

文章编号:1673-9981(2018)02-0112-04

糖分对温控器用无铅助焊剂的影响分析*

周志平¹, 谢湘娜²

1. 广东省工业分析检测中心, 广东 广州 510650; 2. 广东检验检疫技术中心, 广东 广州 510623

摘要:通过分析波纹管助焊剂主原料甘油的含糖量, 考察了糖分含量对助焊剂颜色变化和波纹管焊接不良率的影响. 试验结果表明, 甘油中糖分含量较高是造成助焊剂颜色变深和焊接性能变差的主要原因, 助焊剂中蔗糖质量分数最高不能超过 0.16%, 葡萄糖质量分数最高不能超过 0.96%.

关键词: 温控器; 无铅助焊剂; 甘油; 糖

中图分类号: TQ421.4

文献标识码: A

温控器广泛应用于空调、冰箱等行业, 它由感温筒、毛细管和膜盒组成^[1], 如图 1 所示. 图 1 中波纹管和底盘材料为黄铜或紫铜, 这两个部件需要焊接. 通常采用感应加热方法焊接, 焊接工作温度为 280 °C 左右, 焊接时间为 30 s. 焊接需要使用 EA-35 助焊剂和无铅焊料. 焊接要求助焊剂活性强、焊料流动性好, 焊缝平滑、无凹坑及无气孔. 焊接完毕后, 需要对波纹管内部进行灌充气体工质并保持密封状态, 要求内存的残留物对内部密封环境的工质气体的化学影响较低^[1]. 厂家要求焊后不良率不能超过 0.050%.

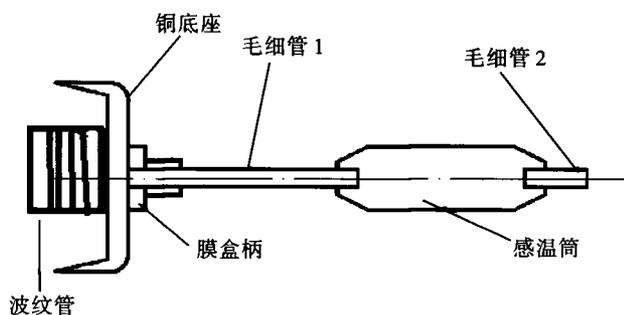


图 1 波纹管示意图

Fig. 1 Diagrammatic of corrugated pipe

最近, 使用厂家反映 EA-35 助焊剂出现了不正常的现象, 助焊剂颜色变深和焊接质量变差. 正常产品应为淡黄色的透明粘稠液体, 近期产品在存储和使用过程中颜色变成淡红色甚至棕色. 客户用这种变色的助焊剂焊接后不良品率明显上升. 为了查出原因, 对生产助焊剂的所有原料进行了严格检验和排查. EA-35 助焊剂是以甘油为主溶剂, 产品中甘油质量分数高达 90% 以上. 甘油的品质直接影响助焊剂的性能稳定性, 所以重点考察了甘油. 甘油的生产方法主要有三种^[2]: 一是从天然油脂中提取甘油, 它包括皂化法和油脂水解法; 二是以糖类物质为原料, 用微生物发酵生产甘油, 即发酵法, 它包括糖蜜和淀粉质等原料的发酵法; 三是以石油化工产品为原料, 用化学方法合成甘油, 即合成法, 它包括氯化法、丙烯醛法和氧化丙烯法等^[3]. 用不同方法生产的甘油, 其糖分含量不同, 即使用同一种方法生产甘油也可能因产地和批次不同, 其糖分也会有所不同.

1 试验部分

1.1 主要试剂和仪器

天然油脂提取甘油: A(马来西亚椰树); B(印尼

收稿日期: 2017-10-20

* 基金项目: 广东省科学院创新能力建设专项(2018GDASCX-0114), 广东省属科研机构改革创新领域计划项目(2017A070701021)

作者简介: 周志平(1980-), 男, 广东五华人, 本科, 工程师.

