IEC 62788-1-6

Edition 1.1 2020-05
CONSOLIDATED VERSION

INTERNATIONAL STANDARD

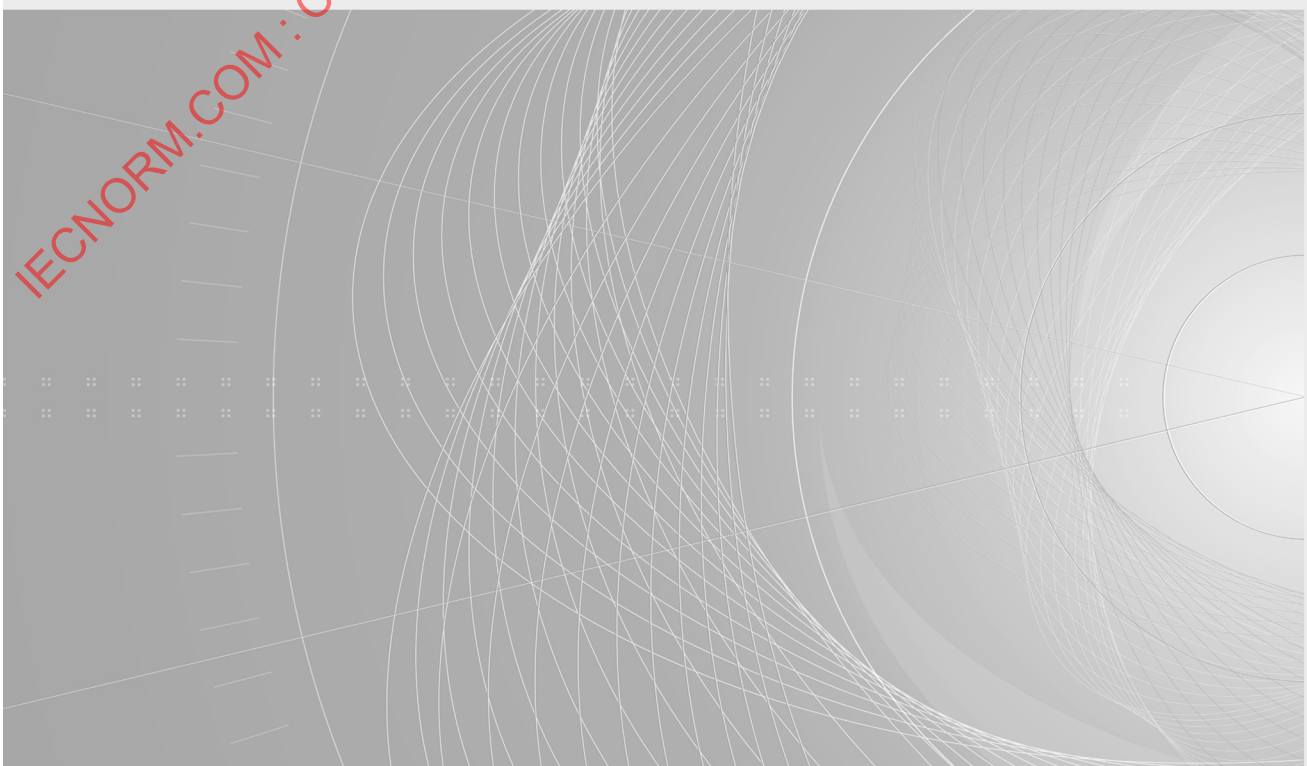
NORME INTERNATIONALE

colour inside

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

Measurement procedures for materials used in photovoltaic modules – Part 1-6: Encapsulants – Test methods for determining the degree of cure in Ethylene-Vinyl Acetate

Procédures de mesure des matériaux utilisés dans les modules photovoltaïques – Partie 1-6: Encapsulants – Méthodes d'essai pour déterminer le degré de durcissement dans l'éthylène-acétate de vinyle



IEC 62788-1-6:2017-01+AMD1:2020-05 CSV(en-fr)

THIS PUBLICATION IS COPYRIGHT PROTECTED
Copyright © 2020 IEC, Geneva, Switzerland

All rights reserved. Unless otherwise specified, no part of this publication may be reproduced or utilized in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying and microfilm, without permission in writing from either IEC or IEC's member National Committee in the country of the requester. If you have any questions about IEC copyright or have an enquiry about obtaining additional rights to this publication, please contact the address below or your local IEC member National Committee for further information.

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'IEC ou du Comité national de l'IEC du pays du demandeur. Si vous avez des questions sur le copyright de l'IEC ou si vous désirez obtenir des droits supplémentaires sur cette publication, utilisez les coordonnées ci-après ou contactez le Comité national de l'IEC de votre pays de résidence.

IEC Central Office
3, rue de Varembé
CH-1211 Geneva 20
Switzerland

Tel.: +41 22 919 02 11
info@iec.ch
www.iec.ch

About the IEC
The International Electrotechnical Commission (IEC) is the leading global organization that prepares and publishes International Standards for all electrical, electronic and related technologies.

About IEC publications
The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC. Please make sure that you have the latest edition, a corrigendum or an amendment might have been published.

IEC publications search - webstore.iec.ch/advsearchform
The advanced search enables to find IEC publications by a variety of criteria (reference number, text, technical committee,…). It also gives information on projects, replaced and withdrawn publications.

IEC Just Published - webstore.iec.ch/justpublished
Stay up to date on all new IEC publications. Just Published details all new publications released. Available online and once a month by email.

IEC Customer Service Centre - webstore.iec.ch/csc
If you wish to give us your feedback on this publication or need further assistance, please contact the Customer Service Centre: sales@iec.ch.

Electropedia - www.electropedia.org
The world's leading online dictionary on electrotechnology, containing more than 22 000 terminological entries in English and French, with equivalent terms in 16 additional languages. Also known as the International Electrotechnical Vocabulary (IEV) online.

IEC Glossary - std.iec.ch/glossary
67 000 electrotechnical terminology entries in English and French extracted from the Terms and definitions clause of IEC publications issued between 2002 and 2015. Some entries have been collected from earlier publications of IEC TC 37, 77, 86 and CISPR.

A propos de l'IEC
La Commission Electrotechnique Internationale (IEC) est la première organisation mondiale qui élabore et publie des Normes internationales pour tout ce qui a trait à l'électricité, à l'électronique et aux technologies apparentées.

A propos des publications IEC
Le contenu technique des publications IEC est constamment revu. Veuillez vous assurer que vous possédez l'édition la plus récente, un corrigendum ou amendement peut avoir été publié.

Recherche de publications IEC - webstore.iec.ch/advsearchform
La recherche avancée permet de trouver des publications IEC en utilisant différents critères (numéro de référence, texte, comité d'études,…). Elle donne aussi des informations sur les projets et les publications remplacées ou retirées.

IEC Just Published - webstore.iec.ch/justpublished
Restez informé sur les nouvelles publications IEC. Just Published détaille les nouvelles publications parues. Disponible en ligne et une fois par mois par email.

Service Clients - webstore.iec.ch/csc
Si vous désirez nous donner des commentaires sur cette publication ou si vous avez des questions contactez-nous: sales@iec.ch.

Electropedia - www.electropedia.org
Le premier dictionnaire d'électrotechnologie en ligne au monde, avec plus de 22 000 articles terminologiques en anglais et en français, ainsi que les termes équivalents dans 16 langues additionnelles. Egalement appelé Vocabulaire Electrotechnique International (IEV) en ligne.

Glossaire IEC - std.iec.ch/glossary
67 000 entrées terminologiques électrotechniques, en anglais et en français, extraites des articles Termes et définitions des publications IEC parues entre 2002 et 2015. Plus certaines entrées antérieures extraites des publications des CE 37, 77, 86 et CISPR de l'IEC.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

IEC 62788-1-6

Edition 1.1 2020-05
CONSOLIDATED VERSION

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

colour inside

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

Measurement procedures for materials used in photovoltaic modules – Part 1-6: Encapsulants – Test methods for determining the degree of cure in Ethylene-Vinyl Acetate

Procédures de mesure des matériaux utilisés dans les modules photovoltaïques – Partie 1-6: Encapsulants – Méthodes d'essai pour déterminer le degré de durcissement dans l'éthylène-acétate de vinyle

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

COMMISSION ELECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

ICS 27.160

ISBN 978-2-8322-8421-6

Warning! Make sure that you obtained this publication from an authorized distributor.
Attention! Veuillez vous assurer que vous avez obtenu cette publication via un distributeur agréé.

® Registered trademark of the International Electrotechnical Commission
Marque déposée de la Commission Electrotechnique Internationale

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

IEC 62788-1-6

Edition 1.1 2020-05

REDLINE VERSION

VERSION REDLINE

colour inside

Measurement procedures for materials used in photovoltaic modules – Part 1-6: Encapsulants – Test methods for determining the degree of cure in Ethylene-Vinyl Acetate

Procédures de mesure des matériaux utilisés dans les modules photovoltaïques –
Partie 1-6: Encapsulants – Méthodes d'essai pour déterminer le degré de durcissement dans l'éthylène-acétate de vinyle

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

IEC 62788-1-6:2017-01+AMD1:2020-05 CSV(en-fr)

CONTENTS

FOREWORD 4
1 Scope 6
2 Normative references 6
3 Terms and definitions 7
4 Principle 8
5 DSC secondary method 8
5.1 Instrument and equipment for the secondary method 8
5.1.1 General 8
5.1.2 Electronic balance 8
5.1.3 Differential scanning calorimeter 8
5.1.4 Instrument calibration 9
5.2 Specimen preparation for the secondary method 9
5.2.1 Sampling and storage 9
5.2.2 Preparation procedures 9
5.3 Test requirements for the secondary method 10
5.3.1 Environment requirements 10
5.3.2 Parameter settings (residual enthalpy method) 10
5.3.3 Parameter settings (melt/freeze method) 10
5.3.4 Parameter settings (combined enthalpy and melt/freeze method) 10
5.4 Test procedure for the secondary method 11
5.5 Calculation and expression of the results for the secondary method 11
5.5.1 Enthalpy method 11
5.5.2 Melt/freeze method 12
5.6 Uncertainty of measurements for the secondary method 16
6 The primary method 16
6.1 Principle for the primary method 16
6.2 Instrument and equipment for the primary method 17
6.2.1 Electronic balance 17
6.2.2 Soxhlet extractor 17
6.2.3 Thimble 17
6.2.4 Heating apparatus 17
6.2.5 Handling apparatus 18
6.2.6 Solvent 18
6.3 Specimen preparation for the primary method 18
6.3.1 Sampling and storage 18
6.3.2 Preparation procedures 18
6.4 Test requirements for the primary method – Environment requirements 19
6.5 Test procedure for the primary method 19
6.6 Calculation and expression of the results for the primary method 19
7 Test report 19
8 Indentation secondary method 20
8.1 General 20
8.2 Principle 21
8.3 Instrument and equipment for the indentation method 21
8.4 Instrument calibration 22

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

8.5 Correlation of the degree of cure 22
8.6 Specimen preparation for the indentation method 22
8.7 Test procedure for the indentation method 23
Annex A (informative) Limitations of the primary and secondary measurement methods 24
Bibliography 26

Figure 1 – Example result for the DSC residual enthalpy method 12
Figure 2 – Location of temperatures and temperature ranges used in the melt/freeze DSC method 13
Figure 3 – Example of the temperature bounds applied for an automated software integration algorithm 15
Figure 4 – Representation of the measurement profile for an EVA test specimen 16
Figure 5 – Example of the correlation applied between G_i (indentation) and C% (gel content) 22

Table 1 – Summary of the results for the example measurements shown in Figure 2 14

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

_____

MEASUREMENT PROCEDURES FOR MATERIALS USED IN PHOTOVOLTAIC MODULES –

Part 1-6: Encapsulants – Test methods for determining the degree of cure in Ethylene-Vinyl Acetate

FOREWORD

1) The International Electrotechnical Commission (IEC) is a worldwide organization for standardization comprising all national electrotechnical committees (IEC National Committees). The object of IEC is to promote international co-operation on all questions concerning standardization in the electrical and electronic fields. To this end and in addition to other activities, IEC publishes International Standards, Technical Specifications, Technical Reports, Publicly Available Specifications (PAS) and Guides (hereafter referred to as "IEC Publication(s)"). Their preparation is entrusted to technical committees; any IEC National Committee interested in the subject dealt with may participate in this preparatory work. International, governmental and non-governmental organizations liaising with the IEC also participate in this preparation. IEC collaborates closely with the International Organization for Standardization (ISO) in accordance with conditions determined by agreement between the two organizations.
2) The formal decisions or agreements of IEC on technical matters express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the relevant subjects since each technical committee has representation from all interested IEC National Committees.
3) IEC Publications have the form of recommendations for international use and are accepted by IEC National Committees in that sense. While all reasonable efforts are made to ensure that the technical content of IEC Publications is accurate, IEC cannot be held responsible for the way in which they are used or for any misinterpretation by any end user.
4) In order to promote international uniformity, IEC National Committees undertake to apply IEC Publications transparently to the maximum extent possible in their national and regional publications. Any divergence between any IEC Publication and the corresponding national or regional publication shall be clearly indicated in the latter.
5) IEC itself does not provide any attestation of conformity. Independent certification bodies provide conformity assessment services and, in some areas, access to IEC marks of conformity. IEC is not responsible for any services carried out by independent certification bodies.
6) All users should ensure that they have the latest edition of this publication.
7) No liability shall attach to IEC or its directors, employees, servants or agents including individual experts and members of its technical committees and IEC National Committees for any personal injury, property damage or other damage of any nature whatsoever, whether direct or indirect, or for costs (including legal fees) and expenses arising out of the publication, use of, or reliance upon, this IEC Publication or any other IEC Publications.
8) Attention is drawn to the Normative references cited in this publication. Use of the referenced publications is indispensable for the correct application of this publication.
9) Attention is drawn to the possibility that some of the elements of this IEC Publication may be the subject of patent rights. IEC shall not be held responsible for identifying any or all such patent rights.

