

ICS 31.030

L90

备案号:



中华人民共和国电子行业标准

SJ/T 11389—2009

无铅焊接用助焊剂

Fluxes for lead-free soldering application

2009-11-17 发布

2010-01-01 实施



中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准由中华人民共和国工业和信息化部电子信息产品污染防治标准工作组提出。

本标准由中国电子技术标准化研究所归口。

本标准起草单位：深圳市唯特偶化工开发实业有限公司、北京金朝电子材料有限公司、工业和信息化部电子第五研究所、工业和信息化部专用材料质量监督检验中心、昆山成利焊锡制造有限公司、航天部北京国营第六六九厂。

本标准起草人：张鸣玲、杨嘉骥、谢成屏、何秀坤、苏明斌、丁飞。

引 言

根据《电子信息产品污染控制管理办法》（信息产业部第39令）的有关要求，落实“从源头抓起”的思路和原则，在产品的设计、生产过程中，通过改变研究设计方案，调整工艺流程，更换使用材料等技术措施从而达到电子信息产品污染控制的目的。因此，在电子信息产品生产中限制使用铅，要求电子组装联接使用无铅焊料。

无铅焊料与传统的锡铅焊料相比，性能上明显的差别是熔点高，润湿力差。为配合无铅焊料更好的使用，必须使用无铅焊料专用助焊剂，传统助焊剂的一些技术要求，有些不适合无铅焊接用助焊剂。为适应无铅焊接用助焊剂实际应用的需要，同时兼顾与国际相关标准的接轨，参考有关国际标准和工业界实践，特制定本标准。

无铅焊接用助焊剂

1 范围

本标准规定了无铅焊接用助焊剂的分类、技术要求、检验方法、检测规则以及产品的标识、包装、运输、贮存等。

本标准主要适用于电子信息产品无铅焊接用助焊剂。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 2040 纯铜板

GB/T 2828.1 计数抽样检验程序 第1部分：按接收质量限(AQL)检索的逐批检验抽样计划

GB/T 2829 周期检验计数抽样程序及抽样表(适用于过程稳定性的检验)

GB/T 3131 锡铅焊料

GB/T 4677.22 印制板表面离子污染测试方法

GB/T 8145 脂松香

SJ/T 11390—2009 无铅焊料试验方法

SJ/T 11392—2009 无铅焊料 化学成份与形态

YB/T 724 纯铜线

3 术语、定义和分类

3.1 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1.1

扩展率 spread

焊料在助焊剂作用下的润湿扩展特性。

3.1.2

电迁移 electrochemical migration

ECM

助焊剂焊后板面残留离子引起的晶枝生长。

3.2 无铅焊接用助焊剂分类

3.2.1 助焊剂形态分类

助焊剂形态分类分为：液体(L)、固体(S)和膏(P)。

3.2.2 助焊剂活性分类

无铅焊接用助焊剂活性分类和要求见表1。

表1 无铅焊接用助焊剂活性分类和要求

焊剂类型	卤素含量 (定性)		卤素含量 (定量)	铜镜腐蚀试验	铜板腐蚀试验	表面绝缘电阻 (SIR) 通过 $10^4 \Omega$ 要求的条件	电迁移 (ECM) 通过要求的条件
	铬酸银试纸 (Br, Cl)	含氟试验 (F)	(Cl, Br, F)				
L ₀	无变化	无变化	0.0%	无穿透性腐蚀	无腐蚀	不清洗	不清洗
L ₁	有色斑出现	有变色	≤0.1%				
M ₀	无变化	无变化	0.0%	铜镜穿透性腐蚀面积小于50%	轻微腐蚀	不清洗	不清洗
M ₁	有色斑出现	有变色	0.1%~0.5%				
H ₀	无变化	无变化	0.0%	铜镜穿透性腐蚀面积大于50%	较重的腐蚀	清洗后	清洗后
H ₁	有色斑出现	有变色	0.5%~1.0%				

注1: 卤素含量定量是相对助焊剂样品质量分数。
注2: 表中0.0%表示卤素含量小于0.05%。

3.2.3 无铅焊接用助焊剂鉴别分类

无铅焊接用助焊剂鉴别分类见表2。

表2 助焊剂鉴别分类

组成材料	助焊剂活性等级	卤素含量 %	助焊剂类型	助焊剂命名标志
松香型 Rosin (Ro)	低 (Low)	0.0%	L ₀	ROL ₀
		≤0.1%	L ₁	ROL ₁
	中 (Moderate)	0.0%	M ₀	ROM ₀
		0.1%~0.5%	M ₁	ROM ₁
	高 (High)	0.0%	H ₀	ROH ₀
		0.5%~1.0%	H ₁	ROH ₁
树脂型 Resin (Re)	低 (Low)	0.0%	L ₀	ReL ₀
		≤0.1%	L ₁	ReL ₁
	中 (Moderate)	0.0%	M ₀	ReM ₀
		0.1%~0.5%	M ₁	ReM ₁
	高 (High)	0.0%	H ₀	ReH ₀
		0.5%~1.0%	H ₁	ReH ₁
有机物型 Organic (OR)	低 (Low)	0.0%	L ₀	ORL ₀
		≤0.1%	L ₁	ORL ₁
	中 (Moderate)	0.0%	M ₀	ORM ₀
		0.1%~0.5%	M ₁	ORM ₁
	高 (High)	0.0%	H ₀	ORH ₀
		0.5%~1.0%	H ₁	ORH ₁
无机物型 Inorganic (IN)	低 (Low)	0.0%	L ₀	INL ₀
		≤0.1%	L ₁	INL ₁
	中 (Moderate)	0.0%	M ₀	INM ₀
		0.1%~0.5%	M ₁	INM ₁
	高 (High)	0.0%	H ₀	INH ₀
		0.5%~1.0%	H ₁	INH ₁

