

ICS 71.100.99
G 70
备案号: 35458-2013

DB44

广东省地方标准

DB44/T 1054—2012

锡渣抗氧化还原剂

Anti-oxidation Reducer for Solder Dross

2012-08-17 发布

2012-11-15 实施

广东省质量技术监督局 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利，本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由工业和信息化部电子第五研究所、深圳市堃琦鑫华科技有限公司提出。

本标准由广东省质量技术监督局归口。

本标准主要起草单位：工业和信息化部电子第五研究所、深圳市堃琦鑫华科技有限公司。

本标准主要起草人：刘子莲、罗道军、蔡颖颖、严永农。

本标准为首次发布。

引 言

电子组装的焊接工艺中大量的焊锡在高温下被氧化而产生大量锡渣，不仅造成了资源的浪费和环境污染，还严重影响电子组装的焊接品质。在环保、节能减排与资源综合利用的大背景下，各种锡渣抗氧化还原剂得到了广泛的应用，但在现有的国际、国内标准中，尚无针对锡渣抗氧化还原剂的标准，随着锡渣抗氧化还原剂的使用量日益增加，没有相应标准的问题日益突出，为适应锡渣抗氧化还原剂实际应用的需要特制订本标准。

锡渣抗氧化还原剂

1 范围

本标准规定了锡渣抗氧化还原剂的分类、技术要求、试验方法、检验规则和标识、包装、运输贮存。

本标准主要适用于各种作用于产生锡渣的静态锡炉或动态波峰炉的熔融焊锡表面的锡渣抗氧化还原剂（粉）。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 2040 铜及铜合金板材

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 3621 钛及钛合金板材

GB/T 4472 化工产品密度、相对密度测定通则

GB/T 8145 脂松香

GB/T 9493 灰铸铁

GB/T 10124 金属材料实验室均匀腐蚀全浸试验方法

GB 10574.1 锡铅焊料化学分析方法 锡量的测定

GB/T 16483 化学品安全技术说明书内容和项目顺序

ISO 1634 Wrought Copper and Copper Alloys

BS EN 14582 Characterization of waste-Halogen and sulfur content-Oxygen combustion in closed systems and determination methods

IPC J-STD-001 Requirements for Soldered Electrical and Electronic Assemblies

IPC J-STD-006 Requirements for Electronic Grade Solder Alloys and Fluxed and Non-Fluxed Solid Solders for Electronic Soldering Applications

JIS G 4304 Hot-rolled stainless steel plate, sheet and strip

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

锡渣抗氧化还原剂 Anti-oxidation Reducer for Solder Dross

用于各种产生锡渣的静态锡炉或动态波峰炉的熔融焊锡的表面，将已氧化的焊料迅速转化成可利用的焊料，同时有效防止焊料再次发生氧化的精细化学品。

3.2

还原率 deoxidization rate

锡渣抗氧化还原剂还原锡渣的能力，以单位质量锡渣中还原出的锡的质量百分含量表示。

3.3

抗氧化率 anti-oxidation rate

锡渣抗氧化还原剂阻止氧化性气氛对熔融焊料氧化腐蚀作用的能力，以添加锡渣抗氧化还原剂后，每克锡渣抗氧化还原剂在单位面积单位时间内阻止焊料氧化的百分率。

3.4

润湿 wetting

熔融的焊料在金属基材表面形成均匀、平滑和不断裂的焊料薄层的状态。

3.5

锡渣 solder dross

熔融焊料在使用过程中产生的氧化物及附属物。

4 分类

按产品形态分为液体和粉状。

5 技术要求

5.1 外观

当按7.1检验时，液体锡渣抗氧化还原剂应是均匀一致的液体，无异物；粉状锡渣抗氧化还原剂应是均匀一致的粉末，无异物。

5.2 气味和烟雾

当按7.2检验时，锡渣抗氧化还原剂不应散发具有有毒、有害或有强刺激性气味的气体和较浓的烟雾。

5.3 密度

当按7.3检验时，液体锡渣抗氧化还原剂在20℃时的密度应为标称值 ± 0.005 g/cm³。

5.4 粘度

当按7.4检验时，液体锡渣抗氧化还原剂在23℃时的粘度应为标称值 ± 10 %。

5.5 酸值

当按7.5检验时，液体锡渣抗氧化还原剂的酸值应为标称值 ± 10 %。

5.6 还原率

当按7.6检验时，锡渣抗氧化还原剂的还原率应 ≥ 90 %。

5.7 抗氧化率

当按7.7检验时，抗氧化率 > 0 %/(h·cm²·g)，即添加锡渣抗氧化还原剂后熔融焊料表面产生的锡渣量应小于未添加锡渣抗氧化还原剂前熔融焊料表面产生的锡渣量。

5.8 润湿时间

当按7.8检验时，添加锡渣抗氧化还原剂的焊料的润湿时间($T_{W\text{添加}}$)与未添加锡渣抗氧化还原剂的焊料的润湿时间($T_{W\text{未添加}}$)的关系为： $T_{W\text{添加}} \leq T_{W\text{未添加}}$ 。

5.9 铜板腐蚀

当按7.9检验时，环境试验后的试片与环境试验前的试片比较，不能有明显的腐蚀迹象。

5.10 对锡炉的腐蚀率

当按7.10检验时，腐蚀率应 < 0.3 mm/a。

5.11 表面绝缘电阻

当按7.11试验后，试件在试验96h和168h后的所有测试图形上的所有表面绝缘电阻应不小于 $1 \times 10^8 \Omega$ 。

5.12 电迁移

当按7.12试验后，试样的最终表面绝缘电阻平均值应大于初始表面绝缘电阻的1/10；无使导体间电阻减少超过20%的电化学迁移（锡丝生长）现象；导线允许有轻微变色，不能有明显的腐蚀。