This consolidated version of the official IEC Standard and its amendment has been prepared for user convenience.

IEC 62788-1-6 edition 1.1 contains the first edition (2017-01) [documents 82/1197/FDIS and 82/1231/RVD] and its amendment 1 (2020-05) [documents 82/1691/FDIS and 82/1720/RVD].

In this Redline version, a vertical line in the margin shows where the technical content is modified by amendment 1. Additions are in green text, deletions are in strikethrough red text. A separate Final version with all changes accepted is available in this publication.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

International Standard IEC 62788-1-6 has been prepared by IEC technical committee 82: Solar photovoltaic energy systems.

This document has been drafted in accordance with the ISO/IEC Directives, Part 2.

A list of all parts in the IEC 62788 series, published under the general title *Measurement procedures for materials used in photovoltaic modules*, can be found on the IEC website.

The committee has decided that the contents of the base publication and its amendment will remain unchanged until the stability date indicated on the IEC web site under "http://webstore.iec.ch" in the data related to the specific publication. At this date, the publication will be

- reconfirmed,
- withdrawn,
- replaced by a revised edition, or
- amended.

IMPORTANT – The 'colour inside' logo on the cover page of this publication indicates that it contains colours which are considered to be useful for the correct understanding of its contents. Users should therefore print this document using a colour printer.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

MEASUREMENT PROCEDURES FOR MATERIALS USED IN PHOTOVOLTAIC MODULES –

Part 1-6: Encapsulants – Test methods for determining the degree of cure in Ethylene-Vinyl Acetate

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

1 Scope

This part of IEC 62788 defines the terminology, test equipment, test environment, specimen preparation, test procedures, and test report for measuring the degree of cure of Ethylene-Vinyl Acetate (EVA) encapsulation sheet used in photovoltaic (PV) modules. The differential scanning calorimetry (both residual enthalpy and melt/freeze protocols) and gel content methods are included herein. This procedure can be used by material- or module-manufacturers to verify that the cross-linking additive is present and is active. The procedure can also be used to verify the module manufacturing (lamination) process for the purposes of quality- and process-control. The procedure can also be used to assess the uniformity of the EVA formulation within a roll as well as to compare variation of the EVA formulation from roll to roll. This procedure can be applied to uncured or recently cured EVA sheet as well as uncured or recently cured EVA from PV modules.

This test procedure can also be applied to cross-linking ethylenic co-polymers other than EVA. The temperatures identified for the calorimetry measurements in this procedure have been optimized for EVA. Therefore, if the test procedure is applied to other encapsulation materials, the range of the test temperatures can have to be adjusted based on the active temperature of the curing agent and/or the melt/freeze temperature of the base material.

2 Normative references

The following documents are referred to in the text in such a way that some or all of their content constitutes requirements of this document. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

IEC 61215-1, *Terrestrial photovoltaic (PV) modules – Design qualification and type approval – Part 1: Test requirements*

ISO/IEC 17025:2005, *General requirements for the competence of testing and calibration laboratories*

ISO 291:2008, *Plastics – Standard atmospheres for conditioning and testing*

ISO 6427:2013, *Plastics – Determination of matter extractable by organic solvents (conventional methods)*

ISO 6721-1, *Plastics – Determination of dynamic mechanical properties – Part 1: General principles*

ISO 11357-1:2009, *Plastics – Differential scanning calorimetry (DSC) – Part 1: General principles*

ISO 10147:2011, *Pipes and fittings made of crosslinked polyethylene (PE-X) – Estimation of the degree of cross-linking by determination of the gel content*

ISO 14577-1, *Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters – Part 1: Test method*

ASTM D2765-11, *Standard test methods for determination of gel content and swell ratio of crosslinked ethylene plastics*

3 Terms and definitions

For the purposes of this document, the terms and definitions given in IEC TS 61836 and the following apply.

ISO and IEC maintain terminological databases for use in standardization at the following addresses:

- IEC Electropedia: available at http://www.electropedia.org/
- ISO Online browsing platform: available at http://www.iso.org/obp

NOTE Calculations related to these definitions are given in 5.5.

3.1
degree of cure
G
unitless parameter that characterizes the extent of cross-linking within EVA

Note 1 to entry: Unlike the cross-link density, which is a physical quantity defined by the theory of rubber elasticity, the degree of cure in a polymer may be assessed by any experimental method that distinguishes partially cured specimens with respect to one another or with respect to a reference material. The degree of cure can be correlated to the gel content, which is the mass percentage of insoluble material (assumed to be cross-linked) within the specimen.

3.2
heat flow
Q
thermal flux across a specified area in the direction of a temperature gradient, W

Note 1 to entry: The specific heat flow, q, is defined as the thermal flux per unit mass of the specimen, W g^{-1}.

3.3
differential scanning calorimetry
DSC
thermoanalytical technique described in ISO 11357-1, in which the difference in the amount of heat flow required to change the temperature of a material specimen and a reference is measured as a function of temperature or time

Note 1 to entry: Both the specimen and reference are maintained at nearly the same temperature during DSC characterization. DSC may be applied to quantify the amount of heat generated or absorbed during the processing (curing) of EVA. The effects of cross-linking, which occur from changes in the molecular structure of the EVA, may also be examined using DSC at the phase transitions (glass transition, melting point, and crystallization temperature). The determination of the phase transition temperatures is described in ISO 11357-2 and ISO 11357-3.

3.4
differential scanning calorimeter
instrument used to measure the heat flow difference between the test crucible (containing the specimen) and reference (typically empty) crucible

3.5
gel content
percentage of mass content of polymer insoluble in a specified solvent after extraction according to the specified test conditions

Note 1 to entry: The gel is typically composed of insoluble cross-linked material.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

3.6
degree of cure
G_i
<indentation method> parameter that correlates with the extent of cross-linking within the EVA using the indentation method

Note 1 to entry: Unit: dimensionless.

4 Principle

The degree of cure of EVA may be quickly inferred using a "secondary method", such as differential scanning calorimetry (DSC, ISO 11357-1), described in Clause 5. Established alternative secondary methods, as identified in Annex A, or specialized equipment may also be used directly for the purpose of manufacturing and quality control. When the results of the secondary method are to be compared between different institutions, they shall be calibrated using a slower, more universal "primary" method, the gel content test as described in Clause 6, similar to the procedures described in ISO 6427, ISO 10147 and ASTM D2765. The primary method may also be applied for research and development when the results of the secondary method are to be compared between formulations of EVA. A test procedure for the primary method is described in Clause 6. The results of the primary or secondary methods may be correlated to the module qualification tests (IEC 61215 series) or additional field durability data to identify the minimum degree of cure necessary. Examples correlating between the secondary and primary methods may be found in the bibliography of Annex A.

The DSC measurements for EVA may be interpreted based on the enthalpy of the cross-linking reaction or the characteristics of the melt/freeze transition as described in 5.5. Because the melt/freeze transition does not depend on the concentration of residual peroxide, the DSC melt/freeze method may be applied to specimens obtained from fielded modules. Limitations of the primary and secondary methods are discussed in Annex A.

5 DSC secondary method

5.1 Instrument and equipment for the secondary method

5.1.1 General

References for the application of the DSC method are provided in Annex A.

5.1.2 Electronic balance

The micro balance should have a measurement resolution of at least 0,01 mg, and a maximum range of at least 20 mg.

5.1.3 Differential scanning calorimeter

5.1.3.1 The calorimeter should have a temperature accuracy of at least ±0,1 °C, temperature precision of at least 0,01 °C, calorimetric accuracy of at least ±0,5 % (or 0,2 mW), calorimetric sensitivity of at least 2 μW, and calorimetric repeatability of at least ±0,5 %.

5.1.3.2 The oven heating/cooling rate should be adjustable between 5 °C min^{-1} and 30 °C min^{-1} measured with a thermometric accuracy of at least ±0,1 °C min^{-1}.

5.1.3.3 The baseline drift (absolute value of signal change between the two integration limit, for an empty cell) should be less than 50 μW, for the temperature range from –50 °C to 250 °C.

5.1.3.4 The baseline curvature (the biggest deviation from the integration baseline) should be less than 50 μW, for the temperature range from –50 °C to 250 °C.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

5.1.4 Instrument calibration

The instrument should be calibrated routinely according to the instrument manufacturer's specification, using the instrument supplier's recommended calibration methods. Accuracy calibration should be performed using standard substances, for example, indium or tin, as the temperature and heat-flow verification material. Sapphire may be used to quantify the baseline (curvature) of the instrument drift. The instrument should specifically be recalibrated if the test rate, type of pan, or test atmosphere has been changed before DSC measurements.

NOTE The importance, performance, and considerations related to DSC instrument calibration are described further in D. Chen, A. Green, D. Dollimore, "DSC: the Importance of Baseline Calibration", Thermochimica Acta, 284 (2), 1996, 429–433.

5.2 Specimen preparation for the secondary method

5.2.1 Sampling and storage

5.2.1.1 Because the results for the secondary method may depend on the make of EVA, test results may only be directly compared for the same formulation of EVA. Therefore, test specimens should come from the same manufacturer(s) ~~and fabrication batch~~ for the same fabrication lay-up configuration (backsheet/EVA combination). Changes in the encapsulant that affect the curing process, including but not limited to a change of the material supplier, would require validating the correlation between $G_{\%}$ and the degree of cure. For example, if the percentage vinyl acetate content in the EVA resin changes, a new correlation between $G_{\%}$ and the degree of cure (from a secondary method) should be obtained because the percentage vinyl acetate content is known to significantly affect the viscoelastic-dependent cure characteristics of the encapsulant.

5.2.1.2 Additional experimentation shall be performed using uncured EVA to establish a baseline for the uncured state (for both the DSC residual enthalpy and melt/freeze methods) and a previously cured ("maximum cured") EVA used to establish a baseline for the final cured state (for the melt/freeze method).

If the experiment is intended to monitor a production process, the "maximum cured" samples should be taken from a laminated module or test sample subjected to the thermal history used in lamination. If the experiment is intended to monitor the complete consumption of peroxide (which often does not occur during the lamination of a PV module), additional processing (time or temperature) may be required.

5.2.1.3 Operators should wear clean gloves when preparing and handling samples.

5.2.1.4 When storage is required, the EVA should be packaged in a marked, sealed bag for later use.

5.2.1.5 Specimens should be kept dry (stored at below 50 % relative humidity), maintained at ambient temperature, and not exposed to light.

It is recommended to verify that the results of the secondary method do not change with storage time.

5.2.2 Preparation procedures

5.2.2.1 Weigh the empty specimen crucible and empty reference crucibles.

The use of aluminium crucibles is recommended for use with EVA.

5.2.2.2 Prepare EVA specimens 5 mg to 9 mg in size (or of a size recommended by the DSC instrument manufacturer), obtained from a single sheet of material. The accuracy of the measurement of the specimen mass should be at least 1 %.

5.2.2.3 A minimum of 2 samples shall be used from each roll of EVA for process control.

5.2.2.4 Place each specimen in a separate crucible, and seal the crucible with a lid.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

A non-hermetic aluminium crucible meets the requirement for this test.

The final geometry, specifically the flatness of bottom surface of the crucible, can affect its thermal contact to the instrument, which is critical to the measurement. If the crucible geometry is compromised during preparation, the specimen should be discarded.

If the specimen or lid is not well seated relative to the crucible, it will affect the measurement, and the specimen should be discarded.

5.2.2.5 Record the measured mass of each specimen and its crucible.

5.3 Test requirements for the secondary method

5.3.1 Environment requirements

The recommended laboratory environment of (25 ± 2) °C and the relative humidity of (50 ± 5) % shall be used, as in ISO 291.

DSC tests should be performed using a dry inert carrier gas, such as nitrogen, in the DSC instrument. The gas flow rate shall be specified by the user, for example, (50 ± 5) ml·min^{-1}. The purity of gas should be at least 99,99 %.

5.3.2 Parameter settings (residual enthalpy method)

The following test parameters are recommended for use during the DSC residual enthalpy method:

Data acquisition rate: 5 Hz (0,2 s·point^{-1});

Initial temperature: 25 °C;

End temperature: 225 °C;

Heating rate: 10 °C·min^{-1}.

The completion of the peroxide reaction may be verified using a second thermal cycle (cool to 25 °C and reheat to 225 °C). The residual enthalpy for maximum cured EVA should be < 0,1 J·g^{-1} during this second thermal cycle.

5.3.3 Parameter settings (melt/freeze method)

The following test procedure is recommended for use during the DSC melt/freeze method:

Data acquisition rate: 5 Hz (0,2 s·point^{-1});

Initial temperature: 25 °C;

Heat to 100 °C at the rate of 10 °C·min^{-1};

Cool to –20 °C at the rate of 10 °C·min^{-1}.

Care should be taken to ensure that the heating used to melt the specimen and erase structure-related effects is limited to temperatures less than that capable of activating the peroxide. If a reaction is evident in the data profile for heating, a temperature less than 100 °C should be used.