4 技术要求

4.1 助焊剂外观

4.1.1 助焊剂形态分类见 3.2.1。

4.1.2 液体助焊剂外观：液体助焊剂外观当按 5.2 检验应是透明无异物、均匀一致的液体。

4.2 物理稳定性

当按 5.3 检验时，助焊剂应保持透明、无分层或沉淀现象。

4.3 密度

当按 5.4 检验时，助焊剂的密度应符合在 25℃ 时产品标称的密度范围。

4.4 不挥发物含量

当按 5.5 检验时，助焊剂中不挥发物含量应在产品标称数值范围内。

4.5 酸值

当按 5.6 检验时，助焊剂的酸值应符合产品标称数值要求。

4.6 助焊性

4.6.1 扩展率

按 5.7.1 检验，扩展率：L 级 $\geq 70\%$ ，M 级 $\geq 75\%$ ，H 级 $\geq 80\%$ 。

4.6.2 润湿时间

当按 5.7.2 检验时，助焊剂开始润湿时间应小于 1.5s。

4.7 卤素含量

当按 5.8 检验时，助焊剂的卤素含量应符合 3.2.2 中表 1 的要求。

4.8 铜镜腐蚀

当助焊剂按 5.9 试验后，铜镜腐蚀应符合 3.2.2 中表 1 的要求。

4.9 表面绝缘电阻 (SIR)

当助焊剂按 5.10 试验后，试件在焊接后，进行潮湿试验后的表面绝缘电阻应不小于 $1.0 \times 10^8 \Omega$ 。

4.10 电迁移 (ECM)

当助焊剂按 5.11 试验后，试样的最终表面绝缘电阻应满足： $IR_{\text{最终}} \geq IR_{\text{初始}}/10$ ；没有明显的电迁移，导体间距减少不超过 20%；导线允许有轻微变色，不能有明显的腐蚀。

4.11 铜板腐蚀

助焊剂按 5.12 试验后，铜板试件应符合 3.2.2 中表 1 的要求。

4.12 PCB 板离子残留 (可选)

当助焊剂按 5.13 试验后，PCB 板上的离子残留应符合下表 3 中的规定。

表 3 PCB 板离子残留 (兆欧仪测量法)

焊剂等级	NaCl 当量 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$	适用状况
L	< 1.56	适用于高可靠性电子信息产品
M	$1.56 \sim 3.00$	适用于一般电子信息产品
H	$3.00 \sim 5.00$	适用于各种难焊接的电子信息产品，焊后需清洗

5 试验方法

5.1 试验环境条件

5.1.1 试验用标准大气条件

- 温度： $15\text{ }^\circ\text{C} \sim 35\text{ }^\circ\text{C}$ ；
- 相对湿度： $25\%RH \sim 75\%RH$ ；

- c) 气压: 86 kPa~106 kPa。

5.1.2 仲裁试验用标准大气条件

- a) 温度: 20 ℃±1 ℃;
- b) 相对湿度: 48%RH~52%RH;
- c) 气压: 86 kPa~106 kPa。

5.2 外观

用目测方法检验助焊剂是否透明, 是否均匀一致, 是否有沉淀、分层或异物。

5.3 物理稳定性

用振动或搅拌的方法使助焊剂试样充分混匀, 取50 ml助焊剂试样放入100 ml的试管中, 盖紧, 放入温度为5 ℃±2 ℃的冷冻箱中, 保持60 min±5 min, 在此温度下目视观察助焊剂是否有异物、分层和有沉淀物现象。打开试管盖, 将试样放在无空气循环的烘箱中, 在45 ℃±2 ℃下保持60 min±5 min, 再观察和目测助焊剂是否有异物、分层和有沉淀物, 如出现上述一项视为不合格。

5.4 密度

5.4.1 器具

- a) 250 ml玻璃量筒;
- b) 悬浮式密度计;
- c) 玻璃温度计(0℃~50℃);
- d) 恒温水浴槽。

5.4.2 试验程序

将液体助焊剂直接倒入干净的250 ml量筒中, 将量筒放入25 ℃±1 ℃的恒温水浴槽中, 将温度计插入盛助焊剂的量筒中, 当助焊剂的温度达到25 ℃时, 放入悬浮式密度计, 在助焊剂的弯月面与密度计相切处读取密度的值。

5.5 不挥发物含量

准确称量6 g助焊剂 (m_1) 并精确到0.001 g, 放入直径50 mm的已恒量的扁形称量皿中。然后将称量皿放入110 ℃±2 ℃的通风烘箱中干燥4 h, 取出放到干燥器中冷至室温, 称量, 然后以干燥1 h为周期, 反复烘干和称量, 直至误差保持在±0.005 g之内时为恒量, 此时试样的质量为 m_2 并平行做3个试样。按公式计算焊剂的不挥发物含量:

$$S(\%) = \frac{m_2}{m_1} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

公式中:

- S——不挥发物含量, 单位为百分率(%);
- m_1 ——试样初始质量, 单位为克(g);
- m_2 ——烘干恒重后不挥发物的质量, 单位为克(g);

