

MINI-TITRIERSET

Flussmittelkontrolle durch Bestimmung der Säurezahl
und Ermittlung des Verdünnungsfaktors

PRODUKTBESCHREIBUNG

Die Flussmittelkontrolle ist für den Anwender für einen konstanten Lötprozess von enormer Bedeutung, weil sich die Zusammensetzung des Flussmittels im Laufe seiner Benutzung im Schaumfluxer stark verändert.

Die chemische Zusammensetzung der No-Clean Flussmittel, die in der Elektronikindustrie zum Wellenlöten eingesetzt werden, ist in vielen Fällen ähnlich. Die chemische Wirkung dieser Flussmittel beruht auf organischen Säuren. Für diese Stoffe ist die Adipinsäure ein wichtiger Vertreter und die Säurezahl eine charakteristische Größe. Sie gibt an, wie viel Äquivalente an sauren Substanzen in dem Flussmittel vorhanden sind und wird in mgKOH/g ausgedrückt. Die Säurezahl für die Adipinsäure beträgt 768 mgKOH/g. Ein Flussmittel, das 2% Adipinsäure enthält, hat demnach eine Säurezahl von 15,4 mgKOH/g. Verändert sich die Säurekonzentration durch Verdunstung des Lösungsmittels, verändert sich die Säurezahl entsprechend.

Der Säuregehalt eines Flussmittels lässt sich relativ einfach bestimmen, indem man es mit einer definierten Lösung einer basischen Substanz titriert. Als Titrierlösung wird eine wässrige oder wässrig-alkoholische Lösung von Kaliumhydroxid (KOH) eingesetzt. Eine bestimmte Menge des Flussmittels wird mit der KOH-Lösung titriert. Die Lösung ändert während der Zugabe der Titrierlösung den pH-Wert, was von einem pH-Meter registriert wird. Alternativ kann man mit einem Farbindikator, der bei einem bestimmten pH-Wert die Farbe wechselt, den Endpunkt der Titration bestimmen. Aus der verbrauchten Menge an KOH lässt sich dann die Säurezahl ermitteln. Die Bestimmung der Säurezahl von Flussmitteln wird in einem Labor nach DIN EN 29455-3 ermittelt. Bei der Ermittlung der Säurezahl muss man nach dieser Norm verfahren oder eine gleichwertige Methode anwenden. Im Zweifel gilt immer die Normmethode.

Für die Praxis vor Ort ist das Normverfahren nicht so einfach anwendbar, es genügt oft eine angepasste Methode, die nach dem gleichen Prinzip funktioniert. Eine vereinfachte Form bietet STANNOL mit dem STANNOL® Mini-Titriererset an, in dem ein Mischindikator die Erkennung des Endpunktes der Titration erleichtert.

GERÄTE UND LÖSUNGEN DES MINI-TITRIERSETS



Inhalt:	
Spritzen	2 ml für Flussmittelprobe (5) 10 ml für Tirierlösung (4)
Analysengefäß:	Erlenmeyerkolben (1)
Lösungen	250 ml Testlösung (2) 125 ml Titrierlösung (3)

VERFAHREN

Der Erlenmeyerkolben (1) wird mit ca. 30 ml Testlösung bis zur Markierung befüllt. Dazu gibt man mit der kleinen Spritze (5) genau 2 ml Flussmittel hinzu. In die große Spritze (4) zieht man genau 10 ml Titrierlösung (3) blasenfrei auf und tropft sie ganz langsam zu der Testlösung im Erlenmeyerkolben (Abb. 2), der zwischendurch immer wieder geschwenkt wird, um eine gute Durchmischung zu erzielen. Zunächst bildet sich da, wo die Titrierlösung zutropft, eine blaugrüne bis violette Färbung, die beim Durchmischen wieder verschwindet (Abb. 3). Man tropft weiter zu, bis in der ganzen Lösung ein Farbumschlag nach fahlgrün erfolgt (Abb. 4–5); zwischendurch immer wieder durchmischen. Dies ist eine Anzeige, dass der Endpunkt der Titration bald erreicht ist. Geht der Farbumschlag schließlich in hellblau über (Abb. 6), ist der Endpunkt erreicht und man kann die verbrauchte Menge an Titrierlösung an der Spritze ablesen. Eine weitere Zugabe ergibt eine blaue bis dunkelviolette Farbe (Abb. 7-8) und man hat übertitriert. Um die Möglichkeit eines eventuellen fehlerhaften Ergebnisses auszuschließen, wird die Messung wiederholt.