5.13 线路板表面离子残留量

当按7.13试验后，线路板上的离子残留量应 $\leq 1.56 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ ($10\mu\text{g}/\text{inch}^2$)。

6 试验环境条件

除非另有规定，试验应在温度为 $15 \sim 35 \text{ }^\circ\text{C}$ 、相对湿度为 $40 \sim 75 \text{ \%RH}$ 和大气压为 $86 \sim 106 \text{ kPa}$ 的正常大气条件下进行。

7 试验方法

7.1 外观

用目测方法检验锡渣抗氧化还原剂是否均匀一致，是否有异物。

7.2 气味和烟雾

气味和烟雾的毒性和刺激性应首先根据产品构成组分来判定。检验刺激性和烟雾的方法应在下列两种情况下进行：

a) 使用前：应离面部不小于40 cm的距离打开容器盖，以免气味和烟雾伤害人的面部或皮肤，观察烟雾的大小和浓度。然后将样品移至离面部至少15 cm处，用手向面部扇动容器口的气体，感觉是否有刺激性气味。

b) 使用中：在按7.7.2测试抗氧化率时，锡渣抗氧化还原剂加到锡炉表面上保持30 s的过程中，观测是否有刺激的气味和浓烟。

7.3 密度

7.3.1 器具

密度测试需要以下器具：

- a) 250 mL玻璃量筒；
- b) 密度计；
- c) 玻璃温度计($0 \sim 50 \text{ }^\circ\text{C}$ ，精度 $0.1 \text{ }^\circ\text{C}$)；
- d) 恒温槽。

7.3.2 试验步骤

将液体锡渣抗氧化还原剂直接倒入干净的250 mL量筒中，将量筒放入 $20 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ 的恒温槽中，将温度计插入盛锡渣抗氧化还原剂的量筒中，当锡渣抗氧化还原剂的温度达到 $20 \text{ }^\circ\text{C}$ 时，放入密度计，在锡渣抗氧化还原剂的弯月面与密度计相切处读取密度的值。

7.4 粘度

在温度为 23 ± 1 °C下按旋转粘度计使用说明书测定液体锡渣抗氧化还原剂的粘度。

7.5 酸值

7.5.1 仪器和试剂

酸值测试需要以下仪器和试剂：

- a) 滴定管；
- b) 电子天平（精度0.001 g）；
- c) 移液管；
- d) 250 mL锥形瓶；
- e) 氢氧化钾乙醇溶液：称取 $3\text{g}\pm 0.1$ g氢氧化钾固体溶于500 mL乙醇中，配成0.1 mol/L氢氧化钾乙醇溶液，用邻苯二甲酸氢钾标定；
- f) 酚酞指示剂：将1 g酚酞溶解在50 mL的甲醇中，溶解后，用甲醇定容到100mL；
- g) 无水乙醇：分析纯。

7.5.2 试验步骤

称量约10 g锡渣抗氧化还原剂液体样品，精确到0.001 g。将已称重样品倒入锥形瓶中并加入100 mL无水乙醇（无水乙醇需要先以0.1 mol/L氢氧化钾乙醇溶液滴定到中性）。搅拌至样品尽可能完全溶解，搅拌过程不应加热。

在试液中加入3滴酚酞指示剂溶液，用0.1 mol/L的氢氧化钾乙醇溶液滴定至溶液变为粉红色并保持30 s不褪色。平行测定3个试样，取平均值。

7.5.3 酸值计算

$$A = \frac{56.11 \times V \times M}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- A—酸值（mgKOH/g）；
 V—滴定样品所需的氢氧化钾乙醇溶液体积（mL）；
 M—氢氧化钾乙醇溶液的摩尔浓度（mol/L）；
 m—样品质量（g）。

7.6 还原率

7.6.1 材料和仪器

还原率测试需要以下材料和仪器：

- a) 焊料合金：IPC J-STD-006 规定的Sn63Pb37或SnAg3.0Cu0.5或其它焊料（由试验双方达成一致）；
- b) 焊锡槽：能提供高于焊料合金熔点温度 50 ± 5 °C的槽温；
- c) 电子天平：（精度0.001 g和0.1 g两种）；
- d) 搅拌器具：如玻璃棒、不锈钢棒或钛合金棒；
- e) 烧杯；
- f) 还原铁粉；
- g) 铝粒（>99.5 %）；
- h) 硫酸氢钾；
- i) 氯化钠；

j) 硫酸 ($\rho=1.84 \text{ g/mL}$);

k) 盐酸 (1+1);

l) 锡标准溶液: 称取 0.500 g 金属锡 (99.99%), 置于 250 mL 烧杯中, 加入 60 mL 盐酸 ($\rho=1.19 \text{ g/mL}$), 加热使其完全融解, 冷却至室温, 用盐酸 (1+9) 将溶液移入 500 mL 容量瓶中, 并稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锡。

m) 碘酸钾标准滴定溶液 (0.01 mol/L 和 0.05 mol/L);

n) 淀粉溶液 (5 g/L)。

7.6.2 试验步骤

7.6.2.1 锡渣还原

称取约 100g (精确到 0.1 g) Sn63Pb37 或 SnAg3.0Cu0.5 或其它焊料 (由试验双方达成一致) 氧化产生的锡渣 (m_1), 将其置于装有相同焊料合金的无锡渣的锡炉中 (Sn63Pb37 炉温 $245 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$, SnAg3.0Cu0.5 炉温 $265 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$, 或试验双方达成一致的焊料和温度; 锡槽表面积约 200 cm^2), 准确称取一定质量 (根据生产厂家标称的每还原 100g 锡渣需要的锡渣抗氧化还原剂的质量取) 的锡渣抗氧化还原剂 (m_2) 加入到该锡炉中, 搅拌使锡渣与锡渣抗氧化还原剂充分反应, 刮出残渣并称重 (m_3)。