5.3.4 Parameter settings (combined enthalpy and melt/freeze method)

The following test procedure (with no dwell time occurring between the separate steps) is recommended for performing the DSC enthalpy and melt/freeze characterization on the same specimen, in a single test:

Data acquisition rate: 5 Hz (0,2 s·point^{-1});

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

Initial temperature: 25 °C;

Heat to 100 °C at the rate of 10 °C·min^{-1};

Cool to –20 °C at the rate of 10 °C·min^{-1};

Heat to 225 °C at the rate of 10 °C·min^{-1}.

Additional data obtained after cooling from 225 °C, can be used for the "maximum cured" reference specimen required for the DSC melt/freeze method. To make use of the combined DSC method to also obtain data for the maximum cured reference specimen, cooling should be carried out to –20 °C at the rate of 10 °C·min^{-1}, so that the freeze transition is accurately characterized after thoroughly curing the test specimen in the calorimeter. If the maximum cured reference specimen is measured after the combined DSC characterization of a set of EVA specimens, the specimens with the greatest previous thermal history (temperature and time) should be used, to ensure that the EVA is thoroughly cured.

5.4 Test procedure for the secondary method

5.4.1 The DSC tests shall be carried out as follows.

5.4.2 The test parameters in 5.3.2 shall be used for the DSC residual enthalpy method; the test parameters in 5.3.3 shall be used for the DSC melt/freeze method; or the test parameters in 5.3.4 shall be used for the combined DSC residual enthalpy and melt/freeze methods.

5.4.3 Confirm the furnace (flange) temperature for the calorimeter is in a safe temperature range, and open the lid.

5.4.4 Place the specimen crucible and the empty reference crucible in the oven, and close the lid.

5.4.5 Specify the mass of the specimen and reference crucible to the calorimeter and initiate the test. An isothermal hold at the endpoints of the test segments within the method (i.e., initial, hot, or cold temperatures) shall not be used for the residual enthalpy, melt/freeze, or combined methods. In order to obtain the most consistent results, it is recommended to use the same test method (residual enthalpy, melt/freeze, or combined) for the purpose of process control or other sample comparison.

5.4.6 Remove the crucibles from the calorimeter at the end of test.

It is suggested that the specimen(s) be weighed after the test, which may be compared to the initial mass to verify the integrity of the crucible. The final weights of the specimen(s) may also be used to confirm the specimen identity.

5.4.7 Record test data, and calculate the degree of cure according to the method in 5.5.

5.5 Calculation and expression of the results for the secondary method

5.5.1 Enthalpy method

The degree of cure for the DSC residual enthalpy method shall be calculated using Formula (1):

$$G_e = \frac{h_u - h_t}{h_u} 100 \quad (1)$$

In the formula, G_e represents the degree of cure for the enthalpy method, %; h_u, the measured specific enthalpy of EVA of an uncured reference specimen, $J \cdot kg^{-1}$; and h_t, the measured specific enthalpy of EVA of the test specimen, $J \cdot kg^{-1}$.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

The specific enthalpy shall be determined using the instrument software from the integral of the measured heat flow, using the limits of integration from 100 °C to 200 °C for the specified heating rate. The specific enthalpy for the test specimen may include multiple peaks within the bounds of integration.

An example result is shown in Figure 1, where an offset has been added to q to distinguish the test and reference data profiles. As in Figure 1, the degree of cure, G_e, for the test specimen in the figure is 87,6 %.

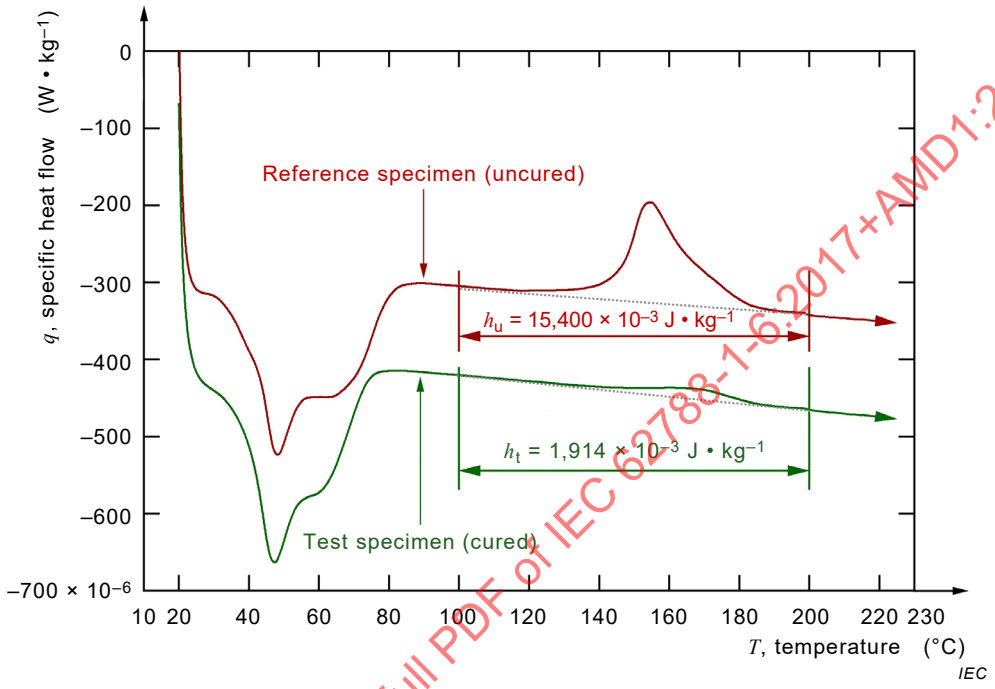


Figure 1 – Example result for the DSC residual enthalpy method

The data profiles (with an offset added to the specific heat flow to distinguish the data) are shown for a cured test specimen and an uncured reference specimen.

The presence of contamination (from backsheet or other materials) may be verified from the data profile. Contamination will result in unexpected peaks within the data profile, which should be noted in the test report.

5.5.2 Melt/freeze method

5.5.2.1 Determination of the degree of cure

The analysis for the DSC melt/freeze method considers three parameters within the measured data: the maximum of the crystallization (freeze) temperature, the extrapolated onset of the crystallization temperature, and the concavity of the data profile below the crystallization temperature (assessed using a quantitative shape factor). The DSC melt/freeze method may be applied to any EVA specimen, regardless of its thermal history (including EVA from fielded modules), to quantify its degree of cure. The degree of cure for the DSC melt/freeze method shall be calculated from Formulas (2) to (5):

$$G_a = \left(\frac{G_c + G_o + G_{SF}}{3} \right) \quad (2)$$

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

$$G_c = \frac{T_{c,u} - T_{c,t}}{T_{c,u} - T_{c,m}} 100 \quad (3)$$

$$G_o = \frac{T_{o,u} - T_{o,t}}{T_{o,u} - T_{o,m}} 100 \quad (4)$$

$$G_{S,F} = \frac{SF_u - SF_t}{SF_u - SF_m} 100 \quad (5)$$

In the formulas, G_a represents the average value for the degree of cure from the DSC melt/freeze method, %; G_c represents the degree of cure determined for the change in the maximum of the crystallization temperature, %; G_o represents the degree of cure determined for the change in the temperature extrapolated at the onset of the crystallization, %; and G_{SF} represents the degree of cure determined for the change in the concavity of the data profile below the crystallization temperature, %. In the formulas, the subscript –a refers to the average (numerical mean); –c, the maximum crystallization temperature; –o, the extrapolated temperature at the onset of the crystallization; –*SF*, the concavity of the data profile below the crystallization temperature (evaluated using a shape factor –See 5.5.2.2); –t, the cured test specimen; –m, the previously laminated ("maximum cured") reference EVA specimen; and –u, a reference EVA specimen with no prior thermal history ("uncured").

Figure 2 shows an example, where the applicable temperatures (T_c and T_o) and temperature range for the shape factor are identified in the figure for the test specimen. The data is shown for specimens of the same EVA formulation, so that the effects of the curing process are evident. An offset has been added to q to distinguish the test and reference (uncured and maximum cured) data profiles.

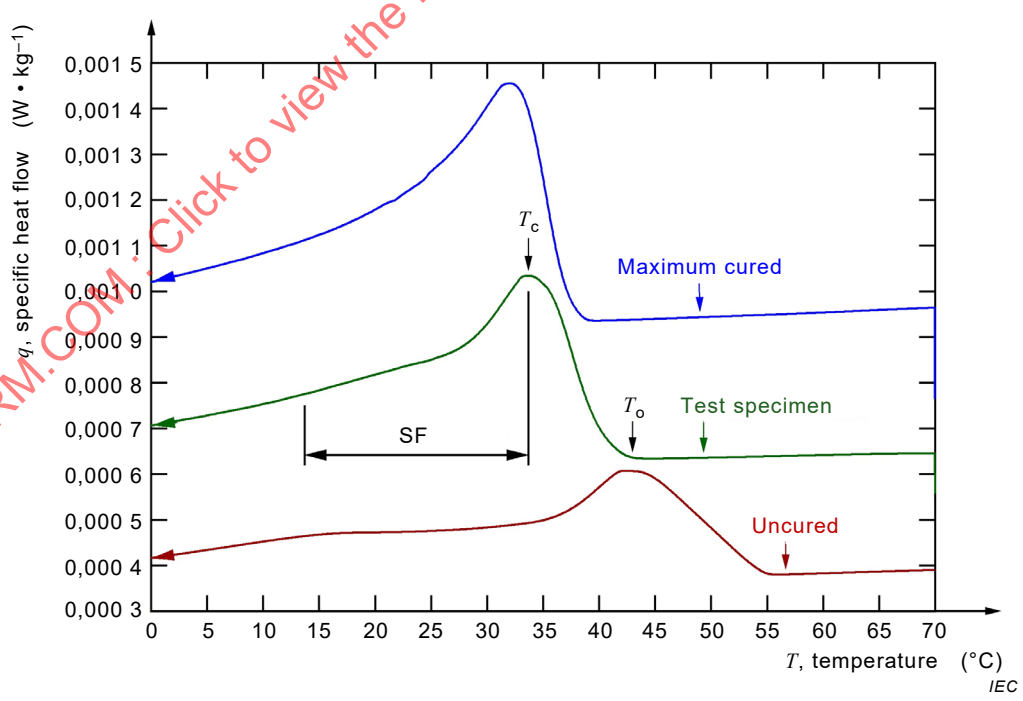


Figure 2 – Location of temperatures and temperature ranges used in the melt/freeze DSC method

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

The data profiles (with an offset added to the specific heat flow to distinguish the data) are shown for test and reference specimens.

The results shown in Figure 2 are summarized in Table 1. The values, determined from Formulas (2) to (5), are provided as an example. Table 1 formally demonstrates the required data (temperature and shape factor values) and corresponding results for the DSC melt/freeze method.

Table 1 – Summary of the results for the example measurements shown in Figure 2

	SPECIMEN	T_c °C	T_o °C	SF %
MEASUREMENTS	n, uncured reference	42,3	54,4	79,9
	f, maximum cured reference	32,0	37,2	63,7
	t, test	33,7	40,3	66,4
	G_a %	G_c %	G_o %	G_{SF} %
RESULTS	83,0	83,4	82,4	83,1

For software equipped DSC instruments, an integration algorithm may be used to automatically determine T_c and T_o. The choice of the upper-limit and lower-limit bounds for the integration operation can, however, affect the T_c and T_o values. To achieve repeatable results, it is recommended that the user check for repeatability of the T_c and T_o values given by the software, which can be done by manually varying the limits for the integration. The following steps, which should apply for a broad variety of EVA specimens, are recommended for the automated determination of T_c and T_o.

i) The upper-limit temperature (T_{ul}, °C) shall be fixed by taking the approximate T_c value (based on visual inspection of the measured thermogram), and adding 15 °C, as shown in Figure 3. T_{ul} should fall within the flat region in the thermogram that precedes the crystallization peak during cooling. After the integration analysis, T_{ul}, should be greater than, but located near T_o.

ii) Once T_{ul}, has been assigned, the lower-limit temperature bound (T_{ll}, °C) may be determined by using the software to draw a horizontal line from T_{ul} down to the temperature intersecting the data profile in the thermogram, Figure 3. For EVA, T_{ll} will typically fall in the range from –20 °C to –10 °C.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

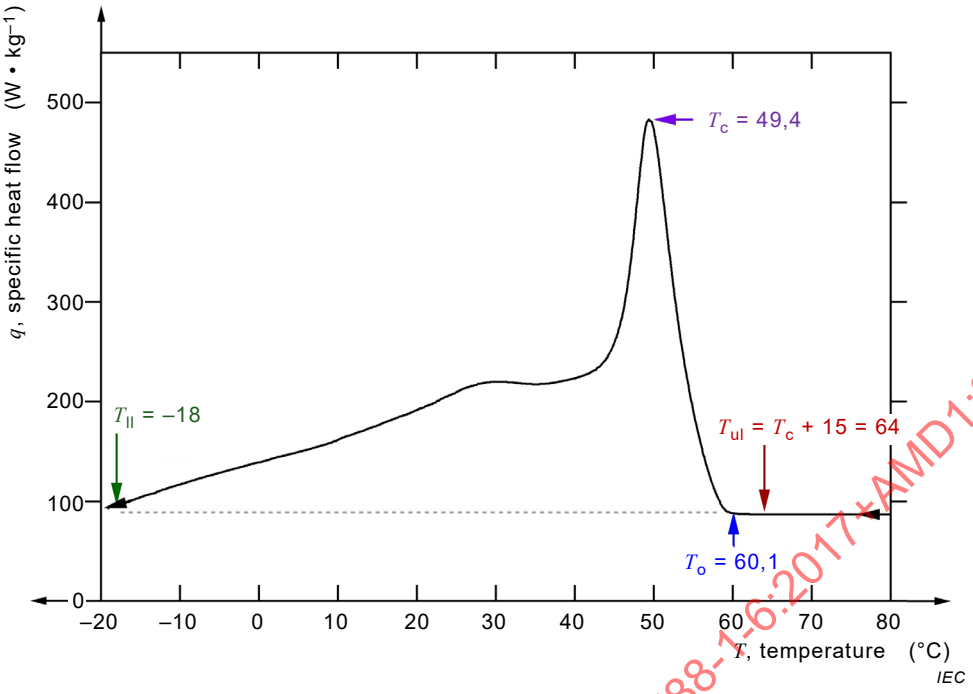


Figure 3 – Example of the temperature bounds applied for an automated software integration algorithm

5.5.2.2 Determination of the concavity

5.5.2.2.1 The empirical shape factor, characterizing the concavity of the crystallization peak shall be calculated using the following algorithm.