取三个试样的平均值, 作为不挥发物含量。

对于含水大于50%的助焊剂精确称3 g样品, 按上述条件试验。

5.6 酸值

5.6.1 试剂和材料

- a) 氢氧化钾乙醇溶液: 配成0.1 N氢氧化钾乙醇溶液, 用邻苯二甲酸氢钾标定;
- b) 酚酞指示剂: 将1 g酚酞溶解在50 ml的分析纯甲醇中, 溶解后, 用甲醇定容到100 ml;
- c) 无水乙醇: 分析纯;
- d) 异丙醇: 分析纯。

5.6.2 装置及器具

- a) 滴定管;
- b) 电子分析天平 (精度0.001 g);
- c) 移液管;
- d) 250 ml锥形瓶。

5.6.3 试验程序

5.6.3.1 液体助焊剂

- a) 称取10 g试样 (精确到0.001 g), 放入烧瓶中, 加入100 ml中性乙醇, 混合均匀做试液;
- b) 在试液中加3滴酚酞指示剂, 用0.1 N的氢氧化钾乙醇溶液进行滴定, 滴定至出现粉红色。保持30 s作为终点。

5.6.3.2 焊锡膏助焊剂

- a) 精确称取10 g锡膏(M_1)放入烧杯中, 加100 ml异丙醇, 在常温下搅拌, 萃取助焊剂;
- b) 用滤纸过滤萃取液, 将澄清的滤液移入烧瓶中, 然后用10 ml异丙醇冲洗烧杯2次~3次, 将清洗液移入放滤液的烧瓶中, 混均匀将烧瓶放入85 °C±2 °C的恒温槽中加热, 使之变成10 ml, 作为试液;
- c) 将滤出的锡粉放入100 °C±2 °C的干燥器中, 干燥1 h, 冷却后, 以0.001 g的精度称其重量 M_2 , 助焊剂的重量 $M=M_1-M_2$;
- d) 将试液按5.6.3.1方法进行滴定。

5.6.3.3 焊锡丝助焊剂

- a) 以0.001 g精度称取50 g(M_1)焊锡丝, 切成2 mm~3 mm的薄片;
- b) 将切成的薄片放入烧杯中, 加放100 ml异丙醇, 用表面皿盖住, 微加热, 萃取助焊剂。将萃取液移入烧瓶中, 用10 ml异丙醇冲洗片状焊锡2次~3次, 将冲洗液加入萃取液烧瓶中混均匀, 将烧瓶放入85 °C±2 °C的恒温槽中加热, 使之变成10 ml, 作为试液;
- c) 将片状焊锡在100 °C±5 °C的干燥箱中, 干燥1 h, 冷却后, 以0.001 g精度称其重量 (M_2), 助焊剂的重量 $M=M_1-M_2$;
- d) 将试液按5.6.3.1进行滴定。

5.6.4 酸值计算:

$$A=56.11 \times V \times N/M \dots \dots \dots (2)$$

式中:

- A——酸值, 单位为毫克氢氧化钾每克 (KOHmg/g);
- V——滴定样品所需的氢氧化钾乙醇溶液体积, 单位为毫升(ml);
- N——氢氧化钾乙醇溶液的当量浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);
- M——样品重量, 单位为克(g)。

5.7 助焊性

5.7.1 扩展率

5.7.1.1 试剂和材料

- a) 乙醇: 分析纯;
- b) 异丙醇: 分析纯;
- c) 铜板: 按GB/T 2040规定的铜板T₂, 尺寸为30 mm×30 mm×0.3 mm;
- d) 焊锡丝: S-SnAg3.0Cu0.5或SJ/T 11392—2009规定的S-SnAg3.0Cu0.5Ce0.04无铅实芯焊锡丝, 直径1.5 mm。

5.7.1.2 试件的制备

- a) 取五块规定的铜板, 去油后用1200目细砂纸去除氧化膜, 并研磨均匀, 再用乙醇清洗干净并充分干燥。将此铜片放在150°C±2°C的烘箱中氧化处理1h取出, 放在密封的干燥器中待用;

b) 取一段规定的焊锡丝, 截成每个重量约为 $0.300\text{ g}\pm 0.005\text{ g}$ 的小段, 做成圆环。

5.7.1.3 试验

5.7.1.3.1 液体助焊剂

a) 测量步骤按SJ/T 11390—2009中5.3.4执行。

b) 扩展率按SJ/T 11390—2009中5.3.4计算。

5.7.1.3.2 焊锡膏助焊剂

a) 精确称量 $0.330\text{ g}\pm 0.003\text{ g}$ 焊锡膏, 用 0.2 mm 不锈钢模板成圆形印在制备好的铜片中央, 制5个试片, 将试片放在 $265\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的焊锡槽表面上保持 30 s , 水平取出试片, 冷却到室温, 用异丙醇清洗掉焊剂残留物;

b) 扩展率按SJ/T 11390—2009中5.3.4计算。

5.7.1.3.3 焊锡丝助焊剂

a) 精确称量 $0.310\text{ g}\pm 0.003\text{ g}$ 焊锡丝, 绕成圆形, 放在制备好的铜片中央, 制5个试片, 将试片放在 $265\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的焊锡槽表面上保持 30 s , 水平取出试片, 冷却到室温, 用异丙醇清洗试片上的助焊剂残留物;

b) 扩展率按SJ/T 11390—2009中5.3.4计算。

5.7.2 润湿时间(可选)

