

Das Merkblatt DVS 2612 beinhaltet zwei Teile. Während Teil 1 allgemeine Hinweise für den Praktiker enthält, beschreibt Teil 2 in detaillierter Form Reaktionsmechanismen, Reaktionsprodukte, Rückstände und Prüfmethoden.

Inhalt:

- 1 Klassifizierung und Wirkung der Flussmittel
- 2 Flussmittelbestandteile
 - 2.1 Harze
 - 2.2 Aktivatoren
 - 2.2.1 Aktivatorklassen
 - 2.2.2 Aktivatorreaktionen bei Dicarbonsäuren
 - 2.3 Rheologische Additive
 - 2.4 Lösungsmittel
- 3 Korrosionsverhalten
- 4 Prüfmethoden für das Korrosionsverhalten
- 5 Hinweis zur Arbeitssicherheit
- 6 Zusammenfassung
- 7 Literatur

spielsweise für S-Sn63Pb37E die eutektische Schmelztemperatur 183 °C und die Löttemperatur 335 °C betragen, soll das Feststoffgemisch bei 130 bis 150 °C (Wirktemperatur) schmelzflüssig sein. Idealerweise könnten gebildete Reaktionsprodukte, Flussmittelrückstände und eventuelle Zersetzungsprodukte zu Beginn der Abkühlphase verdampfen oder bei Betriebstemperaturen als inerte feste Bestandteile die Lötstelle umschließen.

Bei Lotpasten muss das Flussmittel neben seiner Reaktionswirkung die Lagerbeständigkeit der Paste gewährleisten. Es darf nicht hygroskopisch sein und zwischen den Einzelkomponenten dürfen keine ungewollten Reaktionen ablaufen. Die Lotpaste muss sich nach Stanzzeiten vollständig aufrühren lassen und eine für die Verarbeitung (Maskendruck, Siebdruck, Dispenserauftrag) geeignete Viskosität besitzen. Konturenstabilität und Klebefähigkeit bei der Bauelementbestückung müssen nach DIN 32513 „Lotpaste“ gewährleistet sein.

1 Klassifizierung und Wirkung von Weichlotflussmitteln

Flussmittel sind nichtmetallische Lötstoffsätze. Ihre chemische Wirksamkeit besteht darin, Oberflächenfilme von den metallischen Fügepartnern und dem Lotwerkstoff zu entfernen und die erneute Bildung von Oxiden während des Lötprozesses zu verhindern.

Lotpasten bestehen im Allgemeinen aus 90 Masse-% Lotpulver und 10 % Flussmittel, das seinerseits 25 bis 75 % Feststoffharze, Aktivatoren, Thixotropiermittel und weitere Additive – und 75 bis 25 % Lösungsmittel enthält.

Die Weichlotpasten müssen durch die Bezeichnung des Lotes und des Flussmittels gekennzeichnet werden. DIN EN 945/Teil 1 beschreibt die Kennzeichnung des Flussmittels, DIN EN 29453, DIN 1707-100 und DIN EN ISO 3677 beschreiben die Kurzzeichen des Weichlotes. **Tabelle 1** enthält die Bedeutung der ISO-Kennziffern für Flussmittel.

Die festen Bestandteile des Flussmittels sollen sich unterhalb der Liquidustemperatur des Lotwerkstoffs verflüssigen, die metallischen Oberflächen benetzen, mit den Oberflächenfilmen reagieren und möglichst bis zur Löttemperatur wirksam sein. Wenn bei-

2 Flussmittelbestandteile

2.1 Harze

Harze sind organische amorphe bis kristalline und bei Raumtemperatur feste oder halb feste glänzende Substanzen. Die natürlichen Harze sind überwiegend pflanzlicher Herkunft. Kolophonium wird aus dem Rohharz von Koniferen gewonnen. Man unterscheidet drei Kolophoniumtypen. Balsamharz ist der Destillationsrückstand von Terpeninölen, Wurzelharz ist ein Extrakt aus Koniferenwurzelstöcken und Tallharz ist der Destillationsrückstand von Tallöl, einem Nebenprodukt bei der Herstellung von Cellulose aus harzreichen Holzarten (Tall – schwedische Kiefer). Kolophonium besteht vorwiegend aus einem Gemisch verschiedener tricyklischer isomerer Harzsäuren mit einer Säuregruppe von der Summenformel C₂₀H₃₀O₂. Die Verbindungen unterscheiden sich durch die Anordnung der Doppelbindungen im Molekül.