Select all (T, Q) data points between T_c and (T_c – 20 °C).

5.5.2.2.2 Calculate the inverse heat flow, Q^{-1}, for all data points.

5.5.2.2.3 Calculate the product, $T \cdot Q^{-1}$, for all data points.

5.5.2.2.4 Identify the coordinates, $[T, T \cdot Q^{-1}]$max, for which the product reaches a maximum.

5.5.2.2.5 Calculate the shape factor from Formula (6):

$$SF = \frac{\left[T \cdot Q^{-1}\right]_{\max}}{T_c \cdot \left[Q^{-1}\right]_{Tc-20}} 100 \qquad (6)$$

Either the heat flow, Q, or specific heat flow, q, may be used in the concavity analysis.

Figure 4 shows an example of the determination of the shape factor. The measurement profile from the DSC instrument for an EVA test specimen is shown at the top of the figure. The determination of the shape factor is performed from the analysis in 5.5.2.2.1. The region of examination of the shape factor (SF) is identified in both parts of the figure. The maximum of the product of T and Q^{-1}, $[T \cdot Q^{-1}]_{max}$, is labelled in the bottom of the figure, along with: the temperature at $[T \cdot Q^{-1}]_{max}$, $T_{[T \cdot Q]max}$; the inverse heat flow at $T_{[T \cdot Q]max}$, $Q^{-1}{}_{[T \cdot Q]max}$; the maximum crystallization temperature, T_c; and the inverse heat flow at (T_c – 20 °C), $Q^{-1}{}_{T_c - 20}$. The shape factor of 66,9 % is determined for $T_{[T \cdot Q]max}$ = 27,4 °C, $Q^{-1}{}_{[T \cdot Q]max}$ = 0,336 mW^{-1}, T_c = 32,1 °C, and $Q^{-1}{}_{Tc-20}$ = 0,429 mW^{-1}.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

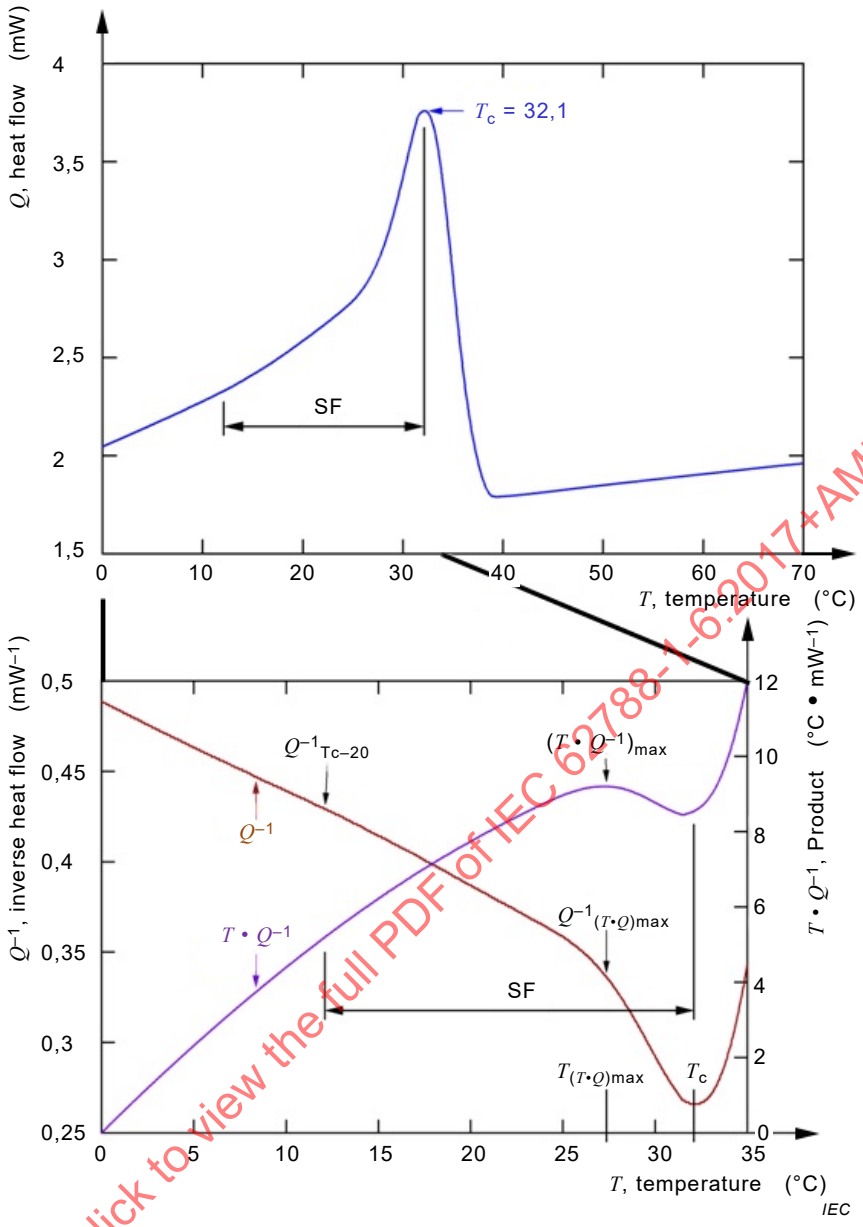


Figure 4 – Representation of the measurement profile for an EVA test specimen

5.6 Uncertainty of measurements for the secondary method

When multiple specimens are examined from the same encapsulation sample or module fabrication batch, the uncertainty of measurements for DSC should be reported for a 95 % confidence interval.

6 The primary method

6.1 Principle for the primary method

The results from the DSC residual enthalpy and melt/freeze methods may vary according to the formulation (additives present), molecular weight (M_w) or vinyl acetate content (VaC) of the EVA. The DSC residual enthalpy method could also readily vary with the type and concentration of peroxide originally present in the EVA. A more absolute method of assessing the degree of cure is desired, because the DSC methods provide "secondary" results, i.e., the results depend on the make of EVA examined. The method of "gel content analysis" also characterizes the degree of cure, providing results that may be interpreted more universally. To clarify the gel content

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

method does not measure the degree of cure directly, but is used to infer the degree of cure based on the solubility of the material that is not cross linked. The gel content test may be applied to any EVA specimen, regardless of its thermal history (including EVA from fielded modules), to quantify its degree of cure. Some of the limitations for the primary method for the gel content test, described in Annex A, are addressed by the standardized test procedure for the primary method.

6.2 Instrument and equipment for the primary method

6.2.1 Electronic balance

An electronic balance shall be used with a measurement accuracy ≤ 1 mg.

6.2.2 Soxhlet extractor

A Soxhlet or similar (*e.g.*, Kumagawa) extractor [1] shall be used for the gel content measurements. To prevent the risk of explosion of a closed system, the condenser for the extractor may use a pinhole or pressure relief device. The distillation path of the extractor (containing the thimble) shall be cleaned prior to use to improve the accuracy of the measurement, i.e., to remove EVA condensed from a prior test or to prevent contamination with other chemicals. It is recommended to use PTFE sleeves for all ground joints in the apparatus, for example to avoid the inadvertent dissolution of joint grease.

NOTE The use of a closed loop extractor system and thimble improves the accuracy of measurement over a flask/reflux condenser as in ISO 10147 and ASTM D2765 or sealed bottle as is sometimes used in the industry. The use of a Soxhlet extractor is identified here to provide the greatest accuracy, when the gel content test is used to calibrate the DSC methods. The procedure here does not prohibit the use of other apparatuses or established methods, such as a pressure relieved jar, if the gel content test is used for other purposes, for example, supplemental inspection of encapsulation, for process control or inspection of incoming goods in mass production.

6.2.3 Thimble

A standard single thickness thimble with a wall thickness of approximately 1 mm (10,0 μm nominal particle retention) shall be used to contain the specimen within the distillation path. An alpha cellulose cotton linter or glass fibre thimble may be used. For cellulose thimbles, the manufacturer's recommended operating temperature range should be consistent with the Soxhlet extraction process (140 °C for xylenes). The specimen may also be placed inside a stainless steel screen bag or pouch that is placed within the thimble.

6.2.4 Heating apparatus

A hot plate, heating mantle, or similar apparatus shall be used to control the temperature of the still pot. If a hot plate is used, the still pot may be situated within a heated container containing a liquid, such as silicone or mineral oil. Electronic stirring capability in addition to the heating apparatus may be used to maintain a uniform temperature within the still pot of the extractor and prevent it from boiling over. Alternatively, boiling chips may be added to the still pot to prevent boiling over.

For safety, it is preferred to monitor and regulate the temperature of the heating apparatus as close to the still pot as is practical. For example, if a heated container is used, the temperature should be examined within the heated liquid and not at the hot plate.

At the end of the experiment, the same hot plate may be used to dry the specimen. Alternatively, a vented or vacuum oven may be used to dry the specimen. The accuracy of temperature measurement for the inside of an oven shall be at least ±1 °C.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

[1] This information is given for the convenience of users of this document and does not constitute an endorsement by IEC of these products.

6.2.5 Handling apparatus

Tweezers, tongs, or similar devices shall be used to handle the prepared specimens or thimble. Metallic tweezers with no polymeric coating shall be used to prevent spurious contamination of the extractor.

6.2.6 Solvent

Reagent grade xylene (mixed, CAS 1330-20-7, containing the meta-, ortho- and para-isomers) shall be used as the solvent for the gel content test. The solvent shall be replaced prior to each characterization to ensure accurate results.

An antioxidant shall be added (2 % wt. of the EVA) to the thimble to prevent further cross-linking of the specimen and improve the longevity of the solvent. Antioxidants used in EVA solvent extraction include: 2,6 di-tert-butyl-4-methylphenol (butylated hydroxytoluene, "BHT", CAS 128-37-0); pentaerythritol tetrakis(3-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)propionate) (e.g., Irganox ®1010, CAS 6683-19-8); octadecyl-3-(3,5-di-tert.butyl-4-hydroxyphenyl)-propionate (e.g., Irganox ®1076, CAS 2082-79-3); 2,2-methylene-bis(4-methyl-6-tert-butylphenol), CAS 119-47-1; or 3-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl), CAS 20170-32-5.

Solvents other than xylenes, such as toluene or tetrahydrofuran (THF), are sometimes used in the literature to study the degree of cure of EVA. When used with a Soxhlet extractor, these solvents would inherently have a different operating temperature (boiling point) and may require different extraction times. When comparing data between institutions, a correlation is required to interpret the results relative to the primary method when solvents (or procedures) other than that described in Clause 6 (using xylenes) are used.

6.3 Specimen preparation for the primary method

6.3.1 Sampling and storage

6.3.1.1 To reduce the variability associated with different formulations of EVA, test specimens for the primary should come from the same manufacturer and fabrication batch of EVA examined using the secondary method.

6.3.1.2 Operators should wear clean gloves when preparing and handling samples.

6.3.1.3 When storage is required, the EVA should be packaged in a marked, sealed bag for later use.

6.3.1.4 Specimens should be kept dry (stored at below 50 % relative humidity), maintained at ambient temperature, and not exposed to light.

It is recommended to verify the results of the primary method do not change with storage time.

6.3.1.5 A minimum of 2 samples shall be used from a roll of EVA to compare with the secondary method.

6.3.2 Preparation procedures

6.3.2.1 The thimble should be baked at (110 ± 2,5) °C for 2 h to remove moisture, and then cooled to ambient temperature in a dessicator to prevent moisture absorption.

6.3.2.2 Record the mass of the empty thimble, m_t.

6.3.2.3 Prepare EVA specimens of the nominal size (1 ± 0,5) g. If possible, specimens shall be obtained from a single sheet of material. The accuracy of the measurement of the recorded specimen mass, m_i, should be within 1 %. The specimen may be cut to smaller pieces to assist in fitting in the thimble or preventing it from swelling and escaping the thimble during extraction.

NOTE One gram of 0,45 mm thick EVA sheet will be approximately 4,7 cm × 4,7 cm in size.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

6.4 Test requirements for the primary method – Environment requirements

As in ISO 291, the recommended laboratory environment is: (25 ± 2) °C and the relative humidity of (50 ± 5) %.

