oder Sn96.5Ag3Cu0.5 oder jeder anderen vereinbarten Lotlegierung mit einem Durchmesser von 1,6 mm aufgewickelt wird.
- c) Lot mit Harz/Kolophonium-Flussmittelsee und Lotpaste: Die Produkte selbst sind zu verwenden.

4.3.3.3.2 Herstellen des Prüfstücks

- a) Lot mit Harz/Kolophonium-Flussmittelsee: Nach dem Waschen der Oberfläche mit Aceton und Spülen mit deionisiertem Wasser und anschließend mit Isopropanol ist ein $(0,30 \pm 0,03)$ g schweres Prüflingsstück abzuschneiden und abzuwiegen; es wird aufgewickelt und in die Mitte des Kupferbleches gelegt. Es sind fünf derartige Prüflinge vorzubereiten.
- b) Flüssige Flussmittel: Mit einer Mikrospritze oder einer Mikropipette sind $(0,05 \pm 0,005)$ ml des Flussmittels abzumessen; man lässt es in die Mitte des Kupferbleches tropfen und legt ein Lotprüfstück auf das Flussmittel. Diese Einheit repräsentiert den Prüfling. Es sind fünf derartige Prüflinge vorzubereiten.
- c) Flussmittelpasten: Man gibt $(0,025 \pm 0,003)$ g der Paste in die Mitte des Kupferbleches und legt das Lotprüfstück darauf. Es sind fünf derartige Prüflinge vorzubereiten.
- d) Feste Flussmittel: Man bereitet eine 25%ige (Massen-%) Prüflösung des Flussmittels mit Isopropanol oder einem anderen geeigneten Lösemittel. Mit einer Mikrospritze oder einer Mikropipette sind $(0,05 \pm 0,005)$ ml der Lösung abzumessen; man lässt diese Menge in die Mitte des Kupferbleches tropfen und legt ein Lotprüfstück darauf. Es sind fünf derartige Prüflinge vorzubereiten.
- e) Lotpaste: Nach Aufrühren mit einem Spatel ist die auf Raumtemperatur gehaltene Lotpaste mit Hilfe einer Schablone auf das Kupferblech aufzutragen. Es sind fünf derartige Prüflinge vorzubereiten.

4.3.3.4 Prüfung

- a) Das Prüfstück ist durch Aufschwimmen auf einem Lotbad, das bei Sn63Pb27 auf einer Temperatur von $(233 \pm 5)^\circ\text{C}$ oder bei Sn96.5Ag3Cu0.5 auf $(255 \pm 3)^\circ\text{C}$ oder bei jeder anderen Lotlegierung auf $(35 \pm 3)^\circ\text{C}$ über der Liquidustemperatur gehalten wird, wie zwischen Nutzer und Lieferant vereinbart, und ist nach dem Schmelzen 30 s bei dieser Temperatur zu belassen.
- b) Man hebt das Prüfstück vom Lotbad ab und lässt es abkühlen.
- c) Dann entfernt man die Flussmittelreste mit einem geeigneten Lösemittel.

4.3.3.5 Auswertung

Mit einem Mikrometer oder einem anderen geeigneten Gerät ist die Höhe des verteilten geschmolzenen Lotes auszumessen und daraus nach unten angegebener Formel das Ausbreitungsverhältnis zu berechnen.

Dieses Verfahren ist an fünf Prüfstücken zu wiederholen. Der Mittelwert aus diesen fünf Bestimmungen ist als Ausbreitungsverhältnis für das zu prüfende Lot anzugeben.

$$S_R = 100 \times (D - H) / D$$

Dabei ist

S_R Ausbreitungsverhältnis (%);

H Höhe der Lotausbreitung (mm);

D Durchmesser des Lotes (mm) unter der Annahme, dass das Lot eine Kugel bildet ($D = 1,24 \times V^{1/3}$);

V Masse⁴/Dichte des geprüften Lotes.

4.3.4 Zusätzliche Angaben

Sicherheit: Für alle Chemikalien, die bei dieser Prüfung verwendet werden, sind die in den Sicherheitsdatenblättern (MSDS) angegebenen Sicherheitsmaßnahmen zu beachten.