7.6.2.2 锡渣中的锡含量

锡含量按 GB/T 10574.1 规定的方法进行测试。

7.6.3 还原率计算

$$R_1 = \frac{m_1 + m_2 - m_3}{m_1} \times 100\% \quad (2)$$

式中:

R_1 —还原率 (%);

m_1 —试验用锡渣的质量 (g);

m_2 —试验用锡渣抗氧化还原剂的质量 (g);

m_3 —还原后残留物的质量 (g)。

$$R_2 = \frac{m_1 \omega_1 - m_3 \omega_3}{m_1 \omega_1} \times 100\% \quad (3)$$

式中:

R_2 —还原率 (%);

m_1 —试验用锡渣的质量 (g);

m_3 —还原后残留物的质量 (g);

ω_1 —试验用锡渣中锡含量的质量分数 (%);

ω_3 —还原后残留物中锡含量的质量分数 (%)。

注: 一般按公式 (2) 测试, 当双方存在争议或需仲裁时, 可按公式 (3) 测试。

7.7 抗氧化率

7.7.1 材料和仪器

抗氧化率测试需要以下材料和仪器:

a) 焊料合金: IPC J-STD-006 规定的 Sn63Pb37 或 SnAg3.0Cu0.5 焊料或其它焊料 (由试验双方达成一致);

b) 焊锡槽: 能提供高于焊料合金熔点温度 $50 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ 的槽温;

c) 电子天平: (精度 0.1 g);

- d) 烧杯;
- e) 刮刀。

7.7.2 试验步骤

1) 将焊料合金加入到焊锡槽中, 焊锡槽的温度设置并稳定在 245 ± 5 °C (Sn63Pb37) 或 265 ± 5 °C (SnAg3.0Cu0.5) 或由试验双方确定的温度。用刮刀将焊锡表面的锡渣去除干净并开始计时, 静置 $4 \text{ h} \pm 15 \text{ min}$ 后, 用刮刀收集焊锡表面的锡渣, 并称重 (m_1);

2) 用刮刀将步骤 1) 规定的焊锡表面的锡渣去除干净, 称取一定量 (根据生产厂家标称的每平方米焊料表面需要加入锡渣抗氧化还原剂的质量取) 锡渣抗氧化还原剂 (m_2 , 精确到 0.1 g), 并均匀的加入到整个焊锡表面, 静置 $4 \text{ h} \pm 15 \text{ min}$ 后, 用刮刀收集焊锡表面的锡渣, 并称重 (m_3)。

7.7.3 抗氧化率计算

$$A = \frac{m_1 - m_3}{m_1 \times t \times s \times m_2} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- A—抗氧化率 (%/ (h. cm^2 . g));
- m_1 —未添加锡渣抗氧化还原剂时产生的锡渣质量 (g);
- m_2 —添加的锡渣抗氧化还原剂的质量 (g);
- m_3 —添加锡渣抗氧化还原剂时产生的锡渣质量 (g);
- t—熔融焊料静置的时间 (h);
- s—焊锡槽槽口 (暴露在空气中的焊料) 表面积 (cm^2)。

7.8 润湿时间

7.8.1 材料和仪器

润湿时间测试需要以下材料和仪器:

- a) 焊料合金: IPC J-STD-006 规定的 Sn63Pb37 或 SnAg3.0Cu0.5 焊料或其它焊料 (由试验双方达成一致);
- b) 铜片: IS01634 规定的宽为 $6.0 \pm 0.25 \text{ mm}$, 长为 $25.0 \pm 1.0 \text{ mm}$, 厚度为 0.3 mm 铜片;
- c) 助焊剂: 活性助焊剂 (符合 GB/T 8145 的特级固体松香: $25 \pm 0.1 \text{ g}$; 异丙醇: $74.85 \pm 0.01 \text{ g}$; 二乙胺盐酸盐: $0.15 \pm 0.01 \text{ g}$) 或其他助焊剂 (由试验双方达成一致);
- d) 可焊性测试仪。

7.8.2 试验步骤

润湿时间的测试按以下步骤进行:

- a) 用溶剂去除铜片试件表面的油污, 用浓度 $10 \pm 1\%$ 的氟硼酸清洗铜片试件, 然后用纯水冲洗干净, 干燥。
- b) 试验时焊锡槽中焊料的温度应为 245 ± 5 °C (Sn63Pb37) 或 265 ± 5 °C (SnAg3.0Cu0.5) 或由试验双方确定的温度。
- c) 在室温条件将铜片试件浸入助焊剂中, 以使铜片沾上助焊剂, 浸渍深度至少 10.0 mm。将试件垂直立于清洁的滤纸上以滴干多余的焊剂。将试件装在可焊性测试仪的夹具上, 测试前先刮去熔融焊料表面的氧化物渣滓, 仪器设置好测试参数: 浸渍深度为 $5.0 \pm 0.1 \text{ mm}$, 浸渍速度 $20 \sim 25 \text{ mm/s}$, 浸渍时间 $5 \pm 0.5 \text{ s}$ 进行测试。记录润湿力—时间曲线, 从曲线上得出润湿时间