6.5 Test procedure for the primary method

6.5.1 The gel content test shall be carried out as follows.

6.5.2 Use a handling apparatus to place the specimen in the thimble, and then place the thimble within the distillation path of the extractor.

6.5.3 Fill the still pot of the extractor with at least 4 to 5 times the nominal volume of the extractor chamber of xylene and assemble it to the extractor. The volume of solvent in the still pot shall run between 1/3 and 2/3 the nominal volume of the still pot during the test.

6.5.4 The combination of the still pot size and heating power shall be chosen such that the extraction is performed for ≥ 15 cycles per hour.

6.5.5 Maintain the still pot at the test temperature for at least 8 h. For specimens with expected gel content below 70 %, the minimum test time of 12 hours is recommended.

6.5.6 Remove the thimble and specimen from the extractor and place them in a secondary container such as a funnel or beaker.

6.5.7 Place the secondary container in/on a heating apparatus, maintained at (115 ± 2,5) °C.

6.5.8 Dry the secondary container (with the specimen and thimble) to constant weight at the drying temperature for at least 4 h.

6.5.9 Remove the thimble and specimen from the secondary container, allow them to cool to room temperature, and record their combined final mass. The thimble containing the specimen should be cooled in a desiccator to prevent moisture absorption.

It is recommended to verify that the results do not change with time, i.e. that the extraction in 6.5.5 and the drying performed in 6.5.8 is complete.

6.6 Calculation and expression of the results for the primary method

The gel content shall be calculated using Formula (7):

$$G_{\%} = \frac{m_{\mathrm{f}} - m_{\mathrm{t}}}{m_{\mathrm{i}}} 100 \tag{7}$$

In the formula, $G_{\%}$ represents the cross-linked gel content, %; m_{f}, the final combined mass of the thimble and encapsulation specimen after drying, g; m_{t}, the initial mass of the thimble before extraction, g; and m_{i}, the initial mass of the encapsulation specimen before extraction.

7 Test report

A report of the tests including at least the following information shall be prepared. The report should contain the detail specification for the specimens.

a) a title;

b) name and address of the test laboratory and location where the tests were carried out;

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

c) unique identification of the certification or report and of each page;

d) name and address of client, where appropriate;

e) description and identification of the item tested, including the specimen size;

f) characterization and condition of the test item;

g) date of receipt of test item and date(s) of test, where appropriate;

h) identification of test method used and test instrument and other equipment used, including the laminator and the temperature, pressure, and time settings used, when applicable. In the case of the indentation secondary method (per correlation or usual use of method), the test temperature, tip material, tip geometry, and tip size, maximum indentation load, maximum indentation depth, and frequency of modulation (if applicable) shall also be reported;

i) reference to sampling procedure, where relevant, including the number of tests per specimen;

j) any deviations from, additions to, or exclusions from, the test method and any other information relevant to a specific test, such as environmental conditions, gas content and flow rate to the oven;

k) measurements (associated and their uncertainty), examinations and derived results supported by tables, graphs, sketches and photographs as appropriate including degree of cure, specimen mass, measured enthalpy, graphs of the enthalpy/temperature data, graphs of the crystallization peaks, and gel content;

l) a statement of the estimated uncertainty of the test results (where relevant);

m) a signature and title, or equivalent identification of the person(s) accepting responsibility for the content of the certificate or report, and the date of issue;

n) where relevant, a statement to the effect that the results relate only to the items tested;

o) a statement that the certificate or report should not be reproduced except in full, without the written approval of the laboratory.

8 Indentation secondary method

8.1 General

An alternative secondary method, using indentation to characterize the degree of cure of EVA, has emerged from the PV industry. The method is presently being used by module manufacturers and has been demonstrated in in-line application. A general description of the principle, related equipment, and use of the method is given herein.

G_i is obtained using an indentation instrument, where the result may follow from the analysis of the applied load, penetration depth, use of a modulated applied load (such as harmonic stiffness, storage modulus, loss modulus, or tan[δ]), and/or the specimen viscoelastic response (including the relaxation or recovery response). G_i may be obtained from a more complicated dimensionless fit, including a fit applied to the specimen's viscoelastic response (e.g., using a Maxwell model) or a combination of characteristics monitored during indentation. G_i may be obtained from a dimensionless fit of the response of the specimen (for example

$$G_i = \frac{C_t - C_n}{C_m - C_n}$$

where

C is the characteristic of interest,

C_t is the test specimen;

C_m is the reference specimen with the greatest thermal history (“maximum correlated”, e.g., most-cross-linked); and

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

C_n is the reference specimen with minimal or no thermal history (“minimum correlated”, i.e., not-laminated or not-cured).

NOTE A suitable apparatus is supplied by LayTec AG[2] in Germany. For this presently available commercial equipment, G_i can range from 0,3 to 2,5..

The terminology and definitions related to dynamic indentation, including harmonic stiffness, storage modulus, loss modulus may be found in ISO 14577-1. The terminology and definitions related to tan[δ] may be found in ISO 6721-1.

8.2 Principle

The indentation method probes the mechanical response (viscoelastic characteristics) of cured EVA layers, which change due to the cross-linking of the EVA during the curing process. In the method, a probe tip (connected to a force transducer) is pressed against the flexible back-sheet affecting the EVA. The corresponding reaction force acting on the tip during indentation and subsequent relaxation is recorded by the force transducer and analyzed, giving a figure of merit (G_i) describing the viscoelastic properties of the material. The principle of the indentation method is described in the related references in the bibliography.

A correlation between the degree of cure and the gel content can be established by a series of measurements on samples, each with a different degree of cure. Indentation can thus be used as a secondary method to quantify the degree of cure. To enable more widespread comparison, the same set of sample materials shall be characterized using the gel content method (Clause 6 of IEC 62788-1-6) after indentation to establish a correlation between gel content and the degree of cure. The indentation method is valid for the specific combination of EVA and back-sheet examined.

This test procedure may also be applied to cross-linking ethylenic co-polymers other than EVA. The maximum tip displacement, maximum applied load, and temperatures identified for the indentation measurements in this procedure have been optimized for EVA. For other materials, the optimum temperature depends on the stack of materials subject to indentation, including the encapsulant and backsheet.

The method and instrumentation is designed for non-destructive examination of PV modules with a flexible back-sheet for the purpose of manufacturing process control. The method may not be applied to modules with a glass/glass laminated construction. The indentation method may be used for quality control in production lines. The variation of the method (one standard deviation) is typically ≤ ±3 % (see Kunath et al.).

8.3 Instrument and equipment for the indentation method

Equivalent instruments that contain the following components and can be shown to provide repeatability and reproducibility of ≤ ±5 % for two standard deviations for correlation of G_i as defined in Section 3.6 may be used.

The instrument consists of:

– a rigid probe;
– a force transducer connected to the probe, measuring the reaction force acting on the probe during indentation;
– a temperature regulation system, to maintain the test specimen (module) at a designated temperature;
– a mechanically rigid linear stage that may be used to move the probe and force transducer for site-specific indentation.

2 This information is given for the convenience of users of this International Standard and does not constitute an endorsement by IEC of the product named.

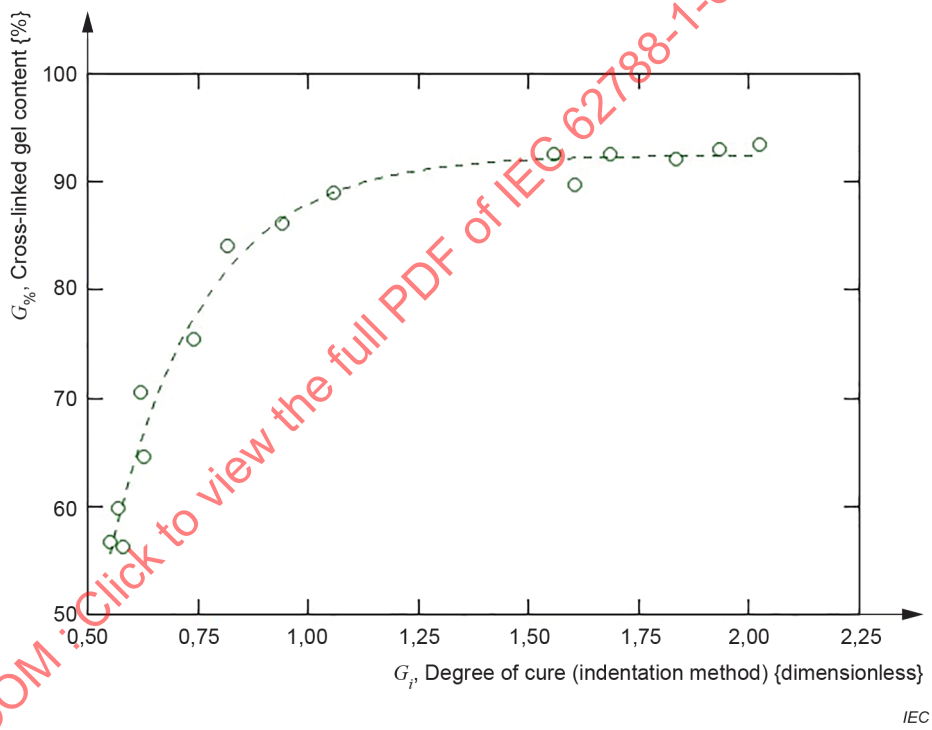
IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

8.4 Instrument calibration

The tip, force transducer, and temperature regulation system shall be verified and calibrated regularly according to the specifications of the equipment vendor.

8.5 Correlation of the degree of cure

For EVA, to establish a correlation between the figure of merit (G_i) given by the instrument and the gel content, a set of specimens with different cross-linked gel content ($G_{\%}$) including the range of the manufacturer's specification limits (e.g., between 70 % and 93 %) shall be used. Specimens for correlation, usually prepared by varying the lamination time or temperature, shall first be examined using the indentation tester. The correlation specimens shall be subsequently analysed using the gel content method (Clause 6 of IEC 62788-1-6) so that an empirical correlation (best fit or series of best fits through the range of correlation) between $G_{\%}$ and G_i is established. Figure 5 (similar to Lux et al.) shows an example of a correlation for an EVA material. The figure shows an example of correlation data for a single material rather than the application of indentation to multiple module specimens, therefore no error bars are given. Because of the nonlinear nature of the curing process, the results of the secondary methods (including indentation) should not be extrapolated beyond the range of $G_{\%}$ and G_i of the correlation specimens.



An example of the empirical correlation (dashed line for a first order exponential fit) is shown for the correlation data (circles) for a representative combination of encapsulant and backsheet.

Figure 5 – Example of the correlation applied between G_i (indentation) and $G_{\%}$ (gel content)

8.6 Specimen preparation for the indentation method

The indentation method does not require sample specific preparation. Test specimens may consist of full-size modules or mini-modules. Specimens shall be placed in the test device with the backsheet-side facing the probe tip. Measurements shall only be conducted at locations within the specimen where just a cell is present (i.e., not between cells or at a location where the interconnect ribbon is present) and at least 10 mm away from the edge of a cell. The measurement locations should be clean and without defects or damage in the specimen materials.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

If measurements are performed for the purpose of correlation between $G_{\%}$ and G_i, subsequent preparation requirements for the gel content method may apply.

8.7 Test procedure for the indentation method

A module specimen is placed under the indentation test probe, with both the specimen and probe being held rigidly in place. The specimen is heated to a temperature above the melt transition temperature of the encapsulant (for example, within the range of 85 °C and 95 °C for EVA) and maintained constant at the designated temperature ±1 °C for all measurements. For example, heating can be achieved from below with a heater, such as a halogen light source that irradiates the front (glass side) of the PV module. When the designated test temperature is achieved and stabilized, the probe is pressed into the backsheet/encapsulant stack and the measurement is performed. For contemporary backsheet materials laminated on EVA encapsulant, the stabilization time of at least 45 s is recommended; however, shorter stabilization times may be used if validated for indentation. For contemporary backsheet materials laminated on EVA encapsulant, the maximum indentation depth may be in the order of 120 µm and the applied load may be in the order of 15 N. The optimum measurement temperature range for crosslinking encapsulant materials other than EVA has not yet been established. If the test procedure is applied to other encapsulation materials, the range of the test temperatures may have to be adjusted.

The measurement for the indentation method gives the figure of merit, G_i, characterizing the degree of cure based on the viscoelastic response of the specimen.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

Annex A
(informative)

Limitations of the primary and secondary measurement methods

A variety of methods may be used to characterize the degree of cure of EVA, including: dynamic mechanical analysis (DMA); rheometric cure metering, gel content; swell ratio; differential scanning calorimetry (DSC, both the residual enthalpy and melt/freeze methods); indentation; vibrometry; scanning acoustic microscopy; chemical analysis (including Fourier transform infrared spectroscopy and Raman spectroscopy); mechanical elongation; and spectrophotometry, for example, haze measurement. While DMA (which among its different possible applications may refer to a parallel plate or cone/plate rheology measurement, performed in the melt state) most directly verifies the desired mechanical characteristics for EVA, the method is cumbersome. Specifically, DMA requires a relatively large volume of test material, requires careful sample preparation, is time consuming, and makes use of specialized equipment. DMA results, however, directly correlate with the molecular structure of EVA, including the cross-link density and the mean molecular weight between crosslinks within the polymer network. Rheometric metering, which may be performed using a rotary instrument, also directly examines the mechanical properties. Rheometric metering is subject to many of the same limitations as DMA, including large sample size. The other methods have limitations and requirements, as described.