ASTM B-36 Messing-Platten, -Tafeln, -Streifen und -Walzstäbe (nach ASTM-B-36 C2600 HO2) [3]

4.4 Prüfung 5-2X12: Haftvermögen von Flussmittel-Rückständen nach dem Trocknen

4.4.1 Zweck

In diesem Prüfverfahren wird ein qualitatives Verfahren zur Beurteilung des Haftvermögens von Weichlöt-Flussmittel-Rückständen festgelegt. Das Verfahren ist anwendbar auf Flussmittel der Typen L und M nach IEC 61190-1-1. Das Verfahren ist insbesondere für Anwendungen geeignet, bei denen Flussmittel-Rückstände an Lötstellen auf elektronischen und elektrischen Einrichtungen zurückbleiben.

4.4.2 Prüflinge

Für Flussmittel in fester oder Pastenform ist für jede Prüfung eine Masse von mindestens 0,035 g erforderlich. Für flüssige Flussmittel ist für jede Prüfung ein Volumen erforderlich, das einen Anteil von mindestens 0,035 g an nicht-flüchtigen Substanzen enthält. Für Lote mit Flussmittelsee werden je Prüfung mindestens 1 g benötigt, für Lotpasten mindestens 0,5 g.

4.4.3 Prüfgeräte und Reagenzien

- Bei den Prüfungen sind nur Reagenzien mit anerkannter Analysenqualität und nur destilliertes oder deionisiertes Wasser zu verwenden.
- Saure Reinigungslösung: Zu einer Wassermenge von 210 ml sind unter Umrühren vorsichtig 75 ml Schwefelsäure (Dichte 1,84 g/ml) hinzuzugeben und die Lösung zu vermischen. Man lässt das Ganze abkühlen, gibt 15 ml Salpetersäure (Dichte 1,42 g/ml) hinzu und vermischt die Lösung gründlich.
- Lösemittel zum Entfetten, wie z. B. Isopropanol, Aceton oder Petrolether;
- Kreidepulver;
- eine 0,5 mm dicke Kupfertafel entsprechend einer annehmbaren Industrie-Spezifikation;
- Aceton;
- Lötendraht oder Lotpellets aus Sn60Pb40 oder Sn96.5Ag3Cu0.5 oder jede andere Lotlegierung nach IEC 61190-1-3, die zwischen dem Nutzer und dem Lieferanten vereinbart wurde;
- ein Lötbad, entweder rund mit einem Durchmesser von mindestens 120 mm oder rechteckig mit Abmessungen von mindestens 100 mm x 75 mm, das mit Zinn-Blei-Lot mit einem Schmelzpunkt unter 200 °C gefüllt ist. Die Höhe der Lotfüllung muss mindestens 40 mm betragen. Die Temperatur des Lotbades muss bei Sn60/Pb40 auf einer Temperatur von (235 ± 5) °C oder bei Sn96.5Ag3Cu0.5 auf (250 ± 3) °C oder bei jeder anderen Lotlegierung auf (30 ± 3) °C über der Liquidustemperatur gehalten werden können, wie zwischen Nutzer und Lieferant vereinbart.

⁴ Im Falle von Lot mit Harz-Flussmittelsee und Lotpaste ist die für die Prüfung maßgebende Lotmasse gleich der Masse des Prüflings abzüglich der Masse des enthaltenen Flussmittels.

- i) Tiefzieh-Vorrichtung: Diese muss mit einem Gesenk mit 27 mm Durchmesser und einer Kugel mit 20 mm Durchmesser ausgestattet sein;
- j) ein Trockenofen, geeignet für den Einsatz bei $(110 \pm 2) ^\circ\text{C}$;
- k) eine Zange oder ein anderes geeignetes mechanisches Werkzeug, um das Prüfteil von der Oberfläche des geschmolzenen Lotes des Lotbades abheben zu können;
- l) eine weiche Bürste mit einem Durchmesser von etwa 7 mm;
- m) gewöhnliche Laborgeräte.