5.7.2.1 试验条件

5.7.2.1.1 焊料

试验使用SnAg3.0Cu0.5或SJ/T 11392—2009规定的S-SnAg3.0Cu0.5Ce0.04无铅焊料。

5.7.2.1.2 焊料温度

试验时焊锡槽中焊料的温度应为 $265\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.7.2.1.3 试验参数设定

试件浸入熔融焊料中的深度为 3 mm , 在此位置保持时间 $5.0\text{ s}\pm 0.5\text{ s}$, 试件的浸提速度为 $(20\pm 5)\text{ mm/s}$ 。

5.7.2.2 试件制备

按SJ/T 11390—2009中5.4.3完成。

5.7.2.3 试验程序

按SJ/T 11390—2009中5.4.4完成。

5.8 卤素含量

5.8.1 卤素的定性分析

5.8.1.1 铬酸银试纸法(Cl, Br)

将助焊剂试样滴在铬酸银盐试纸上之后, 助焊剂试样中的卤化物使试纸变色, 以此来定性评价助焊剂是否含有卤化物。

5.8.1.1.1 试剂及材料

a) 铬酸钾标准液: 将 1.94 g 铬酸钾溶解于 1 L 去离子水中所得的溶液, 配成 0.01 N 铬酸钾溶液;

b) 硝酸银溶液: 将 1.70 g 硝酸银放入棕色容量瓶中, 用去离子水溶解, 并稀释至 1 L , 配成 0.01 N 硝酸银溶液;

c) 异丙醇: 分析纯。

5.8.1.1.2 铬酸银试纸的制备

将宽 2 cm 长 20 cm 的滤纸带浸入 0.01 N 铬酸钾溶液, 然后取出自然干燥, 再浸入 0.01 N 硝酸银溶液中, 最后用去离子水清洗。此时纸带出现均匀的桔红咖啡色, 将纸带放在黑暗处干燥后, 切成长宽为 $20\text{ mm}\times 20\text{ mm}$ 的方块, 放在棕色瓶中避光保存备用。

5.8.1.1.3 试验步骤

将一滴（约0.05 ml）助焊剂（液体助焊剂或按5.6.3.2和5.6.3.3方法制备的焊锡膏、焊锡丝助焊剂）滴在一块干燥的铬酸银试纸上保持15 s，将试纸浸入清洁的异丙醇中15 s，除去焊剂残留物，试纸干燥10 min后，用目视检查试纸颜色变化，如出现白色或灰白色色斑，则表示有卤化物存在。

5.8.1.2 呈色反应法（F）

在铅—茜素紫色沉淀染料斑上，滴上助焊剂，目视观察有无变化成黄色，判定F的存在。

5.8.1.2.1 试剂和材料

- a) 茜素磺酸钠溶液：将分析纯的茜素磺酸钠0.05 g溶解于50 ml去离子水中，所得的溶液；
- b) 铅硝酸溶液：将分析纯的铅硝酸0.05 g溶解于50 ml去离子水中，所得的溶液；
- c) 白色斑点试验板；
- d) 玻璃棒。

5.8.1.2.2 试样制备

在白色斑点试验板中央，滴茜素磺酸钠和铅硝酸溶液各1滴，用清洁的玻璃棒混合，制成紫色沉淀染料斑。

5.8.1.2.3 试验程序

- a) 在刚制成的上述紫色沉淀染料斑上，滴一滴（约0.05 ml）助焊剂（液体助焊剂或按5.6.3.2和5.6.3.3方法制备的焊锡膏助焊剂、焊锡丝助焊剂）；
- b) 目视观察色斑颜色的变化，如紫色斑点变为黄色，表示氟存在。

5.8.2 卤素定量分析

5.8.2.1 容量滴定法

5.8.2.1.1 仪器和试剂

- a) 恒温水浴槽；
- b) 分析天平精度0.001 g；
- c) 移液管；
- d) 滴定管；
- e) 100 ml烧杯；
- f) 分液漏斗；
- g) 250 ml锥形烧瓶；
- h) 1000 ml容量瓶；
- i) 试剂：
 - 1) 0.1 N硝酸银基准试剂：将17.000 g（分析纯）硝酸银用去离子水溶解在1000 ml容量瓶中并用去离子水稀释到1000 ml；
 - 2) 1 M氢氧化钠溶液：将40 g（分析纯）氢氧化钠，用去离子水溶解在1000 ml容量瓶中并用去离子水稀释到刻度；
 - 3) 0.2 M的硝酸：在1000 ml的容量瓶中，加12.6 ml（浓度16 M）硝酸，用去离子水稀释到1000 ml；
 - 4) 1 M铬酸钾溶液：将194 g铬酸钾用去离子水溶解到1000 ml容量瓶中，并用去离子水稀释到1000 ml；
 - 5) 0.03 M酚酞溶液。

5.8.2.1.2 试验程序

5.8.2.1.2.1 松香或树脂型助焊剂

- a) 精确称量5 g液体助焊剂（或按5.6.3.2和5.6.3.3方法制备的焊锡膏助焊剂、焊锡丝助焊剂），放入250 ml分液漏斗中，加10 ml三氯甲烷混均匀，再加15 ml去离子水，摇荡萃取10秒钟；
- b) 让分液漏斗静止完全分层后，将三氯甲烷层移到烧杯中，将水相移入250 ml的锥形烧瓶中；