Gel content is foremost a time consuming process, typically requiring 8 h to 24 h. Factors that may limit the accuracy of the test, include the multiple mass measurements (each with an associated uncertainty), and possible cross-contamination (samples are transferred in weighing/dissolving containers between ovens to perform the processes of filtering, drying, and weighing). The method furthermore makes use of heated, toxic chemicals, a potential safety hazard. Gel content specifically examines the solubility of EVA, which is presumed to be negligible for the cross-linked portion of the EVA. A hazard of the gel content test is that EVA specimens cured below a minimally cured threshold may entirely dissolve through the thimble or filter. To explain, the terminal CH_3 groups participating in cross-linking are on the order of 1 % of the available CH_3 groups, even in "maximum cured" EVA. The range of measurement from 60 % (where the thimble may trap the gel effectively) to 90 % (above which only the dissolving of additives may be detected) has been suggested for the gel content method. Separately, inadvertent curing of the specimen during the test would compromise the results. This possibility is minimized in a Soxhlet extractor, because the solvent temperature will be decreased below its boiling point upon condensation; furthermore an antioxidant is added to the thimble to specifically mitigate chemical reactions, such as curing. In addition to cross-linking, solubility may be influenced by other parameters (such as crystallinity). The gel content test does not provide information regarding the cross-linked structure, for example, the average number of bonds between molecules. If correctly performed, however, gel content should correlate well with the results of rheological tests.

While the DSC methods may both be applied over a greater range of degree of cure than the gel content method, it is suggested that quantitive correlation to the gel content method be limited to the range of 60 % to 90 % gel content, based on the effectiveness of the gel content method. One practical limitation of the DSC residual enthalpy method is that it cannot be correlated to a gel content measurement until a sufficient curing (threshold) has been performed. Another limitation of DSC residual enthalpy method is that its correlation (calibration) may be unique to each formulation of EVA examined. In particularly, the results would be expected to readily vary with the type and concentration of peroxide originally present in the EVA. The DSC residual enthalpy method examines the heat of reaction for the peroxide-enabled curing of the EVA. The measurement is therefore indirect (it does not query the molecular structure) and subject to aging, for example, evaporation of the peroxide during storage. Furthermore, EVA formulations often contain additional peroxide that does not contribute to cross-linking of the EVA, but would be characterized by DSC.

One limitation of the DSC melt/freeze method is that it is subject to the characteristics of the base EVA resin. For example, variation in the molecular weight (M_w) or vinyl acetate content (VAc) could affect the results of the DSC melt/freeze method. The results of the DSC melt/freeze

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

method shall therefore be recalibrated using a primary method if base resin is changed, for example, from 33 % to 28 % VAc. For example, the degree of cure associated with the concavity will readily become reduced with VAc. The degree of cure associated with the crystallization or onset of crystallization may vary in an even more complex manner with VAc. The DSC melt/freeze method, however, provides three different estimates for the degree of cure; it is therefore recommended to apply all three estimates to determine the degree of cure from their average. The DSC melt/freeze method is a more direct measurement than the DSC residual enthalpy method, because the phase transition varies with the molecular structure of the EVA. The DSC melt/freeze method would incorporate the effects of degradation of the EVA (as opposed to degradation of the peroxide, which is examined using the DSC residual enthalpy method).

In addition to the decomposition of peroxide with time (which affects the results of the DSC residual enthalpy method), and UV facilitated cross-linking with age (which affects the results of the DSC melt/freeze method), the DSC characterization of EVA obtained fielded modules may be affected by other factors, including the other components within the PV module. Contamination or interaction with components within a module, such as cell coatings, ribbon and string surfaces, flux residues, back sheet primers, and adhesive layers, should be considered when EVA obtained from field-deployed modules is examined.

Inline measurement capability has been recently demonstrated for indentation, which may find more widespread use as an alternate secondary method. Advantages of the method include the non-destructive nature of the test, ability to use the method on product modules (rather than test coupons or scrap modules), ease of automation, and the speed of measurement (on the order of seconds). The method may also be used as a research tool to map the distribution of the degree of cure across the module.

One limitation of the indentation method is that the results are unique to the combination of encapsulant and backsheet used in the module, and therefore must be correlated against another method (such as gel content) to be interpreted. Conversely, the method cannot be used for glass/glass modules as indentation on a rigid glass outer surface would mask the deformation of and interior-located encapsulation layer. Because the mechanical response for EVA is temperature sensitive, the indentation method does require temperature control for the specimen – for example, whether the modules are measured at the same interval after lamination in the manufacturing line, after controlled temperature modulation downstream on the manufacturing line, or after reheating to a designated temperature. Like the DSC methods, the indentation method would be affected by field aging, where UV or temperature mediated crosslinking could alter the results to be different from the recently laminated condition.

Additional details and limitations of the secondary measurement techniques, when applied to the evaluation of the degree of cure of EVA, may be found in the bibliography.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

Bibliography

IEC 61215 (all parts), *Terrestrial photovoltaic (PV) modules – Design qualification and type approval*

ISO 11357-2, *Plastics – Differential scanning calorimetry (DSC) – Part 2: Determination of glass transition temperature and glass transition step height*

ISO 11357-3, *Plastics – Differential scanning calorimetry (DSC) – Part 3: Determination of temperature and enthalpy of melting and crystallization*

J.A. Reyes-Labarta, M.M. Olaya, A. Marcilla, *"DSC and TGA study of the transitions involved in the thermal treatment of binary mixtures of PE and EVA copolymer with a crosslinking agent", Polym., 47, 2006, 8194-8202*

Z. Xia, D.W. Cunningham, J.H. Wohlgemuth, *"A Non-solvent Extraction Method for Measuring Gel Content of Ethylene Vinyl Acetate", Proc. IEEE PVSC 2009, 124-126*

Heng-Yu Li, Laure-Emmanuelle Perret-Aebi, Ricardo Théron, Christophe Ballif, Yun Luo, Ronald F. M. Lange, "Towards in-line Determination of EVA Gel Content During PV Modules Lamination Processes", Proc. Euro PVSEC 2010, 4044-4046

P. Ye, A. Salomon, K. Menard, Kevin, *"EVA curing study by DSC for solar application", Proc. 68th Annual Technical Conference – ANTEC, 1, 2010, 608-610*

K. Agroui, G. Collins, J. Farenc, *"Measurement of Glass Transition Temperature of Crosslinked EVA Encapsulant by Thermal Analysis for Photovoltaic Application", Renew Energy, 2011*

M. Hidalgo, F. Medlege, M. Vite, C. Corfias-Zuccalli, P. Voarino, J. Gonzalez-Leon, *"New DSC Method for the Quality Control of PV Modules: Simple and Quick Determination of the Cross-Linking Degree of EVA Encapsulants, and Other Properties", PV Intl. J., 14, 2011, 130-140*

H.Y. Li, L.-E. Perret-Aebi, R. Théron, C. Ballif, Y. Luo, R.F.M. Lange, *"Optical Transmission as a Fast and Non-Destructive Tool for Determination of EVA Curing State in PV modules", PIP, 2011. DOI: 10.1002/pip.1175*

R. Mickiewicz, *"Non-Destructive Measurement of the Degree of Cross-Linking of EVA Solar Module Encapsulation", Proc. ATLAS/NIST Work. PV Mats. Durability, 2011*

J. Lloyd, T. Christian, D. Doble, R.A. Mickiewicz, *"Non-Destructive Measurement of the Degree of Cross-linking of EVA in Solar Module Encapsulation", Proc. IEEE PVSC, 2011*

W. Mühleisen, M. Biebl-Rydlo, M. Spielberger, "Determining the Degree of EVA Cross-Linking in Assembled PV Modules Acoustically and In-Situ", Proc. Euro PVSEC, 2011, 3480-3483

S.-H. Schulze, M. Pander, S. Dietrich, M. Ebert, *"Encapsulation Polymers – a Key Issue in Module Reliability", PV Intl, 2011, 118-126*

W. Stark, M. Jaunich, *"Investigation of Ethylene/Vinyl Acetate Copolymer (EVA) by Thermal Analysis DSC and DMA", Polym Test., 30, 2011, 236-242*

W. Stark, M. Jaunich, W. Bohmeyer, K. Lange, *"Investigation of the Crosslinking Behaviour of Ethylene Vinyl Acetate (EVA) for Solar Cell Encapsulation by Rheology and Ultrasound", Polym Test., 31, 2012, 904-908*

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

M. Winkler, R. Baeuerlein, B. Goetz, F. Sandau, *Proc. Euro. PVSEC, 2012, 3482-3485*

K. Agroui, G. Collins, *"Determination of Thermal Properties of Crosslinked EVA Encapsulant Material in Outdoor Exposure by TSC and DSC Methods", Renewable Energy, 2013*

B.S. Chernev, Ch. Hirschl, G.C. Eder, "Non-Destructive Determination of Ethylene Vinyl Acetate CrossLinking in Photovoltaic (PV) Modules by Raman Spectroscopy", Appl. Spectroscopy, 67 (11), 2013, 1296-1301

Ch. Hirschl, M. Biebl-Rydlo, M. DeBiasio, W. Mühleisen, L. Neumaier, W. Scherf, G. Oreski, G. Eder, B. Chernev, W. Schwab, M. Kraft, *"Determining the Degree of Crosslinking of Ethylene Vinyl Acetate Photovoltaic Module Encapsulants — A comparative Study", Solmat, 116, 2013, 203-218*

Y.S.H. Johnson, Y.-L.L. Lawrence, D. Israel, M. Baiardo, Y.-H. Chou, G.-Z. Fan, S.-Y. Huang, *"Simple Modeling for Quick Determination of the Gel Content of EVA Encapsulants in PV Module Fabrication", Proc. Euro. PVSEC, 2013*

H.-Y. Li, L.-E. Perret-Aebi, R. Théron, C. Ballif, Y. Luo, R.F.M. Lange, *"Optical Transmission as a Fast and Non-Destructive Tool for Determination of Ethylene-co-Vinyl Acetate Curing State in Photovoltaic Modules" PIP, 21, 2013, 187-194*

E. Malguth, B. Buhl, T. Schenk, "Fast and Non-Destructive Determination of the EVA Cross-Linking Degree for Inline and Off-Line Application", Proc Euro PVSEC, 2013, 472-475

D.C. Miller, X. Gu, S. Haldeman, M. Hidalgo, E. Malguth, C.G. Reid, T. Shioda, S.-H. Schulze, Z.-Y. Wang, J.H. Wohlgemuth, *"Examination of a Standardized Test for Evaluating the Degree of Cure of EVA Encapsulation", Proc Asian PVSEC, 2013*

A. Morlier, S. Klotz, S. Sczuka, I. Kunze, I. Schaumann, S. Blankemeyer, M. Siegert, T. Döring, T. Alshuth, U. Giese, M. Denz, M. Köntges, *"Influence of the curing state of Ethylene-Vinyl-Acetate on photovoltaic modules aging", Proc. Euro PVSEC, 2013, 2832-2837*

M. Hidalgo, D. Thil, C. Dugué, *"Assessment of the Cross-Linking Degree of EVA PV encapsulants" PV Intl., 2013, 98-103*

C. Lux, U. Blieske, E. Malguth, N. Bogdanski, *"Variations in Cross-link Properties of EVA of Un-aged and Aged PV-modules", Proc. Euro PVSEC, 2014*

G. Oreski, "Advanced Methods for Determining PV Module Process Optimization Potential", PV Intl, 2014, 71-78

G. Oreski, A. Rauschenbach, Ch. Hirschl, L. Neumaier, M. Kraft, G. Pinter, "Challenges in Measuring the Degree of Cross-Linking of Ethylene Vinyl Acetate", Proc. Euro. PVSEC, 2014, 2457-2461

Ch. Hirschl, L. Neumaier, W. Mühleisen, M. DeBiasio, R. Leitner, M. Zauner, G. Oreski, A. Rauschenbach, G. C. Eder, S. Seufzer, Ch. Berge, E. Rüland M. Kraft, "In-Line Quality Control Device for the Degree of Crosslinking of the Embedding Material", Proc. Euro PVSEC, 2015, 5BV4.3

Ch. Hirschl, L. Neumaier, W. Mühleisen, M. DeBiasio, G. Oreski, A. Rauschenbach, "Post-crosslinking in Photovoltaic Modules Under Different Conditions", Proc. Euro PVSEC, 2015

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

S. Kunath, Marco Vogel, Michael Mette, Enno Malguth, "Evaluation of Gel Conent-Measurement-Method for Mass Production of Glass-Foil Based Crystalline Silicon PV Modules", Proc. Euro. PVSEC, 2015

H.-Y. Li, Y. Luo, C. Ballif, L.-E. Perret-Aebi, "Fast and Nondestructive Detection on the EVA Gel Content in Photovoltaic Modules by Optical Reflection", IEEE J. PV, 2015

S.-H. Schulze, A. Apel, D. Dassler, C. Ehrich, "Cure State Assessment of EVA-Copolymers for PV-Applications Comparing Dynamic-Mechanical, Dielectric and Calorimetric Properties", SOLMAT, 143, 2015, 411–417

Ch. Hirschl, L. Neumaier, W. Mühleisen, M. Zauner, G. Oreski, G.C. Eder, S. Seufzer, Ch. Berge, E. Rüland, M. Kraft, "In-line determination of the degree of crosslinking of ethylene vinyl acetate in PV modules by Raman spectroscopy", SOLMAT, 52, 2016,10–20