T_w 未添加。

- d) 在焊料炉中加入适量的锡渣抗氧化还原剂，以去除熔融焊料表面的氧化物渣滓，等反应完全后（至少 4 h），去除焊料炉表面锡渣抗氧化还原剂和氧化物渣滓反应的生成产物，然后按 c) 的步骤进行试验，记录润湿力—时间曲线，从曲线上得出润湿时间 T_w 添加。

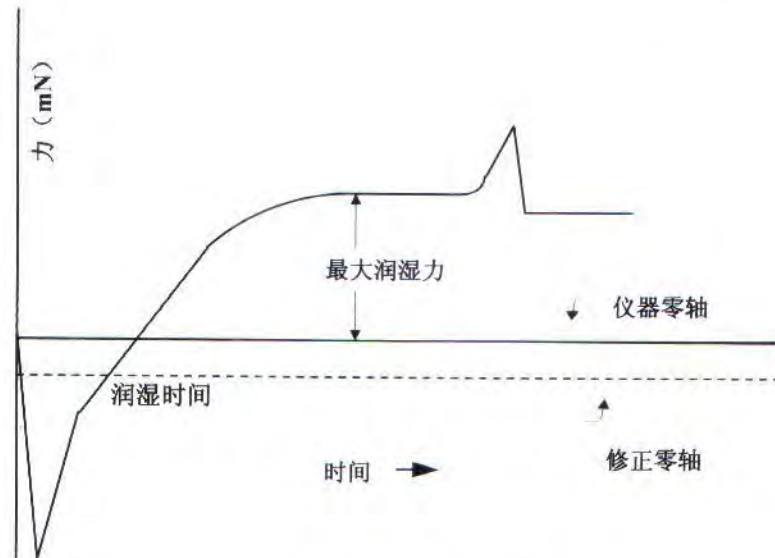


图 1 润湿力—时间曲线图

7.9 铜板腐蚀

7.9.1 仪器和试剂

铜板腐蚀试验需要以下仪器和试剂：

- 焊料合金：IPC J-STD-006规定的Sn63Pb37或SnAg3.0Cu0.5的焊料或其它无铅焊料（由试验双方达成一致）；
- 助焊剂：中性助焊剂（符合 GB/T 8145 的特级固体松香：25 ± 0.1 g；异丙醇：75 ± 0.1 g）或其他助焊剂（由试验双方达成一致）；
- 焊锡槽：能提供高于焊料合金熔点温度50 ± 5 °C的槽温；
- 恒温恒湿箱，能提供温度40 ± 1 °C和相对湿度93 ± 2 %RH；
- 空气循环干燥烘箱；
- 不低于20 X的显微镜；
- 分析天平（精度：0.001 g）；
- 铜片：GB/T 2040规定的厚度0.3 mm的纯铜片，将其切成50 mm × 50 mm的试片，用直径19 mm的钢球在试片的中央挤压成一个深3.0 mm的圆形凹坑，并将试片的一个角弯曲，便于用夹子夹取；
- 化学试剂：
 - 过硫酸铵：准确称取250 g过硫酸铵于1000 mL的容量瓶中，并用蒸馏水溶解，然后边搅拌边小心加入5 mL硫酸，冷却后用蒸馏水稀释至刻度，摇匀；
 - 体积分数5 %的硫酸：将50 mL硫酸小心加入到400 mL蒸馏水中，搅拌冷却后稀释成1000 mL，混匀。
 - 脱脂剂；
 - 丙酮；
 - 甲苯或石油醚。

所有的化学试剂必须是分析纯的，水必须是蒸馏水或去离子水。

7.9.2 试验步骤

7.9.2.1 铜板的处理

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

7.9.2.2 试样制备

试样制备步骤和要求如下：

- 取焊料炉中熔融焊料制成焊料球（约0.3 g），将含有约0.035 g固体的焊剂（如中性焊剂是0.14 g，约3滴）滴在铜片的凹坑中央，放入制好的焊锡球，用夹子将铜片放在熔融的锡浴（Sn63Pb37炉温： $245\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，SnAg3.0Cu0.5炉温 $265\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，或试验双方达成一致的焊料和温度）表面，焊料熔化后，保持 $5\pm 1\text{ s}$ ，将试件从焊锡槽上水平取出，冷却至室温，制备成未添加锡渣抗氧化还原剂的试片，共制3个试片。
- 在焊料炉中加入适量的锡渣抗氧化还原剂，以去除熔融焊料表面的氧化物渣滓，等反应完全后，去除焊料炉表面锡渣抗氧化还原剂和氧化物渣滓反应的生成产物，取该焊料炉中的焊料制成焊锡球。然后按a)的步骤进行试验，制备成添加了锡渣抗氧化还原剂的试片，共制3个试片。

7.9.2.3 测试

样品制备好后，用 $20\times$ 的显微镜仔细检查，记录观察情况，特别是变色情况。然后将试片垂直放进恒温恒湿箱内，首先在 $40\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下保持30 min，然后将湿度升至 $93\pm 2\text{ \%RH}$ ，在此温湿度条件下保持240 h（10 d）。

7.9.3 评价

试验240 h后，从试验箱中取出试片，用 $20\times$ 的显微镜检查试片是否有腐蚀现象。环境试验后的试片与环境试验前的试片比较，不能有明显的腐蚀迹象；且添加锡渣抗氧化还原剂的试片不能比未添加锡渣抗氧化还原剂的试片有更明显的腐蚀迹象。