春金);C(日本花王);D(中国康源);E(中国泰科);蔗糖(太古糖业中国有限公司广州分公司);葡萄糖(汕头市英吉利生物科技有限公司);盐酸(AR,广州化学试剂厂);磷酸(AR);硫酸(AR)。

费林溶液:溶液 a 的配制——将 34.6 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 溶于 200 mL 水中,用 0.5 mL 浓硫酸酸化后,再用水稀释到 500 mL 待用。溶液 b 的配制——取 173 g 酒石酸钾钠 $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, 50 g NaOH 固体溶于水中,再稀释到 500 mL,用精制石棉过滤。使用时将 a 和 b 两种溶液等体积混合为费林溶液(用时现配)^[3]。

万用电炉 1000 型(沧州泰鼎恒业试验仪器有限公司),YH-A3002 型 0.1 g 精准电子天平(瑞安英衡有限公司)。

1.2 实验方法

1.2.1 原料甘油中糖分的定性实验

取 50 mL (62.5 g) 甘油溶于水,稀释至 100 mL,混匀。取 10 mL 该溶液,加 1 mL 稀硫酸(20%),水浴加热 5 min,然后依次加 2 mL 氢氧化钠溶液(100 g/L)及 5 mL 新配费林溶液,再加热 10 min。如果样品中不含或含很少蔗糖或葡萄糖,溶液为澄清透明;当样品中蔗糖或葡萄糖含量较高时,溶液会呈现浑浊或产生沉淀^[4]。

1.2.2 不同助焊剂焊接质量的测试

厂家反馈助焊剂经过一段时间仓储后会发生颜色变化。现按图 2 所示的流程进行助焊剂模拟生产及存储试验,试验中观察其颜色变化,并将试验样品送到生产现场以检验焊接质量。

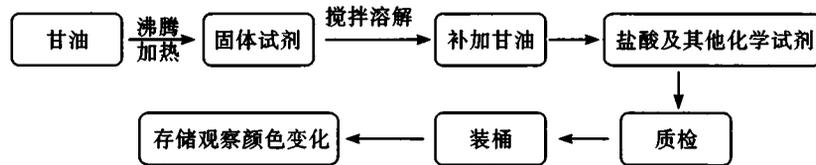


图 2 助焊剂生产流程图

Fig. 2 Flow chart of flux production

焊接效果可以归纳为三种情况:①焊料流动性好,焊缝平滑,光亮;②焊料流动性略差,焊缝有轻微的凹凸状,无可见缝隙;③焊料流动性差,焊缝有凹坑、气孔和堆积不均匀。将上述试验产品送到佛山某厂进行焊接效果测试,并统计出焊接不良率^[5],焊接不良率超过 0.050% 视为不合格。

1.2.3 原料甘油品质控制(糖分允许含量的测定)

取 50 mL 甘油 A 分别加入不同量的蔗糖和葡萄糖^[6],按照 EA-35 助焊剂生产工艺配制助焊剂,观察样品颜色变化,并将样品送到佛山某厂进行焊接测试,同时统计焊后不良率。

2 试验结果与讨论

2.1 不同厂家生产的甘油中糖分含量比较

按照实验方法,用新配制的费林溶液定性检测不同厂家生产的甘油中糖分含量高低。在试验过程中,甘油 A、B 始终保持清澈透亮的状态;甘油 C、D 开始保持透亮,加热 10 min 后出现浑浊,其中甘油 C 比甘油 D 较快出现浑浊现象;甘油 E 在 10 min 后

开始出现浑浊,13 min 后产生明显的沉淀物。测定结果证明不同厂家生产的甘油产品中糖分含量差异很大。被检测的五种甘油中糖分含量从高到低的顺序为 E, C, D, B, A。