Abb. 2



Abb. 3

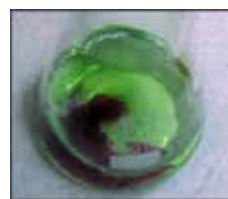


Abb. 4



Abb. 5

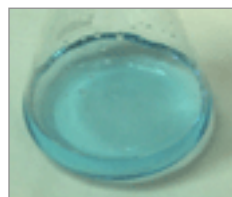


Abb. 6

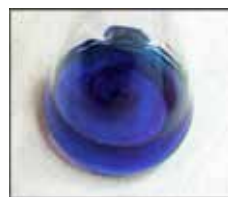


Abb. 7



Abb. 8

Abb. 3-8: Farbenwechsel bei der Titration; bei Abb.6 ist der Endpunkt erreicht

BERECHNUNG

Aus dem Verbrauch der Titrierlösung lässt sich die **Säurezahl SZ** mit ausreichender Genauigkeit nach folgender Formel ermitteln:

$$SZ = k * V$$

V ist der Verbrauch an Titrierlösung (nur mit **Titrierlösung**)

k ist eine für das Titrierverfahren typische Konstante.

Für das **STANNOL Mini-Titrierset** ist **k = 3,5**.

Weicht der ermittelte Wert nicht mehr als 15% vom Sollwert ab, braucht man keine Maßnahmen zu ergreifen. Ist die Abweichung größer, gibt die prozentuale Abweichung den Verdünnungsfaktor an. Alternativ benutzt man die beiliegende Datei (MS EXCEL), um die Verdünnermenge zu ermitteln. Das Flussmittel sollte dann mit der entsprechenden Menge an Verdünner versetzt werden. Anschließend müssen Flussmittel und Verdünner gut durchgemischt werden.

BEISPIEL

Die Säurezahl des Flussmittels beträgt laut Datenblatt 15 mgKOH/g, der ermittelte Wert ist 18,75 mgKOH/g, dann beträgt die Abweichung + 25%, d.h. die vorhandene Flussmittelmenge muss mit 25% (Vol%) Verdünner versetzt werden, um das Flussmittel auf die ursprüngliche Säurezahl von 15 mgKOH/g einzustellen.

KONTROLLE

Nun hat man die Möglichkeit, sein neu eingestelltes Flussmittel zu überprüfen, indem man die Säurezahl erneut bestimmt. Nach der Einstellung sollte die Säurezahl jetzt wieder im normalen Bereich liegen und nicht mehr als 15% abweichen.

HINWEIS

Die genannten Daten sind typische Werte, stellen aber keine Spezifikation dar. Das Datenblatt dient zu Ihrer Information. Unsere anwendungstechnische Beratung in Wort und Schrift ist unverbindlich, gleichgültig, ob Sie vom Hause oder von einem unserer Handelsvertreter ausgeht – auch in Bezug auf etwaige Schutzrechte Dritter – und befreit unsere Kunden nicht vor der eigenen Prüfung unserer Produkte auf ihre Eignung für die beabsichtigten Verfahren und Zwecke. Sollte dennoch Haftung unsererseits infrage kommen, so leisten wir Schadenersatz nur in gleichem Umfang wie bei Qualitätsmängeln.