7.10 对锡炉的腐蚀率

7.10.1 仪器和试剂

对锡炉的腐蚀率试验需要以下仪器和试剂：

- 锡炉内胆用合金：GB/T 3621规定的纯钛或其他牌号的钛合金；JIS G4304规定的304、316不锈钢；GB/T 9493规定的灰铸铁，试片尺寸为 $50\text{ mm}\times 25\text{ mm}\times (2\sim 5)\text{ mm}$ ；
- 容器：容器材质应使用对腐蚀介质（锡渣抗氧化还原剂）呈惰性的材料，推荐带有锥形磨口并配有冷却效果良好的回流冷凝器的烧瓶；
- 高温箱：能提供 $270\text{ }^{\circ}\text{C}$ 温度；
- 空气循环干燥烘箱；
- 砂纸：符合GB 2477规定的120号粒度的水砂纸，或同等效果的砂纸；
- 去离子水；
- 丙酮；
- 不低于 $20\times$ 的显微镜。

7.10.2 试验步骤

7.10.2.1 试片的处理

用砂纸对试片（锡炉内胆用合金）进行研磨处理，以去除表面氧化层、凹坑、凸点等不良表面，试片具有光滑表面及合金本色，再用丙酮对试片表面进行脱脂洗净，然后用去离子水冲洗，再用丙酮清洗，迅速干燥后贮存于干燥器内，放置到室温后再测量面积和称重。

为了便于试片悬挂，允许在试片上钻孔，但孔径不应大于4 mm。

7.10.2.2 试样制备

试验时间指试件浸入锡渣抗氧化还原剂并达到规定温度时开始，直到试件取出时为止的整个时间。试验时间的确定要依据腐蚀速率的大小以及试验材料在锡渣抗氧化还原剂中能否形成钝化膜。一般情况下，长时间的结果较准确，但发生严重腐蚀的材料则不需要很长的试验时间。对能形成钝化膜的材料，在边缘条件下，要延长试验时间，从而得到较为实际的结果。最常用的试验周期是168~240h，具体选择时可参阅表1。

表1 试验时间的选择

估算或预测的腐蚀速率, mm/a	试验时间, h
>1.0	24~72
1.0 ~ 0.1	72~168
0.1 ~ 0.01	168~336
<0.01	336~720

7.10.2.3 试验步骤

试验步骤如下：

a) 取适量锡渣抗氧化还原剂置于已充分清洗干净的试验容器中，将处理好的试片完全浸入锡渣抗氧化还原剂中，也可先将试片置于容器内再倒入锡渣抗氧化还原剂，每组试验至少取三个平行试样。试片尽量放置在锡渣抗氧化还原剂中间的位置，不允许与容器壁接触，一般情况下每一容器内只能放置一个试片，如需放两个以上试片时，试片间距要在1 cm以上。

b) 将装有试片的容器放入270℃的高温箱中进行试验，试验期间应经常观察试件和锡渣抗氧化还原剂的变化情况，并作记录，如果锡渣抗氧化还原剂减少到即将露出试件时，应及时添加。

c) 到达预定试验时间后取出试件，先用水/丙酮（视锡渣抗氧化还原剂的极性选择水或丙酮洗）冲洗，然后用毛刷、橡皮器具等擦去腐蚀产物，也可用超声波等方法进行清洗。如果腐蚀产物不易去除时，可参考GB/T 10124附录B的化学或电解法进行清除。清除腐蚀产物后的试片再用去离子水冲洗，用丙酮清洗，迅速干燥后贮存于干燥器内，放置到室温后再称重并进行外观检查。

7.10.3 评价

用20×的显微镜检查试片有无变色及腐蚀痕迹，如腐蚀针孔、表面疏松等现象，并按以下公式计算腐蚀速率：

$$R = \frac{8.76 \times 10^{10} \times (M - M_1)}{S \times T \times D} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：R——腐蚀速率，mm/a；

M——试验前的试样质量，g；

M₁——试验后的试样质量，g；

S——试件的总面积，cm²；

T——试验时间，h；

D——试件材料的密度，g/cm³。

7.11 表面绝缘电阻

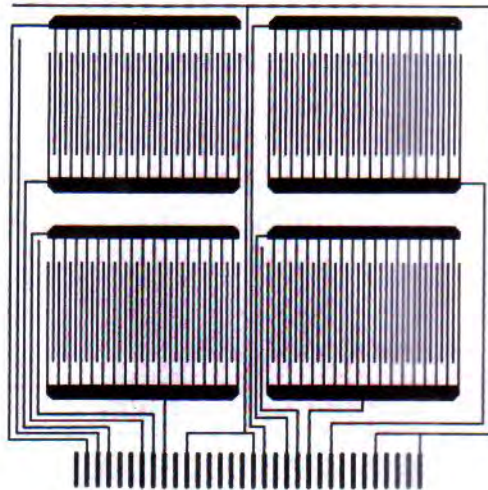
7.11.1 仪器和试剂

表面绝缘电阻试验需要以下仪器和试剂：

- a) 焊锡槽：IPC J-STD-006规定的Sn63Pb37的焊料，能提供 245 ± 5 °C 槽温的有铅锡槽或IPC J-STD-006规定的SnAg3.0Cu0.5的焊料或其它焊料（由试验双方达成一致），能提供 265 ± 5 °C 槽温的无铅锡槽；
- b) 恒温恒湿箱：能提供温度 85 ± 2 °C和相对湿度 85 ± 2 %RH；
- c) 干燥箱；
- d) 直流电源：能提供45~50V直流电压，误差为 ± 10 %；
- e) 高阻仪：在100 V直流电压下测试阻值范围可达 10^{12} Ω ；
- f) 2000 mL烧杯；
- g) 蒸馏水或去离子水（电阻率： ≥ 2 $\Omega \cdot \text{cm}$ ）；
- h) 异丙醇：试剂级；
- i) 标准助焊剂：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，并使松香的质量百分含量为25 %。