- c) 将烧杯中三氯甲烷移入250 ml分液漏斗中,按a)和b)再重复萃取两次;
- d) 将盛有三次水相萃取液的锥形烧瓶放在恒温水浴槽中加热至80℃,蒸发掉有机溶剂,冷却到室温;
- e) 加2滴酚酞指示剂,滴加氢氧化钠溶液至溶液变红,然后滴加0.2 M的硝酸至溶液的红色消失,加6滴1M铬酸钾溶液,用0.1 N硝酸银标准溶液滴定到红褐色终点。

5.8.2.1.2.2 水溶性助焊剂

- a) 精确称量5g助焊剂放入250 ml的锥形瓶中;
- b) 加50 ml去离子水,摇均匀,加2滴酚酞指示剂;
- c) 滴加氢氧化钠溶液到溶液变红,再滴加0.2 M的硝酸至溶液红色消失;
- d) 用60 ml去离子水稀释,加6滴铬酸钾溶液,用硝酸银溶液滴定至红褐色终点。

5.8.2.1.3 卤素计算结果(以氟计)

$$H = \frac{3.55 \times V \times N}{M} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- H——卤素含量,单位为百分率(%);
- V——硝酸银溶液消耗量,单位为毫升(ml);
- N——硝酸银溶液摩尔浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- M——助焊剂样品的重量,单位为克(g)。

5.8.2.2 离子色谱法(可选)

5.8.2.2.1 仪器设备及试剂

- a) 离子色谱仪:对各种卤素离子的最低检测限应低于 50×10^{-6} (50 ppm);
- b) 恒温水浴锅:能维持温度在 $80^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$;
- c) 去离子水:其电阻率不低于 $18 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$;
- d) 氟离子、溴离子、氯离子标准溶液;
- e) 异丙醇:分析纯;
- f) 实验室用玻璃器皿;
- g) 注射器用过滤头。

5.8.2.2.2 样品溶液的制备

- a) 取90% (体积) 去离子水和10% (体积) 异丙醇溶液混合备用;
- b) 称取一定量的助焊剂溶液(m)于洗净的玻璃容器中,然后用a)中的混合溶液稀释定容至100 ml容量瓶中;
- c) 用过滤头过滤b)中制备好的样品液。

5.8.2.2.3 测试程序

- a) 按仪器的操作指导书开启仪器,待仪器稳定;
- b) 用5.8.2.2.1 d)的标准溶液,配制 50×10^{-6} (50 ppm), 100×10^{-6} (100 ppm), 200×10^{-6} (200 ppm), 500×10^{-6} (500 ppm)的系列标准溶液,按仪器操作手册绘制氟离子、溴离子、氯离子的标准曲线;
- c) 测试,制备好样品溶液中氟离子、溴离子、氯离子的含量。

5.8.2.2.4 结果计算

焊剂中卤素含量按下式计算:

$$H = \frac{C \times V}{m \times 1000} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- H——焊剂卤素离子含量，单位为百分率(%)；
 c——离子色谱仪测得离子的浓度，单位为毫克每升(mg/L)；
 m——焊剂的质量，单位为克(g)；
 v——定容体积，单位为升(L)。

5.9 铜镜腐蚀

5.9.1 标准助焊剂的制备

将符合GB/T 8145的特级松香固体溶解于无水乙醇或异丙醇中，并使松香含量的质量分数为25%。

5.9.2 铜镜的制备

将纯铜真空沉积在60 mm×30 mm×3 mm的清洁光学玻璃表面上，形成铜镜，铜膜厚度应均匀，厚度约0.05 μm，用光电分光计测量时，允许波长为500 nm的垂直入射光透过率5%~15%。并且铜膜不应有氧化膜和任何损伤。

5.9.3 试验步骤

将约0.05 ml的液体助焊剂（或按5.6.3.2和5.6.3.3方法制备的焊锡膏助焊剂、焊锡丝助焊剂）滴到铜镜上，相隔30 mm滴相同量的标准助焊剂，共做三块试样。铜镜表面始终保持无污染物、尘埃和指印。将它们水平放置在温度23℃±2℃，相对湿度50%±5%的恒温恒湿箱中24 h。将试件取出用异丙醇将试件上的助焊剂除去，目视检查铜镜的腐蚀程度。

对于含水大于50%的助焊剂将涂助焊剂的三块试片在110℃±5℃温度下将水蒸发干，然后水平放在温度23℃±2℃，相对湿度50%±5%的恒温恒湿箱中，放置24 h后，将试片取出，用异丙醇除去助焊剂的残留物，目视检查铜镜的腐蚀程度。

5.10 表面绝缘电阻(SIR)