4.4.4. Durchführung

4.4.4.1 Vorbereitung der Kupfer-Prüfstücke⁵

- a) Aus der Tafel aus halbhartem Kupfer mit einer Dicke von etwa 0,5 mm (c) sind Prüfstücke der Größe 50 mm x 50 mm auszuschneiden.
- b) Jedes der Prüfstücke ist nacheinander mittig auf das Gesenk der Tiefzieh-Vorrichtung festzuklemmen (i). Mit der 20-mm-Kugel wird dann in der Mitte jedes Prüfstücks eine 3 mm tiefe Vertiefung hergestellt, indem die Kugel in das Gesenk eingedrückt wird. Eine Ecke des Prüfstücks kann hochgebogen werden, um die Handhabung des Prüfstücks mit der Zange zu erleichtern.
- c) Unmittelbar vor der Prüfung ist jedes Prüfstück mit dem Lösemittel (c) zu entfetten und anschließend 20 s lang in die saure Reinigungslösung (b) einzutauchen. Dann sind die Prüfstücke aus der Reinigungslösung herauszunehmen, unter fließendem Wasser gut abzuwaschen, mit Aceton (f) zu spülen und im Luftstrom bei Raumtemperatur zu trocknen.
- d) Prüfung für feste, pastöse und flüssige Flussmittel-Stichproben:
 - Bei Lotdrähten oder Pellets (g) wiegt man $(1,00 \pm 0,05)$ g Substanz ab, die vorher in dem Lösemittel (c) entfettet wurde, und legt diese Menge in die Mitte der Vertiefung eines der gereinigten Kupfer-Prüfstücke ein. Wenn Lotdraht verwendet wird, kann dies einfach dadurch geschehen, dass man den Draht zu einer engen Spirale aufwickelt.
 - Wenn das zu prüfende Flussmittel in fester oder pastöser Form vorliegt, ist eine Menge zwischen 0,035 g und 0,40 g des Flussmittels abzuwiegen und diese zu dem Lot in der Vertiefung des Prüfstücks hinzuzufügen.
 - Wenn das zu prüfende Flussmittel in flüssiger Form vorliegt, ist zunächst nach dem in ISO 9455-1 und ISO 9455-2 beschriebenen Verfahren die Menge seiner nicht-flüchtigen Bestandteile zu bestimmen. Dann fügt man das entsprechende Volumen des flüssigen Flussmittels, das zwischen 0,035 g und 0,40 g an nicht-flüchtigen Bestandteilen enthält, zum Lot in der Vertiefung des Prüfstücks hinzu. Das Lösemittel lässt man nun 10 min lang im Trockenofen bei $60 ^\circ\text{C}$ abdunsten. Wenn das flüssige Flussmittel eine geringe Menge an nicht-flüchtigen Bestandteilen enthält, kann es sich als notwendig erweisen, das Flussmittel in zwei Raten hinzuzufügen, wobei man jeweils nach jeder Zugabe das beschriebene Verfahren zum Abdunsten des Lösemittels durchführt.
 - Bei Lot-Stichproben mit Flussmittelseele ist zunächst die Oberfläche eines hinreichend großen Stückes mit einem mit Lösemittel (c) befeuchteten Tuch zu entfetten. Dann sind $(1,00 \pm 0,05)$ g der entfetteten Stichprobe abzuwiegen, das Stück zu einer flachen Spirale zusammenzurollen und in die Mitte der Vertiefung eines der gereinigten Kupfer-Prüfstücke zu legen.
 - Bei Lotpasten-Stichproben sind $(0,50 \pm 0,05)$ g abzuwiegen und in die Mitte der Vertiefung eines der gereinigten Kupfer-Prüfstücke einzubringen.

⁵ Die in Klammern angegebenen Buchstaben beziehen sich auf 4.4.3.

4.4.4.2 Aufheizen der Prüfstücke⁶

- a) Das auf diese Weise vorbereitete Prüfstück ist vorsichtig mit einer Zange (k) oder einem anderen geeigneten Werkzeug auf die Oberfläche des geschmolzenen Lotes des Lotbades (h) abzusenken, das auf der Prüftemperatur gehalten wird. Die Prüftemperatur soll bei Sn60/Pb40 auf $(235 \pm 5)^\circ\text{C}$ oder bei Sn96.5Ag3Cu0.5 auf $(250 \pm 3)^\circ\text{C}$ oder bei jeder anderen Lotlegierung bei $(30 \pm 3)^\circ\text{C}$ über der Liquidustemperatur liegen, wie zwischen Nutzer und Lieferant vereinbart,
- b) Man lässt das Prüfstück so lange auf dem Lotbad aufschwimmen, bis das Lot im Prüfstück schmilzt, und belässt es in dieser Lage weitere 5 s. Dann hebt man das Prüfstück vorsichtig vom Lotbad ab und lässt es an der Luft in horizontaler Lage 30 min lang abkühlen.

4.4.4.3 Untersuchung der Prüfstücke

Die Oberfläche der Flussmittel-Rückstände auf dem Prüfstück ist reichlich mit Kreidepulver (d) zu bestäuben. Die bestäubten Oberflächen werden dann mit einer weichen Bürste (l) leicht abgebürstet.