7.11.2 梳形试件的要求

按图2制作梳形试件。



导电带宽：0.4 mm 导体间隙：0.5 mm

基板尺寸：60 mm×60 mm

基板：FR-4环氧树脂玻璃纤维板，板厚1.5 mm。

图2 测量表面绝缘电阻用梳形电路示意图

7.11.3 试验步骤

7.11.3.1 试件的准备

选取试件，依次用去离子水和异丙醇洗干净，放入50 °C的干燥箱中，干燥2 h。

7.11.3.2 试件的制备

表2 测试板制备分组

样品组	焊剂/焊锡	锡渣抗氧化还原剂	测试板数量
A ^a	是	否	3
B ^b	是	是	3
C ^c	否	否	2
^a 测试板向下/不加锡渣抗氧化还原剂 ^b 测试板向下/加入锡渣抗氧化还原剂 ^c 控制板（预清洗，未处理）			

将标准焊剂均匀涂覆在梳型电路试件的整个表面，将梳形电路的手指部位垂直放置1 min，滴干多余的焊剂。在90~110 °C温度（有铅焊接）或在100~130 °C温度（无铅焊接）预热测试板85~100 s，然后将测试板梳形电路面向下漂浮在245±5 °C有铅锡浴（Sn63Pb37）或265±5 °C无铅锡浴（SnAg3.0Cu0.5）上3~5 s。样品也可以按其实际使用时的焊接工艺条件采用波峰焊接。

将锡渣抗氧化还原剂加入到锡槽中，将锡槽中的锡渣还原后，另外选取一套测试板，按照上述相同条件和操作步骤涂覆标准助焊剂溶液并使梳形电路面向下进行漂浮焊接。

注：上述测试过程使用的焊锡和焊剂也可采用试验双方达成一致的其它焊料和焊剂并选择合适的焊接温度。

7.11.3.3 测试

在10~30 ×光学显微镜下背光目视检查所有的梳形电路板，对于导体间有桥连或可见的金属残留物测试板应舍弃。在连接点焊接引线时应屏蔽梳形电路部分，同时使用水白松香及特氟龙绝缘材质的电线。

将样品放入环境试验箱，样品垂直放置使其与箱内回流空气方向保持平行，在温度为85±2 °C，湿度为20 %RH的条件下平衡3 h，将湿度在至少15 min内缓慢升至85±2 %RH，平衡1 h。如果在干燥器内使用盐溶液控制湿度，样品在测试前应稳定24 h。

对所有试件加45~50 V直流偏压，分别在24 h、96 h和168 h去掉偏压，在试验条件下用100 V直流（极性与所加偏压相反）测量每个试件各组测试点之间的绝缘电阻值。

7.11.4 评价

根据以上测试进行评价：

- 记录每个试样在96 h和168 h测得的绝缘电阻值，如果控制板绝缘电阻值低于 $1 \times 10^9 \Omega$ ，整个试验需要重做，如果未加锡渣还原剂的测试板电阻值低于 $1 \times 10^8 \Omega$ ，则标准助焊剂受到污染，整个试验需要重做；
- 任何导致结果舍弃的原因如：刮伤、水滴、桥连、偏离点等应该引起注意。如果舍弃的测试板数量多于两块板，则整个试验应重做；
- 试验完24 h内，所有测试板应在10~30 ×光学显微镜下背光目视检查。如果测试板需要放置较长时间，应将它们装在Kapak袋或其它无污染的容器中。所有的样品必须在7 d内完成评价。如果观察到枝晶生长超过导体间距的25 %，则结果不合格，但是应该确定枝晶生长是否由试验箱中滴落的水滴引起。可目视的变色、腐蚀或枝晶生长应加以描述说明。

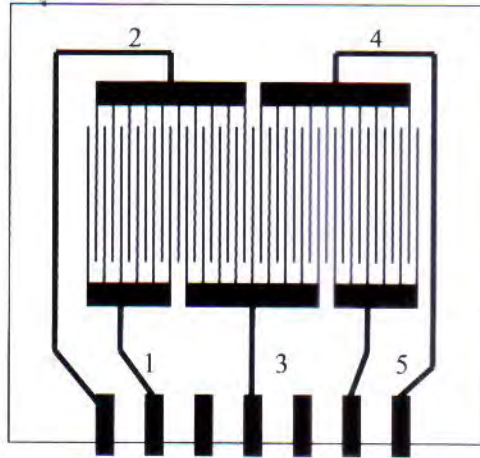
7.12 电迁移

7.12.1 仪器设备和试剂

电迁移试验需要以下仪器和试剂：

- 恒温恒湿箱：能提供温度 $65 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 和相对湿度 $88.5 \pm 3 \text{ \%RH}$ ；
- 干燥箱；