5.10.1 梳形试件的要求

按图1制作梳形试件。

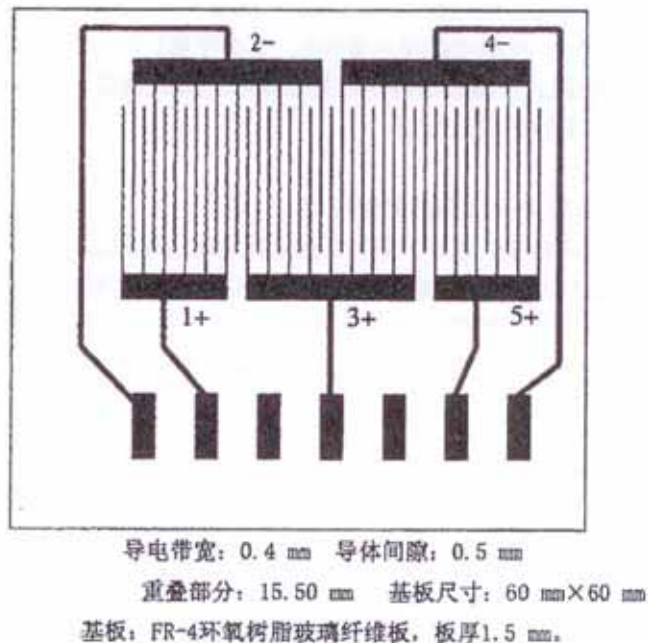


图1 测量表面绝缘电阻用梳形电路示意图

5.10.2 仪器设备和材料

- 恒温恒湿箱：能保持温度85℃±2℃，相对湿度85%~90%±2%；
- 直流电源：能稳定提供45 V~50 V DC电压；
- 绝缘电阻仪：在试验电压DC 100 V，能测量10¹³ Ω高电阻；

- d) 焊锡槽;
- e) 干燥箱: 空气循环型;
- f) 异丙醇、无水乙醇: 分析纯;
- g) 去离子水或蒸馏水 (最小电阻率为 $2\text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$);
- h) 显微镜: 10X-30X。

5.10.3 试件的准备

选取9块试件(一组),依次用乙醇、去离子水和异丙醇洗干净、凉干,放入 $60^{\circ}\text{C}\pm 3^{\circ}\text{C}$ 的干燥箱中,干燥3 h,用100 V DC测试电压测量试样的绝缘电阻值应大于 $1\times 10^{13}\Omega$ 。

5.10.4 试件制备

5.10.4.1 液体助焊剂及焊锡丝助焊剂

取6块梳形电路试件,在每块梳形电路上均匀涂敷0.1 ml助焊剂(液体助焊剂或按5.6.3.3方法制备的焊锡丝助焊剂),在 $120^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$ 的干燥箱中,干燥5 min。余下的3块基板做比较板。三块涂助焊剂的试件,梳型电路向下,分别在 $265^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 的焊料(用SnAg3.0Cu0.5焊料)槽中浸焊3 s~5 s(也可用同样条件的波峰焊);三块涂助焊剂的试件,梳型电路向上,分别在上述焊料槽上浸3 s~5 s。确认试样有无连焊,如有连焊,重新制备试件。

5.10.4.2 焊锡膏

- a) 选6块备用试件,用厚度为0.2 mm的不锈钢模板将焊膏印刷在三块梳型试件上,余下的三块做比较板;
- b) 3块印刷焊锡膏的试件按焊锡膏生产者提供回流温度曲线回流焊,确认试件无连焊,如有连焊,重新制备试件。

5.10.5 试验程序

将焊好的试件和比较件一起放入试验箱中,在温度升至 85°C ,且相对湿度20%的条件下稳定3 h,然后缓慢地(至少15 min)将相对湿度升至85%,至少平衡1 h,对所有试件加45 V DC偏压,分别在24 h、96 h和168 h时去掉偏压,在试验条件下,用100 V DC测试电压(极性与偏压相反)测量每个试件1和2、3和2、3和4、5和4之间的绝缘电阻值。

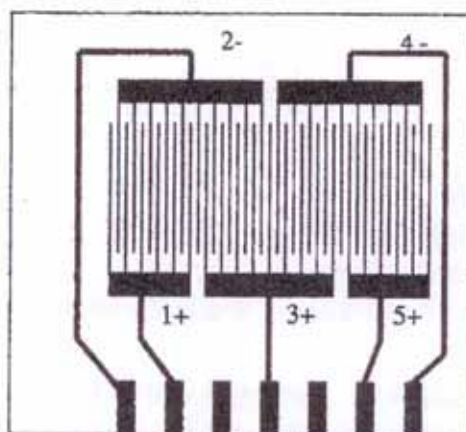
5.10.6 评价

- a) 计算每个试样168 h测得的绝缘电阻;
- b) 绝缘电阻最终结果,以3个试件中各测试点绝缘电阻最小值计算;
- c) 假如比较板168 h后的绝缘电阻值小于 $1\times 10^9\Omega$,说明基板本身有异常,整个试验重做;
- d) 因为在电阻值明显下降的部位上,可能会有水滴、灰尘、桥连等异常,所以试验后取出试片,在10X~30X显微镜下进行确认,如有异常,则删除该值,最终的测量值不得少于10个。

5.11 电迁移(ECM)

5.11.1 试验基板

试验基板采用图2所示的试验基板。



导电带宽: 0.318mm 导体间隙: 0.318mm
 重叠部分: 15.70mm 基板尺寸: 60mm×60mm
 基板: FR-4环氧树脂玻璃纤维板, 板厚1.5mm。

图2 测量电迁移(ECM)用梳形电路示意图

5.11.2 仪器设备和材料

- 恒温恒湿箱: 能保持温度 $65^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$, 相对湿度 $88.5\% \pm 2\%$;
- 直流电源: 能稳定提供45V~50V DC电压;
- 绝缘电阻仪: 在试验电压DC 100 V, 能测量 $10^{13} \Omega$ 高电阻;
- 焊锡槽;
- 干燥箱: 空气循环型;
- 异丙醇、无水乙醇: 分析纯;
- 去离子水或蒸馏水(最小电阻率, $2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$);
- 显微镜: 20X。