D. Chen, A. Green, D. Dollimore, "DSC: the Importance of Baseline Calibration", Thermochimica Acta, 284 (2), 1996, 429–433

Dan Doble, Rafal Mickiewicz, John Lloyd, Marco Jaeger, William F. Hartman, “Methods and Apparatus for Detecting Cross-Linking in a Polymer”, patent application US 20120118071 A1, 2012

B.-M. Chen, C.-Y. Peng, J.-L. Cho, G.A. Porter, "Optimization of Solar Module Encapsulant lamination by Optical Constant Determination of Ethylene Vinyl Acetate", *Int. J. Photoenergy*, 2015, 1-7

C. Camus, C. Buerhop-Lutz, S. Wrana, J. Adams, T. Pickel, H. Scheuerpflug, C. Zetzmann, E. Malguth, J. Hauch, C.J. Brabec, “Direct Evidence for Hot-Cell-Induced Modifications in PV Module Encapsulants”, *Proc. Euro PVSEC*, 2016, 5BO.10.6

K. Harms, L. Neumaier & C. Hirschl, Determination of Depth-Dependent Variations in the Degree of Crosslinking of EVA due to Changing Lamination Parameters Using Raman Spectroscopy, *Proc. Euro PVSEC Conf.*, 2019, 4AV.1.23

S. Ogier, C. Vidal, D. Chapron, P. Bourson, I. Royaud, M. Ponçot, M. Vite, M. Hidalgo, “A comparative study of calorimetric methods to determine the crosslinking degree of the ethylene-Co-vinyl acetate polymer used as a photovoltaic encapsulant”, *J. Polym. Sci.*, 2017. DOI: 10.1002/polb.24335

G. Oreski, A. Rauschenbach, C. Hirschl, M. Kraft, G.C. Eder, G. Pinter, “Crosslinking and Post-Crosslinking of Ethylene Vinyl Acetate in Photovoltaic Modules”, *J. Appl. Polym. Sci.,* 134 (23), 2017. DOI: 10.1002/app.44912

A.K. Singh, R. Singh, "The Effect of Degree of Gel Content of EVA Encapsulation on the Properties of Encapsulant Itself and Finally on the Reliability of the Solar Module in the Field", *RenewSys White paper*, 1-10, 2017

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS 32
1 Domaine d'application 34
2 Références normatives 34
3 Termes et définitions 35
4 Principe 36
5 Méthode secondaire DSC 36
5.1 Appareil et équipement pour la méthode secondaire 36
5.1.1 Généralités 36
5.1.2 Balance électronique 36
5.1.3 Calorimètre différentiel à balayage 36
5.1.4 Étalonnage de l'appareil 37
5.2 Préparation des éprouvettes pour la méthode secondaire 37
5.2.1 Échantillonnage et stockage 37
5.2.2 Procédures de préparation 38
5.3 Exigences d'essai pour la méthode secondaire 38
5.3.1 Exigences d'environnement 38
5.3.2 Réglages des paramètres (méthode de l'enthalpie résiduelle) 38
5.3.3 Réglages des paramètres (méthode de fusion/gel) 39
5.3.4 Réglages des paramètres (méthode combinée d'enthalpie et de fusion/gel) 39
5.4 Procédure d'essai pour la méthode secondaire 39
5.5 Calcul et expression des résultats pour la méthode secondaire 40
5.5.1 Méthode d'enthalpie 40
5.5.2 Méthode de fusion/gel 41
5.6 Incertitude de mesure pour la méthode secondaire 45
6 Méthode principale 45
6.1 Principe de la méthode principale 45
6.2 Appareil et équipement pour la méthode principale 46
6.2.1 Balance électronique 46
6.2.2 Extracteur Soxhlet 46
6.2.3 Dé 46
6.2.4 Appareil de chauffage 46
6.2.5 Dispositif de manipulation 47
6.2.6 Solvant 47
6.3 Préparation des éprouvettes pour la méthode principale 47
6.3.1 Échantillonnage et stockage 47
6.3.2 Procédures de préparation 48
6.4 Exigences d'essai pour la méthode principale – Exigences d'environnement 48
6.5 Procédure d'essai pour la méthode principale 48
6.6 Calcul et expression des résultats pour la méthode principale 48
7 Rapport d'essai 49
8 Méthode secondaire: indentation 49
8.1 Généralités 49
8.2 Principe 50
8.3 Appareil et équipement pour la méthode d'indentation 51
8.4 Étalonnage de l'appareil 51

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

8.5 Corrélation du degré de durcissement 51
8.6 Préparation des éprouvettes pour la méthode d'indentation 52
8.7 Procédure d'essai pour la méthode d'indentation 52
Annexe A (informative) Limites des méthodes de mesure principale et secondaire 54
Bibliographie 56

Figure 1 – Exemple de résultat pour la méthode DSC d'enthalpie résiduelle 41
Figure 2 – Emplacement des températures et des plages de températures utilisées dans la méthode DSC de fusion/gel 42
Figure 3 – Exemple de limites de température appliquées pour un algorithme d'intégration de logiciel automatisé 44
Figure 4 – Représentation du profil de mesure d'une éprouvette d'essai d'EVA 45
Figure 5 – Exemple de corrélation appliquée entre G_i (indentation) et $G_{\%}$ (taux de gel) 52

Tableau 1 – Résumé des résultats pour les exemples de mesurage représentés à la Figure 2 43

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

_____

PROCÉDURES DE MESURE DES MATÉRIAUX UTILISÉS DANS LES MODULES PHOTOVOLTAÏQUES –

Partie 1-6: Encapsulants – Méthodes d'essai pour déterminer le degré de durcissement dans l'éthylène-acétate de vinyle

AVANT-PROPOS

1) La Commission Electrotechnique Internationale (IEC) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de l'IEC). L'IEC a pour objet de favoriser la coopération internationale pour toutes les questions de normalisation dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. A cet effet, l'IEC – entre autres activités – publie des Normes internationales, des Spécifications techniques, des Rapports techniques, des Spécifications accessibles au public (PAS) et des Guides (ci-après dénommés "Publication(s) de l'IEC"). Leur élaboration est confiée à des comités d'études, aux travaux desquels tout Comité national intéressé par le sujet traité peut participer. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'IEC, participent également aux travaux. L'IEC collabore étroitement avec l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO), selon des conditions fixées par accord entre les deux organisations.
2) Les décisions ou accords officiels de l'IEC concernant les questions techniques représentent, dans la mesure du possible, un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux de l'IEC intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
3) Les Publications de l'IEC se présentent sous la forme de recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux de l'IEC. Tous les efforts raisonnables sont entrepris afin que l'IEC s'assure de l'exactitude du contenu technique de ses publications; l'IEC ne peut pas être tenue responsable de l'éventuelle mauvaise utilisation ou interprétation qui en est faite par un quelconque utilisateur final.
4) Dans le but d'encourager l'uniformité internationale, les Comités nationaux de l'IEC s'engagent, dans toute la mesure possible, à appliquer de façon transparente les Publications de l'IEC dans leurs publications nationales et régionales. Toutes divergences entre toutes Publications de l'IEC et toutes publications nationales ou régionales correspondantes doivent être indiquées en termes clairs dans ces dernières.
5) L'IEC elle-même ne fournit aucune attestation de conformité. Des organismes de certification indépendants fournissent des services d'évaluation de conformité et, dans certains secteurs, accèdent aux marques de conformité de l'IEC. L'IEC n'est responsable d'aucun des services effectués par les organismes de certification indépendants.
6) Tous les utilisateurs doivent s'assurer qu'ils sont en possession de la dernière édition de cette publication.
7) Aucune responsabilité ne doit être imputée à l'IEC, à ses administrateurs, employés, auxiliaires ou mandataires, y compris ses experts particuliers et les membres de ses comités d'études et des Comités nationaux de l'IEC, pour tout préjudice causé en cas de dommages corporels et matériels, ou de tout autre dommage de quelque nature que ce soit, directe ou indirecte, ou pour supporter les coûts (y compris les frais de justice) et les dépenses découlant de la publication ou de l'utilisation de cette Publication de l'IEC ou de toute autre Publication de l'IEC, ou au crédit qui lui est accordé.
8) L'attention est attirée sur les références normatives citées dans cette publication. L'utilisation de publications référencées est obligatoire pour une application correcte de la présente publication.
9) L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments de la présente Publication de l'IEC peuvent faire l'objet de droits de brevet. L'IEC ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de brevets et de ne pas avoir signalé leur existence.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

Cette version consolidée de la Norme IEC officielle et de son amendement a été préparée pour la commodité de l'utilisateur.

IEC 62788-1-6 édition 1.1 contient la première édition (2017-01) [documents 82/1197/FDIS et 82/1231/RVD] et son amendement 1 (2020-05) [documents 82/1691/FDIS et 82/1720/RVD].

Dans cette version Redline, une ligne verticale dans la marge indique où le contenu technique est modifié par l'amendement 1. Les ajouts sont en vert, les suppressions sont en rouge, barrées. Une version Finale avec toutes les modifications acceptées est disponible dans cette publication.

La Norme internationale IEC 62788-1-6 a été établie par le comité d'études 82 de l'IEC: Systèmes de conversion photovoltaïque de l'énergie solaire.

Ce document a été rédigé selon les Directives ISO/IEC, Partie 2.

Une liste de toutes les parties de la série IEC 62788, publiées sous le titre général *Procédures de mesure des matériaux utilisés dans les modules photovoltaïques*, peut être consultée sur le site web de l'IEC.

Le comité a décidé que le contenu de la publication de base et de son amendement ne sera pas modifié avant la date de stabilité indiquée sur le site web de l'IEC sous "http://webstore.iec.ch" dans les données relatives à la publication recherchée. A cette date, la publication sera

- reconduite,
- supprimée,
- remplacée par une édition révisée, ou
- amendée.

IMPORTANT – Le logo *"colour inside"* qui se trouve sur la page de couverture de cette publication indique qu'elle contient des couleurs qui sont considérées comme utiles à une bonne compréhension de son contenu. Les utilisateurs devraient, par conséquent, imprimer cette publication en utilisant une imprimante couleur.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

PROCÉDURES DE MESURE DES MATÉRIAUX UTILISÉS DANS LES MODULES PHOTOVOLTAÏQUES –

Partie 1-6: Encapsulants – Méthodes d'essai pour déterminer le degré de durcissement dans l'éthylène-acétate de vinyle

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

1 Domaine d'application

La présente partie de l'IEC 62788 définit la terminologie, l'équipement d'essai, l'environnement d'essai, la préparation des éprouvettes, les procédures d'essai et le rapport d'essai pour le mesurage du degré de durcissement de la couche d'encapsulation en éthylène-acétate de vinyle (EVA) utilisée dans les modules photovoltaïques (PV). Les méthodes de l'analyse calorimétrique différentielle à balayage (protocoles d'enthalpie résiduelle et de fusion/gel) et du taux de gel sont incluses dans le présent document. Cette procédure peut être utilisée par les fabricants de matériaux ou de modules pour s'assurer que l'additif de réticulation est présent et actif. La procédure peut également être utilisée pour vérifier le procédé de fabrication (stratification) du module à des fins de contrôle de la qualité et des processus. Elle peut en outre être utilisée pour évaluer l'uniformité de la formulation d'EVA dans un rouleau et comparer les différences de formulation d'EVA d'un rouleau à l'autre. Cette procédure peut être appliquée à une couche d'EVA non durcie ou récemment durcie ainsi qu'à l'EVA non durci ou récemment durci contenu dans les modules PV.

Cette procédure d'essai peut également être appliquée aux copolymères éthyléniques réticulés autres que l'EVA. Les températures identifiées pour les mesurages de la calorimétrie dans cette procédure ont été optimisées pour l'EVA. Par conséquent, si la procédure d'essai est appliquée à d'autres matériaux d'encapsulation, la plage des températures d'essai peut devoir être ajustée en fonction de la température active de l'agent de durcissement et/ou de la température de fusion/gel du matériau de base.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

IEC 61215-1, *Modules photovoltaïques (PV) pour applications terrestres – Qualification de la conception et homologation – Partie 1: Exigences d'essai*

ISO/IEC 17025:2005, *Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais*

ISO 291:2008, *Plastiques – Atmosphères normales de conditionnement et d'essai*

ISO 6427:2013, *Plastiques – Détermination des matières extractibles par des solvants organiques (Méthodes conventionnelles)*

ISO 6721-1, *Plastiques – Détermination des propriétés mécaniques dynamiques – Partie 1: Principes généraux*

ISO 11357-1:2009, *Plastiques – Analyse calorimétrique différentielle (DSC) – Partie 1: Principes généraux*

ISO 10147:2011, *Tubes et raccords en polyéthylène réticulé (PE-X) – Estimation du degré de réticulation par le mesurage du taux de gel*

ISO 14577-1, *Matériaux métalliques – Essai de pénétration instrumenté pour la détermination de la dureté et de paramètres des matériaux – Partie 1: Méthode d'essai*

ASTM D2765–11, *Méthodes d'essai pour déterminer la teneur en gel et le rapport de renflement des plastiques d'éthylène réticulé*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions de l'IEC TS 61836 et les suivants s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- IEC Electropedia: disponible à l'adresse http://www.electropedia.org/
- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse http://www.iso.org/obp

NOTE Les calculs se rapportant à ces définitions sont donnés en 5.5.