- c) 焊锡槽: IPC J-STD-006规定的Sn63Pb37的焊料, 能提供 $245 \pm 5^\circ\text{C}$ 槽温的有铅锡槽或IPC J-STD-006规定的SnAg3.0Cu0.5的焊料或其它焊料(由试验双方达成一致), 能提供 $265 \pm 5^\circ\text{C}$ 槽温的无铅锡槽;
- d) 直流电源: 能提供10 V直流电压, 误差为 $\pm 10\%$;
- e) 高阻仪: 在100 V直流电压下测试阻值范围可达 $10^{12} \Omega$;
- f) 标准助焊剂: 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, 并使松香的质量百分含量为25%。
- g) 试验基板: 采用图3所示。



导电带宽: 0.318 mm 导体间隙: 0.318 mm

重叠部分: 15.70 mm 基板尺寸: 60 mm × 60 mm

基板: FR-4环氧树脂玻璃纤维板, 板厚1.5 mm。

图3 测量电迁移(ECM)用梳形电路示意图

7.12.2 试验步骤

7.12.2.1 试件准备

对测试板的质量进行评估时, 所有试件应进行清洗和干燥, 在 35°C 、相对湿度85%RH的条件放置24 h后测试的绝缘电阻值应不小于 $4 \times 10^{10} \Omega$, 选取3块清洗后合格的板作为控制板。

选取3块清洗后合格的板, 将标准焊剂均匀涂覆在测试板的整个表面, 然后将测试板梳形电路的手指部位垂直放置1 min, 滴干多余的焊剂。在 $90 \sim 110^\circ\text{C}$ 温度(有铅焊接)或在 $100 \sim 130^\circ\text{C}$ 温度(无铅焊接)预热测试板85~100 s, 然后将测试板梳形电路面向下漂浮在 $245 \pm 5^\circ\text{C}$ 有铅锡浴(Sn63Pb37)或 $265 \pm 5^\circ\text{C}$ 无铅锡浴(SnAg3.0Cu0.5)上3~5 s。样品也可以按其实际使用时的焊接工艺条件采用波峰焊接。

将锡渣抗氧化还原剂加入到锡槽中, 将锡槽中的锡渣还原后, 另外选取3块清洗后合格的板, 按照上述相同条件和操作步骤涂覆标准助焊剂溶液并进行焊接。

如果有连焊发生, 则该测试板应舍弃。

注: 上述测试过程使用的焊锡和焊剂也可采用试验双方达成一致的其它焊料和焊剂并选择合适的焊接温度。

7.12.2.2 测试

样品制备好后, 采用机械连接或手工焊接方式将引线焊接到测试图形边缘的手指部位, 焊接过程中避免焊剂飞溅到梳形电路区域。

将焊好引线的测试板放在合适的架子上以保证样品间隔至少2.5 cm, 并且样品垂直放置使其与箱内回流空气方向保持平行。另外, 需防止焊接引线的焊剂残留物滴落到测试板上。

将样品架放在潮热箱的中心位置, 将引线接出试验箱外, 避免试验箱的冷凝水滴落在样品上。

关闭试验箱, 使所有样品在 65 ± 2 °C、 88.5 ± 3.5 %RH的温湿度中稳定96 h, 在试验条件下, 用100 V DC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SIR的初始值($IR_{initial}$)。然后在各个电极间施加10 V DC偏压, 在规定的温湿度条件下, 放置500 h (总共是596 h), 去掉偏压, 在试验条件下, 用100V DC测量各试件的绝缘电阻, 测试电压极性与所加偏压的极性相同, 作为SIR的最终值(IR_{final})。然后从试验箱中取出试件, 用10×的光学显微镜背光检查有无电迁移现象(细丝生长)、腐蚀和变色发生。

7.12.3 计算

平均绝缘电阻及其比值计算公式为:

$$IR_{avg} = 10^{\left[\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \log IR_i \right]} \quad (6)$$

式中:

N—测得的两点之间的电阻值的个数, 不少于10;

IR_i —每两点之间的电阻值。

7.12.4 评价

根据以上结果进行评价:

- 计算96 h和596 h的平均绝缘电阻, 要求最终的平均绝缘电阻与最初的平均绝缘电阻相比, 下降不能超过一个数量级; 如果未加锡渣还原剂的测试板最终与最初平均绝缘电阻的比值, 下降超过一个数量级, 则标准助焊剂受到污染, 整个试验需要重做;
- 用显微镜观察加入锡渣抗氧化还原剂后制备及试验后的试件:
 - 无电化学迁移(细丝生长)发生, 如果有细丝生长, 则其长度不能超过导线间距的20 %;
 - 无导体腐蚀, 梳形电路导体一极有轻微的变色是可以接受的。
- 由于下列原因引起绝缘电阻明显下降的测量值, 必须舍弃:
 - 梳型电路板的绝缘电阻表面受尘粒、冷凝水微滴等污染;
 - 梳型电路蚀刻不规范, 减少了导电体之间的间距;
 - 导电体有明显的损伤。

7.13 线路板离子残留

7.13.1 仪器和试剂

线路板离子残留测试需要以下仪器和试剂:

