

## 电位滴定法测定助焊剂中酸值和卤素的含量

### 一、前言

在现代电子制造领域，对焊锡材料的品质越来越严格。在焊接的过程中须使用某些化学物质除去被焊材料表面的氧化物，使焊料与被焊物之间能很好的熔融从而达到助焊的作用，这种能够净化被焊金属表面、帮助焊接的物质称为助焊剂。助焊剂的开发已成为当今电子产品表面组装领域研究的一大热点。助焊剂的性能好坏直接决定焊点的焊接效果。因此，做好助焊剂品质控制，对焊接效果至关重要。

助焊剂的化学性质对其性能和应用效果有着深远的影响，其中酸值和卤素含量是两个关键的指标。酸值是衡量焊接材料腐蚀性的重要的质量标准，酸值的测定对焊料在焊接过程中腐蚀性评定具有重要价值。助焊剂中卤素在焊接过程中起到关键作用，含量低时焊接强度减弱；含量过高时，焊接强度增强但是对印刻板产生严重腐蚀，因此需要严格控制助焊剂的卤素含量。

然而，由于助焊剂中的主要成分有溶剂、表面活性剂、有机酸、增塑剂、松香及其卤化物等组成，所以国际标准和国家标准前处理均用到甲苯作为溶剂，甲苯是一种易致癌试剂，长期使用对人体有害，本方案使用乙醇-异丙醇体系对松香为主要成分的助焊剂进行前处理，本方案旨在通过电位滴定法，为助焊剂的酸值和卤素（该样品只有溴离子）测定提供一种简便、快捷、高效的测试方法，通过本方案，可以有效助力焊剂以及助焊剂生产过程的效率和产品质量，同时降低生产成本和环境风险。

### 二、仪器与试剂

#### 2.1、仪器

T 960 全自动电位滴定仪，9131PH 非水复合电极，9231 玻璃复合银电极，10mL 滴定管，万分之一分析天平，容量瓶等

#### 2.2、试剂

基准邻苯二甲酸氢钾，0.1mol/L 氢氧化钠滴定液，0.01mol/L 硝酸银滴定液，无水乙醇，无水异丙醇

### 三、实验方法

#### 3.1、实验过程

##### 3.1.1、酸值测定结果

1) 空白实验：加入 50mL 无水乙醇-异丙醇混合液（1：1），将滴定杯放置于搅拌台上，启动编辑好的测试空白的等量滴定方法，使用 0.1mol/L 的氢氧化钠滴定液滴定至电位突跃终点，仪器自动结束，记录空白体积  $V_0$ 。

## 2) 样品测定:

准确称取 0.2g 待测试样, 放置于干燥好的滴定杯中, 加入 50mL 无水乙醇-异丙醇混合液 (1: 1), 将滴定杯放置于 85℃ 水浴锅中加热溶解。

待冷却至室温, 将滴定杯放置于搅拌台上, 启动编辑好的测试酸值的方法, 使用标定好的 0.1mol/L 的氢氧化钠滴定液滴定至电位突跃终点, 仪器自动计算结果, 结束。

## 3.1.2、卤素测定结果

1) 空白实验: 加入 50mL 异丙醇, 将滴定杯放置于搅拌台上, 启动编辑好的测试空白的等量滴定方法, 使用标定好的 0.01mol/L 的硝酸银滴定液滴定至电位突跃终点, 仪器自动结束, 记录空白体积  $V_0$ 。

## 2) 样品测定:

准确称取适量样品, 放置于滴定杯中, 加入 50mL 异丙醇溶液, 将滴定杯放置于 85℃ 水浴锅中加热溶解。

待冷却至室温, 将滴定杯放置于搅拌台上, 启动编辑好的测试氯化物的方法, 使用标定好的 0.01mol/L 的硝酸银滴定液滴定至电位突跃终点, 仪器自动计算结果, 结束。

## 3.2、仪器参数

3.2.1、酸值实验 T860 全自动滴定仪参数设置如表 1 所示:

滴定类型:	动态滴定	方法名:	甲基磺酸 (MAS) 含量测定
滴定管体积:	10mL	样品计量单位:	mL
工作电极:	pH 复合电极	参比电极:	无
搅拌速度:	7	预搅拌时间:	5s
电极平衡时间:	4s	电极平衡电位:	1mv
滴定前平衡电位:	10mV	结束体积:	20mL
电位突跃量:	100	预控值:	无
最小添加体积:	0.01	计算公式:	$C \cdot V_1 \cdot 20.34$
滴定剂名称:	氢氧化钠	理论浓度:	1

表 1 酸值测定实验滴定仪参数设置

3.2.2、卤素实验 T860 全自动滴定仪参数设置如表 2 所示：

表 2 测定 滴定 数设  四、 与 讨  4.1、 结果	滴定类型：	动态滴定	方法名：	溴离子含量测定	卤素 实验 仪参 置  结 果 论  实 验
	滴定管体积：	10mL	样品计量单位：	mL	
	工作电极：	银复合电极	参比电极：	无	
	搅拌速度：	7	预搅拌时间：	5s	
	电极平衡时间：	4s	电极平衡电位：	1mv	
	滴定前平衡电位：	10mV	结束体积：	20mL	
	电位突跃量：	300	预控 mv 值：	50	
	最小添加体积：	0.02	计算公式：	$C*(V1-V0)*7.99/m$	
滴定剂名称：	盐酸	理论浓度：	0.01		