2.2 助焊剂中糖分含量对颜色以及焊接质量的影响

将不同厂家生产的甘油按相同的工艺配方分别配制成 EA-35 助焊剂样品,然后观察助焊剂样品颜色的变化,并将样品进行焊接试验。试验结果列于表 1。

表 1 不同厂家甘油配制的助焊剂颜色差异及焊接效果
Table 1 The color and weldability of flux from different manufators

| 甘油种类 | 助焊剂颜色 | 焊接效果 | 焊后不良率/% |
|------|-------|------|---------|
| 甘油 A | 淡黄 | 好 | 0.02 |
| 甘油 B | 淡黄 | 好 | 0.03 |
| 甘油 C | 红 | 差 | 0.12 |
| 甘油 D | 微红 | 中 | 0.05 |
| 甘油 E | 棕 | 差 | 0.38 |

用甘油 A 和甘油 B 生产的助焊剂均为淡黄色透明液体,长时间存放后未见明显的颜色变化.用甘油 C 配制的助焊剂,开始也是淡黄色透明液体,但存放约 10 天后变成红色液体,透明度下降.用甘油 D 配制的助焊剂,刚开始也是淡黄色透明液体,存放 15 天后变成微红色,透明度基本不变.用甘油 E 配制的助焊剂,其颜色变化最快,在生产过程中加入盐酸时,产品就变为暗红色,在存储 2 天后,呈棕色.实验说明甘油中糖含量越高,助焊剂变色越快、颜色越深.

将配制的 5 个助焊剂样品送至佛山某厂进行焊接测试,用甘油 A 和甘油 B 分别配制的助焊剂的焊接效果较好,不良率分别为 0.02% 和 0.03%,在合格范围内.用甘油 C 配制的助焊剂焊接后,存在肉眼可视的不良品特征,充气实验表明漏气不良率达到 0.12%,超标约 20 倍.用甘油 D 配制的助焊剂的焊接不良率为 0.05%,达到厂家标准的上限.用甘油 E 配制的助焊剂,其焊接不良率超标近 60 倍,气孔现象、焊料流动性不足造成堆积明显.实验证明,随甘油中糖分含量的增加,焊接不良率大幅上升,助焊剂颜色变化加快,并逐渐变深.

2.3 助焊剂中最高允许糖分含量的探索性试验

为了考察甘油中糖分含量对助焊剂颜色和焊接性能的影响,选择糖分含量最低的甘油 A 为助焊剂的原料,按照实验方法 1.2.3 在 EA-35 助焊剂中分别添加蔗糖和葡萄糖进行焊接试验,试验结果分别列于表 2 和表 3.

表 2 蔗糖含量与助焊剂色度和焊后不良率的关系

Table 2 Relationship between sucrose content, chromaticity of flux and bad rate after welding

| 助焊剂 | 添加蔗糖/g | 蔗糖质量分数/% | 颜色 | 焊后不良率/% |
|-----|--------|----------|----|---------|
| 1 号 | 0 | 0 | 淡黄 | 0.02 |
| 2 号 | 0.10 | 0.16 | 微红 | 0.05 |
| 3 号 | 0.50 | 0.79 | 浅棕 | 0.28 |
| 4 号 | 1.00 | 1.57 | 深棕 | 0.40 |

由表 2 可知,当助焊剂中蔗糖质量分数达到 0.16% 时,助焊剂的颜色就开始产生变化,不良率上升.当蔗糖质量分数达到 0.79% 时,焊接产品不合格率严重超标.这说明助焊剂中蔗糖质量分数最高不能超过 0.16%.

表 3 葡萄糖含量与助焊剂色度和焊后不良率的关系

Table 3 Relationship between glucose content, chromaticity of flux and bad rate after welding

| 助焊剂 | 添加葡萄糖/g | 葡萄糖质量分数/% | 颜色 | 焊后不良率/% |
|-----|---------|-----------|-----|---------|
| 1 号 | 0 | 0 | 淡黄色 | 0.02 |
| 2 号 | 0.60 | 0.96 | 微红 | 0.05 |
| 3 号 | 0.80 | 1.00 | 棕色 | 0.39 |
| 4 号 | 1.00 | 1.30 | 深棕 | 0.60 |

由表 3 可知,当助焊剂中葡萄糖质量分数达到 0.96% 时,助焊剂的颜色开始发生变化,不良率上升.与蔗糖相比,葡萄糖含量对助焊剂颜色的影响较小.当葡萄糖质量分数达到 1.00% 时,焊接产品不合格率严重超标.这说明助焊剂中葡萄糖质量分数最高不能超过 0.96%.