4.4.5 Auswertung

Wenn sich das Kreidepulver durch Abbürsten leicht entfernen lässt, ist das Flussmittel als „nicht klebrig“ zu beurteilen. Wenn sich das Kreidepulver durch Abbürsten nicht oder nur mit Schwierigkeiten entfernen lässt, ist das Flussmittel als „klebrig“ zu beurteilen.

4.4.6 Zusätzliche Angaben

Für alle Chemikalien, die bei dieser Prüfung verwendet werden, sind die in den Sicherheitsdatenblättern (MSDS) angegebenen Sicherheitsmaßnahmen zu beachten.

5 C: Chemische Prüfverfahren

5.1 Prüfung 6C01: Feststellung des Säuregrades von flüssigem Lötflussmittel – Potentiometrisches und visuelles Titrationsverfahren

5.1.1 Zweck

Dieses Prüfverfahren spezifiziert zwei Verfahren zur Bestimmung des Säuregrades eines Flussmittels des Typs L, M oder H.

Verfahren A ist ein potentiometrisches Titrationsverfahren und ist als Referenzverfahren anzusehen.

Verfahren B ist ein alternatives Titrationsverfahren mit visueller Endpunkterkennung.

Siehe auch ISO 9455 zur Bezugnahme.

5.1.2 Prüfling

Mindestens 2,0 g flüssiges Flussmittel, 10 g Lotpaste, 150 g Fülldraht oder 1 g Lot-Vorformteile.

5.1.3 Prüfgeräte und Reagenzien

⁶ Die in Klammern angegebenen Buchstaben beziehen sich auf 12.12.3.

5.1.3.1 Allgemeines

- a) Es sind nur analysenreine Reagenzien und nur destilliertes oder deionisiertes Wasser zu verwenden.
- b) Gewöhnliche Laborgeräte.
- c) Der Terminus „M“ repräsentiert die Molarität einer Lösung und wird unter Verwendung der Mole des gelösten Stoffes geteilt durch die Liter der Lösung berechnet, d.h. 1,00 Mol Saccharose (etwa 342,3 g), gemischt in einem Liter Wasser, entspricht 1,00 M (1,00 mol/l).

5.1.3.2 Potentiometrisches Titrationsverfahren (Verfahren A)

- a) Tetrabutylammoniumhydroxid 0,1 M (0,1 mol/l). Es ist eine handelsübliche Standardlösung oder eine aus einer handelsüblichen konzentrierten Standardlösung durch Verdünnung mit Isopropanol hergestellte Lösung zu verwenden. Diese Lösung ist gegen eine genau abgewogene Menge Benzoesäure (ca. 0,5 g), gelöst in Dimethylformamid, die vorher auf Thymolblau neutralisiert wurde, einzustellen.
- b) Isopropanol: neutralisiert mit Tetrabutylammoniumhydroxid-Lösung zu einer blassrosa Farbe unter Verwendung von Phenolphthalein als Indikator.
- c) Ethanol 90 Vol%: neutralisiert mit Tetrabutylammoniumhydroxid-Lösung zu einer blassrosa Farbe unter Verwendung von Phenolphthalein als Indikator.
- d) Toluol: neutralisiert mit Tetrabutylammoniumhydroxid-Lösung zu einer blassrosa Farbe unter Verwendung von Phenolphthalein als Indikator.
- e) Ethanol-/Toluolgemisch: Mischung gleicher Volumina von Ethanol, 96 Vol.%, und Toluol.
- f) Millivoltmeter oder pH-Meter.
- g) Glaselektrode
- h) Gesättigtes Kalomel oder Silberchlorid/Silber, Elektrode.
- i) Magnetischer oder mechanischer Rührer mit Regelantrieb

5.1.3.3 Titration mit visueller Endpunkterkennung (Verfahren B)

- a) Ethanol, 96 Vol%: neutralisiert mit Kaliumhydroxid, 0,1 M in Alkohol, zu einer blassrosa Farbe unter Verwendung von Phenolphthalein als Indikator
- b) Toluol: neutralisiert mit Kaliumhydroxid, 0,1 M in Alkohol, zu einer blassrosa Farbe unter Verwendung von Phenolphthalein als Indikator.
- c) Ethanol-Toluol-Gemisch: Mischung gleicher Volumina von Ethanol, 96 Vol.%, und Toluol.
- d) Isopropanol: neutralisiert mit Kaliumhydroxid, 0,1 M in Alkohol, zu einer blassrosa Farbe unter Verwendung von Phenolphthalein als Indikator.
- e) Kaliumhydroxid, 0,1 M in Alkohol. Es ist eine handelsübliche Standardlösung oder eine aus einer handelsüblichen konzentrierten Standardlösung durch Verdünnung mit Ethanol hergestellte Lösung zu verwenden. Diese Lösung ist gegen eine genau abgewogene Menge Benzoesäure (ca. 0,5 g), gelöst in Ethanol zu einzustellen.
- f) Phenolphthalein-Indikatorlösung: 1 g Phenolphthalein wird zu ca. 50 ml Methanol gegeben und vermischt. Wenn es gelöst ist, mit Methanol zu 100 ml verdünnen und mischen.