5.11.3 试件准备

选取四块试件(一组), 依次用乙醇、去离子水和异丙醇洗干净、凉干, 放入温度 $60^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$, 干燥箱中, 干燥3 h, 用100V DC测试电压测量试样的绝缘电阻值应大于 $1 \times 10^{13} \Omega$ 。

5.11.4 试样制备

取三块梳型电路板, 在每块梳型电路板上均匀涂敷0.1 ml助焊剂(液体助焊剂或按5.5.3.3和5.5.3.2方法制备的焊锡丝助焊剂、焊锡膏助焊剂), 在 $120^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 的干燥箱中, 干燥5min。余下的一块基板做比较板。三块涂助焊剂的试件, 分别在 $265^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 的焊料(用GB/T 3131规定的Sn60/Pb40焊料)槽中, 浸焊3s~5s(也可用同样条件的波峰焊)。确认试样有无连焊, 如有连焊, 重新制备试件。

5.11.5 试验程序

焊好的试件, 和比较件一起放入温度 $65^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 、相对湿度 $85\% \pm 2\%$ 的试验箱中使之稳定, 稳定96h后, 在试验条件下, 用100V DC测试电压测量每个试件1和2、3和2、3和4、5和4电极间的绝缘电阻值, 作为 $\text{SIR}_{\text{初始}}$ 。然后在各个电极间施加10V DC测试偏压, 在温度 $65^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 、相对湿度 $88.5\% \pm 2\%$ 条件下, 放置500 h(总共是596h), 加偏压后, 每隔96 h, 去掉偏压, 在试验条件下, 用100V DC测试电压测量各试件的绝缘电阻, 观察试验过程中绝缘电阻的变化情况。596 h后, 去掉偏压, 在试验条件下, 用100V DC测试电压测量各试件的绝缘电阻, 作为 $\text{SIR}_{\text{终}}$ 。然后从试验箱中取出试件, 用20X的显微镜检查晶须的生长, 腐蚀和变色。

测量电压和施加偏压的极性与图2相同。

5.11.6 评价

a) 平均绝缘电阻计算公式为:

$$IR_{avg} = 10 \left[\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \lg IR_i \right] \dots \dots \dots (5)$$

式中:

IR_{avg} ——平均绝缘电阻;

N ——测得的两点之间的电阻值的个数, 不少于10;

IR_i ——每两点之间的测量电阻值。

b) 计算96 h和最终的平均绝缘电阻, 要求最后的平均绝缘电阻应满足: $IR_{final} \geq IR_{initial}/10$ 。

c) 用显微镜观察试件:

- 1) 如从一方的极性向另一方的极性生成树枝状的金属, 则表示发生了电迁移。如在比较基板上发生电迁移现象, 说明造成了污染, 要准备新的基板, 重新进行试验;
- 2) 无明显的电迁移迹象;
- 3) 导电带无腐蚀, 允许有轻微变色。

d) 由于下列原因引起绝缘电阻明显下降的测量值, 应从测量值中删去:

- 1) 梳型电路板的绝缘电阻表面受尘粒、冷凝水微滴等污染;
- 2) 梳型电路蚀刻不规范, 减少了导体之间的间距;
- 3) 导体有明显的损伤。

5.12 铜板腐蚀

5.12.1 仪器和试剂

- a) 焊锡槽: 规定的SnAg3.0Cu0.5的焊料, 能提供 $270^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 槽温;
- b) 恒温恒湿箱, 能提供温度 $50^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 和相对湿度 $95\% \pm 2\%$;
- c) 空气循环干燥烘箱;
- d) 最低20X的显微镜;
- e) 化学试剂: 1) 过硫酸铵; 2) 硫酸; 3) 脱脂剂: 丙酮、甲苯或石油醚。所有的化学试剂应为分析纯, 水必须是蒸馏水或去离子水;
- f) 分析天平: 能称量0.001 g。

5.12.2 试剂配制

5.12.2.1 过硫酸铵溶液

250 g过硫酸铵溶于蒸馏水中, 小心加入5 ml硫酸搅拌, 冷却后用蒸馏水稀释至1000 ml, 并混匀。

5.12.2.2 硫酸 (5%V/V)

将50 ml硫酸小心加入400 ml蒸馏水中, 搅拌冷却后稀释成1000 ml, 混匀。

5.12.3 试验板

将厚度 $0.5 \text{ mm} \pm 0.05 \text{ mm}$ 的纯铜板切成 $51 \text{ mm} \times 51 \text{ mm}$ 的试块。用直径19 mm的钢球在试块的中央挤压成一个深3.2 mm的圆形凹坑, 并将试片的一个角弯曲, 便于用夹子夹取。

5.12.3.1 铜板的处理

- a) 用丙酮等中性溶剂脱脂;
- b) 在 $65^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$, 5%的硫酸中浸泡1 min, 去除氧化膜;
- c) 在 $23^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 的过硫酸铵溶液中浸泡1 min;
- d) 用去离子水冲洗5 s;
- e) 在 $23^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$, 5%的硫酸中浸泡1 min;
- f) 用去离子水冲洗5 s;
- g) 用丙酮清洗, 在干净的空气中干燥;
- f) 处理好的试样尽快使用, 或放在密闭的容器中, 在1 h内使用。

5.12.4 试样制备

称取 $1.00\text{ g}\pm 0.05\text{ g}$ 的无铅焊料(SnAg3.0Cu0.5)，焊料为球形或压紧的螺旋焊料球，用丙酮脱脂，脱脂后的焊料，放置在铜板的凹坑中央。