Neben etwa 90 % Harzsäuren enthält Kolophonium noch Fettsäureester, Terpenalkohole und Kohlenwasserstoffe. Je nach Herkunft ist der Gehalt an verschiedenen Harzsäuren unterschiedlich.

Tabelle 1. Einteilung von Weichlotflussmitteln nach ihren Hauptbestandteilen mit Isokennziffern.

Flussmitteltyp	Flussmittelbasis	Flussmittelaktivator	Flussmittelart
1 Harz	1 Kolophonium	1 ohne Aktivator 2 mit Halogenen 3 ohne Halogene	A flüssig B fest C pastös
	ohne Kolophonium		
2 organisch	1 wasserlöslich		
	2 nicht wasserlöslich		
3 anorganisch	1 Salze	1 mit Ammoniumchlorid 2 ohne Ammoniumchlorid	
	2 Säuren	1 Phosphorsäure 2 andere Säuren	
	3 alkalisch	1 Amine und/oder Ammoniak	

Diese Veröffentlichung wurde von einer Gruppe erfahrener Fachleute in ehrenamtlicher Gemeinschaftsarbeit erstellt und wird als eine wichtige Erkenntnisquelle zur Beurteilung empfohlen. Der Anwender muss jeweils prüfen, wie weit der Inhalt auf seinen speziellen Fall anwendbar und ob die ihm vorliegende Fassung noch gültig ist. Eine Haftung des DVS und derjenigen, die an der Ausarbeitung beteiligt waren, ist ausgeschlossen.

DVS, Ausschuss für Technik, Arbeitsgruppe „Löten“

Nachdruck und Kopie, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung des Herausgebers

Enthalten sein können:

Bezeichnung	Schmelzpunkt °C	Verteilung der 2 Doppelbindungen
Abietinsäure	175	auf 2 Cyclohexanringe
Lävopimarsäure	150	auf 1 Cyclohexanring
Palustrinsäure	167	auf 1 Cyclohexanring
Neoabietinsäure	169	konjugierte Doppelbindungen in Seitenkette und Ring
d-Pimarsäure	219	isolierte Doppelbindungen in Seitenkette und Ring

Über 100 °C stellen sich Gleichgewichte dieser Säuren ein. Verbindungen mit konjugierten Doppelbindungen sind allgemein stabiler als Verbindungen mit isolierten Doppelbindungen (Resonanzstabilisierung).

Pimarsäure ist hauptsächlich in europäischen Kolophoniumharzen vorhanden. Zur optisch rechtsdrehenden d-Pimarsäure gibt es die linksdrehende l-Pimarsäure, die sich durch unterschiedliche sterische Anordnung der vier verschiedenen Liganden am asymmetrischen C-Atom der Seitenkette unterscheiden.

Eine Dehydroabietinsäure $C_{20}H_{28}O_2$ mit 3 Doppelbindungen im Molekül kommt auch in natürlichen Kolophoniumarten vor. Diese Schwankungen in der Zusammensetzung des Naturproduktes beeinflussen die Qualität.

Abietinsäure (Bild 1) ist autooxidabel [1], d. h. die Oxidation verläuft autokatalytisch über Radikalbildung. Die Radikale bilden mit Luftsauerstoff Peroxide, die wieder neue Harzsäuremoleküle in Radikale spalten. Auch die anderen isomeren Harzsäuren mit Doppelbindungen sind oxidationsempfindlich. Deshalb sollte festes Kolophonium als Klumpen und nicht als Pulver gelagert werden. Der Lötpaste können Radikalfänger als Antioxidanzien zugesetzt werden. Auf der Lötstelle tragen die Oxidationsreaktionen zur Alterung der Kolophoniumreste bei. Neben der Farbänderung versprechen diese dabei. Es können sich Risse bilden.

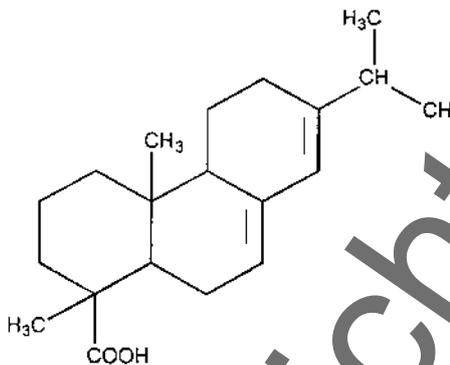


Bild 1. Struktur der Abietinsäure.