5.1.4 Durchführung

5.1.4.1 Potentiometrische Titration (Verfahren A)

- a) Durch vorausgehende Experimente ist festzustellen, ob der Prüfling in Isopropanol, Ethanol, 96 Vol.%, Toluol oder dem Ethanol-Toluol-Gemisch löslich ist. Wenn er in keinem dieser Lösungsmittel vollständig löslich ist, ist dasjenige auszuwählen, in dem er am meistens löslich zu sein scheint. Wenn er in allen vier Lösungsmitteln gleichmäßig löslich ist, wird Isopropanol verwendet.
- b) Folgende Verfahrensweise ist dreimal am Flussmittelprüfling durchzuführen:

- c) 2,0 g oder 5,0 g des flüssigen Flussmittelprüflings werden mit einer Genauigkeit von 0,001 g abgewogen, wobei Schritte unternommen werden, um einen Verlust flüchtiger Bestandteile während des Wägens zu verhindern. Bei Flussmittel mit einem sehr niedrigen Anteil an Feststoffen ist ein Prüfling mit größeren Abmessungen erforderlich. Der gewogene Prüfling wird in ein niedriges Becherglas von 250 ml gegeben.
- d) Der Prüfling wird mit Isopropanol oder dem ausgewählten Lösungsmittel entsprechend der Lösbarkeitskennwerte des Flussmittels auf 100 ml verdünnt. Dies wird mit einem Sichtglas abgedeckt und das Flussmittel durch leichtes Schütteln aufgelöst.
- e) Das Becherglas wird auf den Ständer der Titriervorrichtung mit den Elektroden, Rührer und Bürette in Position gestellt. Die Geschwindigkeit des Rührers wird so eingestellt, dass kräftiges Rühren ohne Spritzen erfolgt. Titrieren mit der Tetrabutylammoniumhydroxidlösung, wobei Portionen von 1 ml zugegeben werden und der pH-Wert oder die Anzeigen des mV-Meters nach jeder Zugabe aufgezeichnet werden. Bei Annäherung an den Endpunkt werden die Zugaben auf 0,1 ml reduziert und die Titration über den Endpunkt hinaus fortgeführt.
- f) Der pH-Wert oder die Potentialwerte werden gegen das Volumen des zugegebenen Titrationsmittels grafisch dargestellt, um die Titrationskurve zu erhalten. Der Wendepunkt der Kurve entspricht dem Endpunkt der Titration.
- g) Zu Vergleichszwecken wird eine Blindwertbestimmung unter Verwendung aller Reagenzien durchgeführt.

5.1.4.2 Visuelle Titration (Verfahren B)

- a) Durch vorausgehende Experimente ist festzustellen, ob der Prüfling in Isopropanol, Ethanol, 96 Vol.%, Toluol oder dem Ethanol/Toluol-Gemisch löslich ist. Wenn er in keinem dieser Lösungsmittel vollständig löslich ist, ist dasjenige auszuwählen, in dem er am meistens löslich zu sein scheint. Wenn er in allen vier Lösungsmitteln gleichmäßig löslich ist, wird Ethanol als ausgewähltes Lösungsmittel verwendet.
- b) Folgende Verfahrensweise ist dreimal am Flussmittelprüfling durchzuführen:
- c) Eine ausreichende Menge Flussmittelprüfling, die etwa 1 g nichtflüchtiger Bestandteile gemäß Prüfverfahren 6C03 entspricht, wird mit einer Genauigkeit von 0,001 g abgewogen, wobei bei flüssigen Flussmittelprüflingen Maßnahmen ergriffen werden, um einen Verlust flüchtiger Bestandteile während des Wägens zu verhindern.
- d) Der gewogene Prüfling wird in einen geeigneten Kolben oder Becherglas getan und 100 ml der ausgewählten Flüssigkeit werden zugegeben.
- e) 3 Tropfen Phenolphthaleinindikator werden zugegeben und mit den Kaliumhydroxid titriert (8.1.3.3) titriert, bis in der titrierten Lösung 15 s lang eine blassrosa Farbe vorliegt.
- f) Zu Vergleichszwecken wird eine Blindwertbestimmung unter Verwendung aller Reagenzien durchgeführt.