#### 4.1.1、酸值测定结果

经过分析检测，酸值测试结果如下表：

样品名称	取样量 (g)	c(NaOH)/mol/L	滴定体积 $V_1$ /mL	空白体积 $V_0$ /mL	酸值 (mg/g)	平均值 (mg/g)	RSD (%)
固体助焊剂 (MA)	0.2061	0.1176	7.460	0.08	236.237	236.102	0.205
	0.2182		7.871		235.564		
	0.2517		9.103		236.504		
膏状助焊剂 (GF309B)	0.2305		3.757		105.442	105..205	0.282
	0.2500		3.827		104.872		
	0.2414		3.933		105.301		

表 3 试样酸值测试结果

#### 4.1.2、卤素测定结果

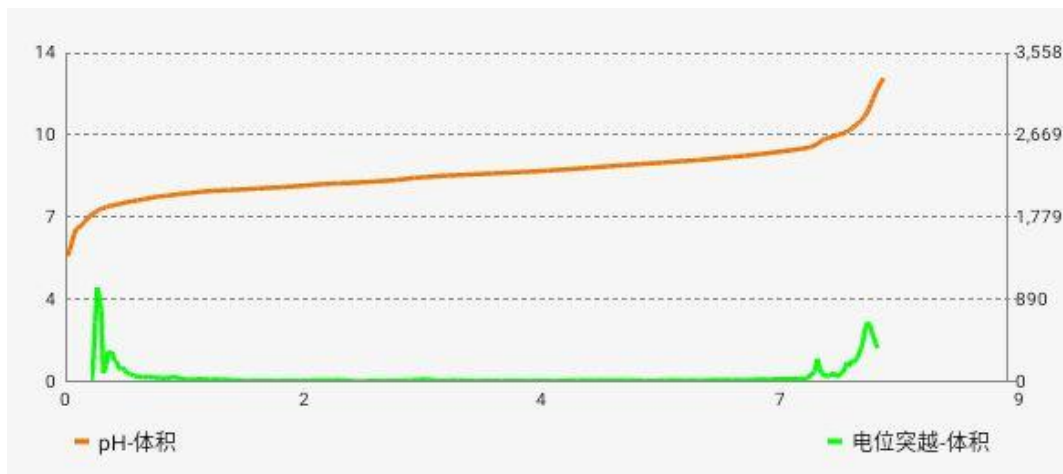
经过分析，溴离子浓度测试结果如下表：

样品名称	取样量 (g)	c(AgNO <sub>3</sub> )/mol/L	滴定体积 $V_1$ /mL	空白体积 $V_0$ /mL	溴离子含量 (%)	平均值 (%)	RSD (%)
固体助焊剂 (MA)	0.1933	0.0102	1.385	0.02	0.576	0.569	1.320
	0.2347		1.635		0.561		
	0.1893		1.342		0.569		
膏状助焊剂 (GF309B)	0.5670		2.323		0.331	0.320	2.951
	0.4234		1.669		0.317		
	0.4841		1.877		0.313		

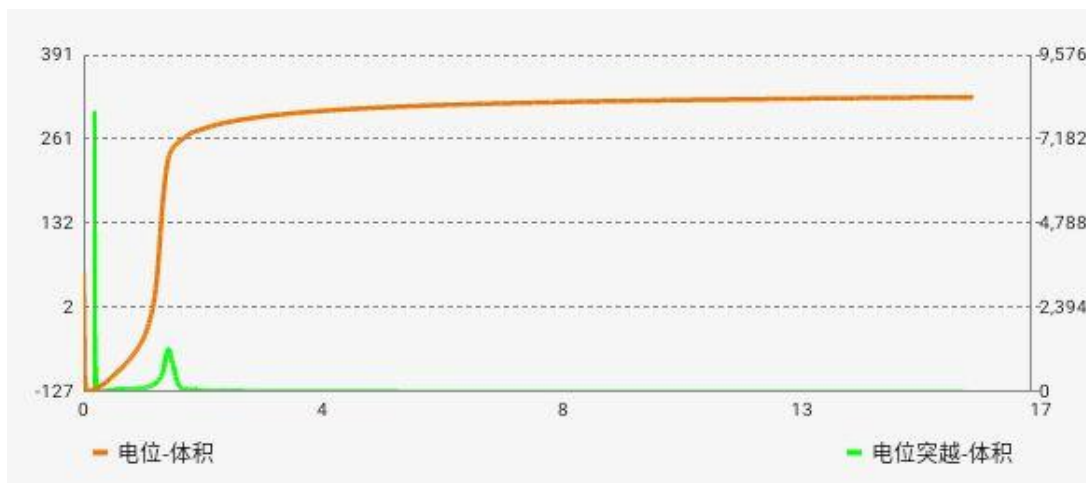
表 3 试样卤素测试结果

4.2、滴定图谱

4.2.1、酸值测定图谱



4.2.2、卤素测定图谱



4.3、结论

基于乙醇-异丙醇体系，我们成功建立了一种基于电位滴定法测试助焊剂中酸值和氯化物测定方法。该方法不仅操作简便、精度高，而且具有良好的重复性和可靠性，适用于工业生产中的快速分析和质量控制。我们相信，随着技术的不断进步和创新，电位滴定法将在电子器件焊料行业及其他相关领域得到更广泛的应用和推广。Hanon T860 电位滴定仪可以满足测试需求，如果测试指标多，数量大，推荐使用 Hanon T960 电位滴定仪搭配自动进样器。