Durch Hydrieren der Doppelbindungen werden die Harzsäuren stabiler. Tabelle 2 enthält eine Übersicht modifizierter Kolophoniumharze mit ihren Erweichungspunkten und Säurezahlen. Auf Grund der Doppelbindungen in der Seitenkette kann beispielsweise Pimarsäure auch zu höheren Verbindungen di- oder polymerisieren. Der Erweichungspunkt ist dann bis zu 80 °C höher gegenüber dem natürlichen Harz (Tabelle 2). Das Gemisch der verschiedenen natürlichen Harzsäuren beginnt bei 70 °C zu erweichen und ist bei etwa 130 °C unter den Schmelzpunkten der Einzelkomponenten flüssig, vergleichbar mit eutektischen Legierungen, deren Schmelzpunkte auch unter denen der Einzelbestandteile liegen. Die Säurezahl der polymerisierten Harze sinkt mit der höheren Molekülgröße (auf Grund unvermeidbarer Nebenreaktionen an den Carboxylgruppen).

Tabelle 2. Eigenschaften modifizierter und künstlicher Harze – Auswahl.

Beschreibung	Erweichungspunkt °C	Säurezahl mg KOH/g
Kolophonium und Derivate: natürliches Harz	70 ... 85	160
partiell hydriertes Harz	80	162
partiell hydriertes Harz	79	153
hoch hydriertes Harz	81	160
partiell polymerisiertes Harz	102	140
dimerisiertes Harz	150	145

Kohlenwasserstoffharze	100 ... 150	ca. 50

Für monomere definierte Verbindungen kann die Säurezahl Z berechnet werden. Sie ist die theoretische Menge KOH in mg, die zur Neutralisation aller sauren COOH-Gruppen je 1 g Substanz erforderlich ist.

$$1 \text{ g R} - (\text{COOH})_n = 56 \text{ mg KOH} \cdot n \cdot M^{-1} \cdot 10^3 = Z$$

n = Zahl der Säuregruppen je Molekül

M = Molekulargewicht der Substanz (g)

Unbekannte Substanzen werden nach Auflösung in Isopropanol-Wasser titriert.

Man kann davon ausgehen, dass die im Isopropanol-Wasser-Gemisch löslichen und auf Grund des polaren Charakters des Lösungsmittels dissoziierten Säuren im schmelzflüssigen Zustand ebenso wirksam sind.

Die gemessenen Säurezahlen liegen für Kolophonium und seine modifizierten Harze zwischen 168 und 140 mg KOH/g

Die metalloxidlösende Wirkung für $T > 130 \text{ °C}$ nach der Reaktionsgleichung



MO = Metalloxid

M = Metall

wird für viele Einsatzzwecke als zu gering angesehen. Die Lötzeit beträgt bis zum Zehnfachen der Zeit, die man mit chloridhaltigen Flussmitteln erreichen kann [3].

Außer Kolophoniumharzen werden in geringem Maße auch Kohlenwasserstoff- und Epoxidharze zur Flussmittelproduktion eingesetzt (Tabelle 2).

2.2 Aktivatoren

2.2.1 Aktivatorklassen

Um die Wirkung des Kolophoniums zu verstärken, werden Aktivatoren zugesetzt, die in Tabelle 3 klassifiziert sind. Aktivatoren auf Basis von organischen Halogenverbindungen oder auf Basis von Aminen ergeben sehr gute Lötresultate, die Korrosionsbeständigkeit nach dem Löten ist jedoch nicht immer ausreichend. Unter Berücksichtigung der Wirksamkeit im Lötprozess, der Korrosionsbeständigkeit nach dem Löten und der physiologischen Unbedenklichkeit werden bevorzugt organische Säuren eingesetzt. Die Monocarbonsäuren von Ameisen- bis Octansäure mit 8 C-Atomen sind giftig oder atemwegs- und hautreizend. Sie sind bei Raumtemperatur flüssig und bis Pentansäure wasserlöslich, was sie mindestens bei Beurteilung von Lötückständen ungeeignet erscheinen lässt. Ameisensäure reagiert mit Zinn und Blei zu flüchtigen Formiaten, deshalb ist die Lötung mit Ameisensäure fast rückstandsfrei. Höhere Monocarbonsäuren wie Palmitin- bis Behensäure mit 15 bis 21 C-Atomen und jeweils einer COOH-Gruppe haben mit $219 \geq Z \geq 165$ kaum erhöhte Säurezahlen im Vergleich zum Kolophonium.