- 离子清洁度测试仪;
- 干燥箱;
- 焊锡槽: IPC J-STD-006规定的Sn63Pb37A的焊料, 能提供 245 ± 5 °C温度的有铅锡槽或IPC J-STD-006规定的SnAg3.0Cu0.5的焊料或其它焊料(由试验双方达成一致), 能提供 265 ± 5 °C温度的无铅锡槽;
- 异丙醇(分析纯);
- 实验室用纯水;
- 绝缘电阻测试用线路板;
- 测试溶液: 异丙醇(分析纯)和纯水(体积比为3:1)的混合液, 其电阻率需大于 $6 \times 10^4 \Omega \cdot m$;

h) 标准助焊剂：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，并使松香的质量百分含量为25 %。

7.13.2 试验步骤

7.13.2.1 试件制备

准备3块测试板，用软毛刷在纯水中刷洗30 s，纯水彻底冲洗，然后用异丙醇刷洗30 s，异丙醇冲洗，温度为 60 ± 3 °C干燥箱中干燥3 h，待用。

7.13.2.2 试验过程

将锡渣抗氧化还原剂添加到锡槽中，将锡槽中的锡渣还原。取相同体积标准助焊剂溶液分别涂覆在3块洗净干燥后的测试板上，在90~110 °C温度（有铅焊接）或在100~130 °C温度（无铅焊接）干燥5 min，然后在 245 ± 5 °C有铅锡浴（Sn63Pb37）或 265 ± 5 °C无铅锡浴（SnAg3.0Cu0.5）中焊接3~5 s。测试板也可以按其实际使用时的焊接工艺条件采用波峰焊接。

注：上述测试过程使用的焊锡和焊剂也可采用试验双方达成一致的其它焊料和焊剂并选择合适的焊接温度。

将焊接后的上述测试板放入离子清洁度测试仪的样品槽（装有 $V_{H^+}/V_{H_2O} = 3/1$ 的测试液）中进行测试，得到测试板的离子残留量。

8 检验规则

产品检测应按照GB/T 2828.1和GB/T 2829进行抽样。

8.1 检验批

同一批原料在相同条件下连续生产的锡渣抗氧化还原剂为一检验批。

8.2 检验不合格判定

在表3检验项目中有一项不合格，即整批不合格。

表3 批次检验表

检测项目	要求条款	检验方法条款	AQL (%)
外观	5.1	7.1	2.5
密度	5.2	7.2	2.5
粘度	5.3	7.3	2.5
酸值	5.4	7.4	2.5

8.3 例行检验

锡渣抗氧化还原剂例行检验周期为一年，检验按GB/T2829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4。

表4 例行试验汇总表

检验项目	要求条款	试验方法条款	RQL (%)
还原率	5.5	7.5	30
抗氧化性	5.6	7.6	30
润湿时间	5.7	7.7	30
铜板腐蚀	5.8	7.8	30

(续) 表 4

对锡炉的腐蚀性	5.9	7.9	30
表面绝缘电阻	5.10	7.10	30
电迁移	5.11	7.11	30
线路板表面离子残留量	5.12	7.12	30

如周期内锡渣抗氧化还原剂例行检验不合格, 则该周期内的产品停止交货, 直至新的例行检验合格后才能恢复交货。

9 环保法规及其他要求

产品应符合附录A中有关环保法规的要求。

10 包装、标志、运输、贮存

10.1 包装

锡渣抗氧化还原剂要用干净的塑料桶密封包装, 防止污染和泄漏。

10.2 标志

包装容器要符合环保要求, 并注明:

- a) 生产厂商的信息;
- b) 产品型号;
- 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。

10.3 运输

产品运输中防止撞击, 防止包装桶破损, 并符合国家有关规定。

10.4 贮存

产品在室温下贮存, 有效保存期一年。

附录 A

(规范性附录)

A.1 应用目的

本标准适用于电子焊接工艺过程中所使用的各种类型的锡渣抗氧化还原剂。本标准所指的锡渣抗氧化还原剂主要应用于浸焊、波峰焊接工艺中的熔融焊锡表面，将已氧化产生的焊料渣迅速转化成可利用的焊料，并同时有效防止焊料再次发生氧化。

A.2 焊锡合金成分

使用锡渣抗氧化还原剂的焊料合金需至少 3 个月检验一次，检测结果需符合标准 IPC J-STD-001 规定的技术要求。

A.3 REACH 指令

2006 年 12 月 18 日欧盟议会及欧盟理事会通过了第 1907/2006 号（欧盟）条例——化学制品的注册、评估、授权和限制。REACH（REGULATION concerning the Registration, Evaluation, Authorization and Restriction of Chemicals）指令是新的欧盟化学条例，其生效日期为 2007 年 6 月 1 日，截止日期为 2018 年。它的目的在于确保环境和人体的安全，提高欧盟化学工业的竞争力。REACH 指令用一个适用于所有化学物质包括现有的、逐渐采用的和新的物质的单个系统取代了几个现有的欧盟化学条例。更多详情请访问 <http://europa.eu/rapid/pressReleasesAction.do?reference=MEMO/06/488&form>。以上信息在本文件出版时为最新信息，本产品应符合该法规的要求。

A.4 有害物质指令（RoHS）

RoHS（the restriction of the use of certain hazardous substances）指令是“关于某些电子电气设备中限制使用某些有害物质的指令”。该指令禁止在欧盟市场上出售铅、镉、汞、六价铬、多溴联苯（PBB）和多溴二苯醚（PBDE）的含量超过规定要求的新的电子电气设备。尽管 RoHS 法律法规源于欧盟，但其他的一些国家也相应提出了他们自己的 RoHS 要求，本产品应符合该法规的要求。

A.5 无卤要求

卤素含量应按照 BS EN 14582 标准规定的方法来测定。氧弹燃烧或氧气瓶燃烧可用于分解共价卤化物，可通过离子色谱法进行分离和分析，结果应符合标准 EN / IEC 61249-2-21 的规定。

A.6 其他环保要求

随着人们对环境保护的日益重视，各种关于环保的法令法规逐渐完善，本产品应符合相关法令法规的要求。

A.7 安全性要求

产品应该有“化学品安全技术说明书”，该说明书的编写可参考标准 GB/T 16483。