5.1.4.3 Berechnung der Ergebnisse

- a) Die Säurezahl wird in Milligramm Kaliumhydroxid pro Gramm nichtflüchtiger Bestandteile ausgedrückt, unabhängig vom Alkali, das zur Durchführung der Titration verwendet wird.
- b) Der Säurewert (ausgedrückt in Milligramm Kaliumhydroxid pro Gramm nicht flüchtiger Bestandteile) wird angegeben durch:

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

Dabei ist

- V das Volumen des verwendeten Alkalis (Tetrabutylammoniumhydroxid für Verfahren A, Kaliumhydroxid für Verfahren B) in ml;
- M die Molarität des verwendeten Alkalis;
- m die Masse des verwendeten Prüflings in Gramm;
- S der Prozentsatz an nichtflüchtigen Bestandteilen, die, wie in Prüfverfahren 6C03 dieser Norm beschrieben, bestimmt wird.

Die Säurezahl (ausgedrückt in Milligramm Kaliumhydroxid pro Gramm Flussmittel) wird angegeben durch:

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

Die Säurezahl des Flussmittelprüflings wird als Mittelwert der Ergebnisse von jedem der drei Prüflinge berechnet.

5.1.5 Zusätzliche Angaben

Sicherheit: Der Anwender sollte ausgebildet und vertraut sein mit den Gefahren, die den Chemikalien eigen sind, die verwendet und analysiert werden. Ordnungsgemäße persönliche Sicherheitsausrüstungen, wie Schutzbrille, Handschuhe und Spritzschürze sowie entsprechende Lüftung sollten verwendet werden.

5.2 Prüfung 6C02: Bestimmung von Halogeniden in Flussmitteln, Silberchromatmethode

5.2.1 Zweck

Dieses Prüfverfahren ist vorgesehen, um die Anwesenheit von Chloriden und Bromiden in Lötflussmittel durch visuelle Prüfung nach Aufbringung des Flussmittels auf Prüfpapier zu bestimmen.

5.2.2 Prüfling

Der Prüfling besteht aus einer Mindestmenge von 100 ml flüssigem Flussmittel, einem entsprechenden Behälter mit Lotpaste, Flussmittelpaste für Reflow-Löten, extrahiertem Flussmittel aus Lotvorformteilen oder aus extrahiertem Flussmittel aus Lotdrähten mit Flussmittelsee.

5.2.3 Prüfgeräte und Reagenzien

- Sechs Stück Silberchromat-Prüfpapier 51 mm × 51 mm.
- 0,25 l analysenreines (hochrein, ohne Verschmutzung) Isopropanol.

5.2.4 Durchführung

5.2.4.1 Vorbereitung

- Das Silberchromatpapier ist äußerst lichtempfindlich und muss in einem geschlossenen Behälter vor Licht geschützt aufbewahrt werden, ehe es zur Prüfung verwendet wird.
- Um eine Verschmutzung zu verhindern, muss das Papier mit einer Zange angefasst werden und darf niemals mit bloßen Händen berührt werden.

5.2.4.2 Prüfung von flüssigem Flussmittel oder Flussmittelextraktionslösung

- Ein Tropfen Prüfflussmittel oder -flussmittelextrakt (etwa 0,05 ml) wird auf jedes Stück Silberchromatpapier gegeben. Der Tropfen wird mindestens 15 s auf jedem Prüfpapier belassen.
- Nach den 15 s wird jedes Prüfpapier sofort in reines Isopropanol eingetaucht, um die restlichen organischen Materialien zu entfernen.
- Jedes Prüfpapier lässt man 10 min lang trocknen, dann wird die Farbänderung geprüft.

5.2.4.3 Prüfung von Flussmittelpaste oder Lotpasten-Flussmittel, die vom Lieferanten bezogen werden

- Ein Glasobjektträger wird mit Isopropanol und trockener Luft gereinigt.
- Ein Stück Silberchromatreagenzpapier geeigneter Größe wird mit deionisiertem Wasser befeuchtet.
- Das feuchte Papier wird auf den Objektträger gelegt und das überschüssige Wasser mit Fließpapier entfernt.