5.12.5 试验步骤

5.12.5.1 将 $0.035\text{ g}\sim 0.040\text{ g}$ 助焊剂（液体助焊剂或按5.6.3.3和5.6.3.2制备的焊锡丝助焊剂、焊锡膏助焊剂）的固含放在焊料表面上，在 $270^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 焊锡槽上加热，焊料熔化后，保持5 s，将试件从焊锡槽上水平取出，在水平状态下冷却15 min。用20X的显微镜仔细检查，并记录观察情况，特别是变色情况。

5.12.5.2 将试件垂直放置在温度 $40^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 、相对湿度 $93\%\pm 2\%$ 的恒温恒湿箱内，保持240 h（10d）。

5.12.6 评价

试验240 h后，从试验箱中取出试件，用20X的显微镜检查试件腐蚀痕迹与5.12.5.1检验的记录情况相比较，腐蚀生成物为青绿色或白色物，出现在铜板上焊剂残留物的边缘，根据腐蚀物生成的情况判断试件的腐蚀性，不出现腐蚀生成物为无腐蚀；少量腐蚀生成物出现为轻微腐蚀；大量腐蚀生成物出现为严重腐蚀。

5.13 PCB板离子残留（可选）

5.13.1 兆欧仪测量法

5.13.1.1 试件处理

取面积约（ 170×150 ）mm的PCB板四块，依次用合适的清洗剂、去离子水和异丙醇清洗干净，凉干，作为试件。

5.13.2 试件制备

将适量（约 $180\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 焊剂固含）助焊剂（液体助焊剂或按5.5.3.2和5.5.3.3方法制备的焊锡膏助焊剂、焊锡丝助焊剂）均匀涂敷在制备好的三块PCB板上，在 $110^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$ 的干燥箱中，烘干5 min；分别将三块涂敷助焊剂的试件在 $270^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 的焊料（ SnAg3.0Cu0.5 ）槽中浸焊3 s~5 s（也可用同样条件的波峰焊）。自然冷却至室温，待测离子残留物，余下的一块PCB板做空白板，测量之前所有试件不能污染污物和指印。

注：测量结果与助焊剂的用量、工艺条件、PCB表面处理等要素相关。为得到同样结果应确保制样条件一致。

5.13.3 试验程序

按GB/T 6477.22测试步骤分别测试三块试件和空白板离子残留。助焊剂的离子残留为三块试件离子残留的算术平均值与空白板离子残留之差。

6 检验规则

6.1 交收检验

交收检验检测程序和抽样方法按GB/T 2828.1中的二次正常检验抽样方案进行。检验项目、检测方法和接收质量限见表4。

6.1.1 检验批

同一批原料在相同条件下连续生产的助焊剂为一检验批。

6.1.2 检验不合格判定

在表4检验项目中有一项不合格，即整批不合格。

表4 交收检验表

检测项目	要求章条号	检验方法章条号	AQL %
外观	4.1	5.2	2.5
密度	4.3	5.4	2.5
卤素	4.7	5.8	2.5
酸值	4.5	5.6	2.5
不挥发物含量	4.4	5.5	2.5

6.2 例行检验

6.2.1 助焊剂例行检验周期为 1a, 检验按 GB/T 2829 中判别水平 II 的二次抽样方案进行。例行检验的样品应在周期内批次检验的合格产品中随机抽样, 其检验项目、不合格质量水平、检验要求条款和试验方法条款见表 5。

表5 例行检验表

检验项目	要求章条号	试验方法章条号	RQL %
物理稳定性	4.2	5.3	30
铜镜腐蚀	4.8	5.9	30
卤素含量	4.7	5.8	30
可焊性(润湿时间可选)	4.6	5.7.1; 5.7.2(可选)	30
表面绝缘电阻	4.9	5.10	30
电迁移	4.10	5.11	30
铜板腐蚀	4.11	5.12	30

6.2.2 如周期内助焊剂例行检验不合格, 周期内的产品停止交货, 生产方认真查出不合格的原因, 并查明从哪个批次开始, 从该批次开始发出去的货, 供需双方协商解决。生产方对不合格因素采取有效措施, 直到例行检验合格后, 方可恢复批次检验, 交货。

7 包装、标识、运输、贮存

7.1 包装

应装入对助焊剂性能无影响的容器, 并严格密封, 包装容器要符合环保要求。

7.2 标识

包装容器上应标明如下内容:

- a) 生产厂商名、地址和联系电话;
- b) 助焊剂型号;
- c) 商标;
- d) 生产批号;
- e) 生产日期;
- f) 有效期;
- g) 条码编号;
- h) 容量或重量。

7.3 运输

产品运输中防止撞击, 防止包装桶破损, 使助焊剂泄漏。

7.4 贮存

助焊剂应在温度 5℃~36℃, 通风良好, 干净的环境条件下保存, 有效保存期不低于 1a。

中 华 人 民 共 和 国
电 子 行 业 标 准
无铅焊接用助焊剂
SJ/T 11389—2009

中国电子技术标准化研究所 编制
中国电子技术标准化研究所 发行

电话：(010) 84029065 传真：(010) 64007812

地址：北京市安定门东大街1号

邮编：100007

网址：www.cesi.ac.cn

开本：880×1230 1/16 印张： $1\frac{3}{16}$ 字数：22千字

2009年12月第一版 2009年12月第一次印刷

印数：200册 定价：39元

版权专有 不得翻印

举报电话：(010) 64007804