2.4 结果讨论

由于以前用甘油生产 EA-35 助焊剂时,参考的 GB/T 13206-2011 甘油没有糖分检测项目^[7],从而忽略了糖分含量对助焊剂颜色和焊接效果的影响,导致有很长一段时间找不到助焊剂颜色加深和焊接效果变差的原因.实际上即使采用同一工艺生产的甘油,其糖分含量还是存在差异的.当使用糖分含量偏高的甘油配制助焊剂时,甘油中的糖分在生产过程中受高温以及强酸和其他化学物品的影响会产生氧化还原反应,生成的物质不仅会导致助焊剂的颜色变深,而且还会影响助焊剂的活性,产生焊接缺陷,使焊后不良率上升.当甘油中糖分达到一定含量时,助焊剂产品中的含糖量也会相应上升(如助焊剂含蔗糖质量分数大于 0.16%),尽管新配制的助焊剂颜色正常,但是存储过程中氧化还原反应持续进行,导致助焊剂颜色逐步加深和焊接效果变差.当甘油中糖分含量较高时,在助焊剂的配制过程中就会产生明显的颜色变化,而且在存储和使用过程中颜色还会进一步加深.由于无铅焊接温度高达 280 °C,焊接时间 30 s,糖分及其氧化还原产物遇到高温后会进一步分解和碳化,生成成分复杂的阻焊性物质,造成焊料与底盘润湿性变差,焊后产品工质泄漏、工作不稳定等问题.因此,生产这类助焊剂的原料甘油必须检测糖分含量后才能用于生产,以确保助焊剂的性能稳定和焊接质量.

3 结 论

当甘油中糖分超过一定含量,使配制的助焊剂蔗糖质量分数超过0.16%,或葡萄糖质量分数超过0.96%,就会导致助焊剂产品的颜色变深以及焊接质量变差,使焊后不良率升高.配制助焊剂所用的甘油,一定要严格监控糖分指标,确保助焊剂的稳定性和焊接质量.

参考文献:

- [1] 航空制造手册总编委.航空制造工程手册:弹性元件部分[M].北京:航空工业出版社,1994.
- [2] 樊利民,王菊华,裴文.甘油生产方法研究进展[J].浙江化工,2009,40(6):22-25.
- [3] 邹世能,刘德忠.发酵法生产甘油[J].日用化学工业,1997(1):41-43.
- [4] 北京化学试剂总厂. GB/T 687-94 化学试剂 丙三醇[S].北京:中国标准出版社,1994.
- [5] 周志平,谢湘娜,刘树灵.密闭型温控器无铅焊接焊剂的研究[J].材料研究与应用,2009,3(2):119-122.
- [6] 黄立新,陈家明.淀粉糖品的糖分组成及其检测方法标准的制定[J].中国标准化,2001(3):21-22.
- [7] 全国表面活性剂和洗涤用品标准化技术委员会. GB/T 132062011 甘油[S].北京:中国标准出版社,2012.

Analysis on sugar content affecting lead-free soldering flux used for thermostat

ZHOU Zhiping¹, XIE Xiangna²

1. Guangdong Industrial Analysis and Testing Center, Guangzhou 510650, China; 2. Guangdong Inspection and Quarantine Technology Center, Guangzhou 510623, China

Abstract: In this paper, the sugar content of glycerol, which was the main raw material of corrugated pipe flux, was analyzed and soldering testing of flux were done. It was indicated that the high sugar content of glycerol was the main reason for color darken and poor weldability of flux. The mass fraction of sucrose in flux should be no more than 0.16%, and the mass fraction of glucose should be no more than 0.96%.

Key words: thermostat; flux for lead-free soldering; glycerol; sugar