3.1
degré de durcissement
G
paramètre sans unité qui caractérise l'étendue de la réticulation dans l'EVA

Note 1 à l'article: Contrairement à la densité de réticulation, qui est une grandeur physique définie par la théorie de l'élasticité caoutchouteuse, le degré de durcissement dans un polymère peut être évalué par toute méthode expérimentale capable de différencier les éprouvettes partiellement durcies des autres éprouvettes ou matériaux de référence. Le degré de durcissement peut être mis en corrélation avec le taux de gel, qui est le pourcentage de masse d'un matériau insoluble (censé être réticulé) dans l'éprouvette.

3.2
flux thermique
Q
flux thermique à travers une zone spécifiée dans la direction d'un gradient de température, W

Note 1 à l'article: Le flux thermique spécifique, q, est défini comme le flux thermique par masse d'unité de l'éprouvette, W g^{-1}.

3.3
analyse calorimétrique différentielle à balayage
DSC
technique thermoanalytique décrite dans l'ISO 11357-1, selon laquelle la différence entre la quantité de flux thermique exigée pour modifier la température d'une éprouvette de matériau et une référence est mesurée en fonction de la température ou du temps

Note 1 à l'article: L'éprouvette et la référence sont maintenues à une température quasiment identique pendant la caractérisation par DSC. La DSC peut être appliquée pour mesurer la quantité de chaleur générée ou absorbée pendant le traitement (durcissement) de l'EVA. Les effets de la réticulation, qui surviennent en raison de variations dans la structure moléculaire de l'EVA, peuvent également être examinés à l'aide de la DSC aux transitions de phase (températures de transition vitreuse, de point de fusion et de cristallisation). La détermination des températures de transition de phase est décrite dans l'ISO 11357-2 et l'ISO 11357-3.

Note 2 à l'article: L'abréviation «DSC» est dérivée du terme anglais développé correspondant «differential scanning calorimetry».

3.4
calorimètre différentiel à balayage
instrument utilisé pour mesurer la différence de flux thermique entre le creuset d'essai (contenant l'éprouvette) et le creuset de référence (généralement vide)

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

3.5
taux de gel
pourcentage de masse d'un polymère insoluble dans un solvant spécifié après extraction conformément aux conditions d'essai indiquées

Note 1 à l'article: Le gel est généralement composé de matériau insoluble réticulé.

3.6
degré de durcissement
G_i
<méthode d'indentation> paramètre qui est en corrélation avec l'étendue de la réticulation dans l'EVA, en utilisant la méthode d'indentation

Note 1 à l'article: Unité: sans dimension.

4 Principe

Le degré de durcissement de l'EVA peut être déduit rapidement à l'aide d'une "méthode secondaire" telle que l'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC, ISO 11357-1) décrite à l'Article 5. D'autres méthodes secondaires établies, telles que définies à l'Annexe A, ou des équipements spécialisés peuvent également être utilisés directement à des fins de fabrication et de contrôle de la qualité. Lorsque les résultats de la méthode secondaire doivent être comparés entre différentes institutions, ils doivent être étalonnés à l'aide d'une méthode "principale" plus lente et plus universelle (par exemple, celle pour l'essai du taux de gel décrit à l'Article 6) similaire aux procédures décrites dans les normes ISO 6427, ISO 10147 et ASTM D2765. La méthode principale peut également être appliquée pour la recherche et développement lorsque les résultats de la méthode secondaire doivent être comparés entre différentes formulations d'EVA. Une procédure d'essai pour la méthode principale est décrite à l'Article 6. Les résultats de la méthode principale ou secondaire peuvent être liés aux essais de qualification des modules (série IEC 61215) ou aux données supplémentaires de durabilité sur le terrain pour identifier le degré de durcissement minimal nécessaire. Des exemples communs aux méthodes secondaire et principale peuvent être consultés dans la bibliographie de l'Annexe A.

Les mesurages de l'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC) pour l'EVA peuvent être interprétés à partir de l'enthalpie de la réaction réticulée ou des caractéristiques de la transition fusion/gel, comme décrit en 5.5. Dans la mesure où la transition fusion/gel ne dépend pas de la concentration de peroxyde résiduel, la méthode DSC de fusion/gel peut être appliquée aux éprouvettes obtenues à partir de modules de terrain. Les limites des méthodes principale et secondaire sont analysées à l'Annexe A.

5 Méthode secondaire DSC

5.1 Appareil et équipement pour la méthode secondaire

5.1.1 Généralités

Les références relatives à l'application de la méthode DSC sont fournies à l'Annexe A.

5.1.2 Balance électronique

Il convient que la microbalance ait une résolution de mesure d'au moins 0,01 mg et une plage maximale d'au moins 20 mg.

5.1.3 Calorimètre différentiel à balayage

5.1.3.1 Il convient que le calorimètre ait une exactitude de température d'au moins ± 0,1 °C, une précision de température d'au moins 0,01 °C, une exactitude calorimétrique d'au moins

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

± 0,5 % (ou 0,2 mW), une sensibilité calorimétrique d'au moins 2 μW et une répétabilité calorimétrique d'au moins ± 0,5 %.

5.1.3.2 Il convient que la vitesse de chauffage/de refroidissement du four soit réglable entre 5 °C min^{-1} et 30 °C min^{-1}et qu'elle soit mesurée avec une exactitude thermométrique d'au moins ± 0,1 °C min^{-1}.

5.1.3.3 Il convient que la dérive de la ligne de base (valeur absolue de la variation du signal entre les deux limites d'intégration, pour une cellule vide) soit inférieure à 50 μW, pour la plage de températures comprise entre –50 °C et 250 °C.

5.1.3.4 Il convient que la courbure de la ligne de base (l'écart le plus important à partir de la ligne de base d'intégration) soit inférieure à 50 μW, pour la plage de températures comprise entre –50 °C et 250 °C.

5.1.4 Étalonnage de l'appareil

Il convient de systématiquement étalonner l'appareil conformément aux spécifications du fabricant à l'aide des méthodes d'étalonnage recommandées par le fournisseur de l'appareil. Il convient d'effectuer l'étalonnage de l'exactitude avec des substances étalons, par exemple, de l'indium ou de l'étain, comme le matériau de vérification de la température et du flux thermique. Du saphir peut être utilisé pour mesurer la ligne de base (courbure) de la dérive de l'appareil. Il convient de réétalonner spécialement l'appareil si la vitesse d'essai, le type de récipient ou l'atmosphère d'essai a été modifié avant les mesurages du DSC.

NOTE L'importance, les performances et les considérations liées à l'étalonnage de l'appareil DSC sont décrites davantage dans D. Chen, A. Green, D. Dollimore, "DSC: the Importance of Baseline Calibration", Thermochimica Acta, 284 (2), 1996, 429-433.

5.2 Préparation des éprouvettes pour la méthode secondaire

5.2.1 Échantillonnage et stockage

5.2.1.1 Dans la mesure où les résultats de la méthode secondaire peuvent dépendre de la composition de l'EVA, les résultats d'essai peuvent uniquement être directement comparés pour la même formulation d'EVA. Il convient donc que les éprouvettes d'essai proviennent du même ~~fabricant et lot de fabrication~~ ou des mêmes fabricants pour la même configuration d'assemblage de fabrication (combinaison couche arrière/EVA). Les modifications de l'encapsulant qui affectent le processus de durcissement, y compris, entre autres, le changement du fournisseur de matériau, nécessiteraient la validation de la corrélation entre $G_{\%}$ et le degré de durcissement. Par exemple, si le pourcentage d'acétate de vinyle de la résine d'EVA varie, il convient d'établir une nouvelle corrélation entre $G_{\%}$ et le degré de durcissement (à l'aide d'une méthode secondaire) car le pourcentage d'acétate de vinyle est connu pour son influence significative sur les caractéristiques de durcissement dépendant de la viscoélasticité de l'encapsulant.

5.2.1.2 Des expérimentations supplémentaires doivent être effectuées avec de l'EVA non durci en vue d'établir une ligne de base pour l'état non durci (pour les méthodes DSC d'enthalpie résiduelle et de fusion/gel) et avec de l'EVA préalablement durci ("durci au maximum") en vue d'établir une ligne de base pour l'état durci final (pour la méthode de fusion/gel).

Si l'expérimentation est destinée à contrôler un processus de production, il convient de prélever les échantillons "durcis au maximum" à partir d'un module stratifié ou d'un échantillon d'essai soumis au traitement thermique appliqué pour la stratification. Si l'expérimentation est destinée à contrôler la consommation totale de peroxyde (qui souvent ne survient pas pendant la stratification d'un module PV), un traitement supplémentaire (temps ou température) peut être exigé.

5.2.1.3 Il convient que les opérateurs portent des gants propres lors de la préparation et de la manipulation des échantillons.

5.2.1.4 Lorsque le stockage est exigé, il convient de conditionner l'EVA dans un sac étanche portant un marquage pour une utilisation ultérieure.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

5.2.1.5 Il convient de conserver les éprouvettes dans un endroit sec (ayant une humidité relative inférieure à 50 %), de les maintenir à température ambiante et de ne pas les exposer à la lumière.

Il est recommandé de vérifier que les résultats de la méthode secondaire ne varient pas avec le temps de stockage.

5.2.2 Procédures de préparation

5.2.2.1 Peser le creuset d'éprouvette vide et les creusets de référence vides.

Il est recommandé d'utiliser l'EVA avec des creusets en aluminium.

5.2.2.2 Préparer les éprouvettes d'EVA d'une dimension de 5 mg à 9 mg (ou d'une dimension recommandée par le fabricant d'appareil DSC) et obtenues à partir d'une couche unique de matériau. Il convient que l'exactitude de mesure de la masse d'éprouvette soit au moins égale à 1 %.

5.2.2.3 Un minimum de 2 échantillons doit être utilisé par rouleau d'EVA pour le contrôle du processus.

5.2.2.4 Placer chaque éprouvette dans un creuset séparé et fermer le creuset avec un couvercle.

Un creuset non hermétique en aluminium satisfait à l'exigence de cet essai.

La géométrie finale du creuset, en particulier la planéité de la surface inférieure, peut affecter son contact thermique avec l'appareil, qui est essentiel pour le mesurage. Si la géométrie du creuset est compromise lors de la préparation, il convient de jeter l'éprouvette.

La mauvaise fixation de l'éprouvette ou du couvercle au creuset affecte le mesurage et il convient dans ce cas de jeter l'éprouvette.

5.2.2.5 Enregistrer la masse mesurée de chaque éprouvette et de son creuset.

5.3 Exigences d'essai pour la méthode secondaire

5.3.1 Exigences d'environnement

L'environnement de laboratoire recommandé de (25 ± 2) °C et d'humidité relative de (50 ± 5) % doit être utilisé, comme spécifié dans l'ISO 291.

Il convient d'effectuer les essais de DSC en utilisant un gaz porteur inerte sec, tel que de l'azote, dans l'appareil de DSC. Le débit de gaz doit être spécifié par l'utilisateur, par exemple (50 ± 5) ml·min^{-1}. Il convient que la pureté du gaz soit au moins égale à 99,99 %.

5.3.2 Réglages des paramètres (méthode de l'enthalpie résiduelle)

L'utilisation des paramètres d'essai suivants est recommandée avec la méthode DSC de l'enthalpie résiduelle:

Vitesse d'acquisition de données: 5 Hz (0,2 s·point^{-1});

Température initiale: 25 °C;

Température finale: 225 °C;

Vitesse d'échauffement: 10 °C·min^{-1}.

La fin de la réaction du peroxyde peut être vérifiée à l'aide d'un deuxième cycle thermique (refroidir jusqu'à 25 °C et réchauffer jusqu'à 225 °C). Il convient que l'enthalpie résiduelle pour l'EVA durci au maximum soit < 0,1 J·g^{-1} pendant ce deuxième cycle thermique.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

5.3.3 Réglages des paramètres (méthode de fusion/gel)

L'utilisation de la procédure d'essai suivante est recommandée avec la méthode DSC de fusion/gel:

Vitesse d'acquisition de données: 5 Hz (0,2 s·point^{-1});

Température initiale: 25 °C;

Chauffer jusqu'à 100 °C à la vitesse de 10 °C·min^{-1};

Refroidir jusqu'à –20 °C à la vitesse de 10 °C·min^{-1}.

Il convient de veiller à ce que la chaleur utilisée pour amener l'éprouvette à l'état de fusion et éliminer les effets liés à la structure soit limitée à des températures ne permettant pas d'activer le peroxyde. Si une réaction est évidente dans le profil de données pour l'échauffement, il convient d'utiliser une température inférieure à 100 °C.

5.3.4 Réglages des paramètres (méthode combinée d'enthalpie et de fusion/gel)

La procédure d'essai suivante (sans temps de maintien entre les différents paliers) est recommandée pour réaliser la caractérisation par DSC de l'enthalpie et de la fusion/gel sur la même éprouvette, dans un essai unique:

Vitesse d'acquisition de données: 5 Hz (0,2 s·point^{-1});

Température initiale: 25 °C;

Chauffer jusqu'à 100 °C à la vitesse de 10 °C·min^{-1};

Refroidir jusqu'à –20 °C à la vitesse de 10 °C·min^{-1};

Chauffer jusqu'à 225 °C à la vitesse de 10 °C·min^{-1}.

Les données supplémentaires obtenues après le refroidissement depuis 225 °C peuvent être utilisées pour l'éprouvette de référence "durcie au maximum" exigée pour la méthode DSC de fusion/gel. Afin que la méthode DSC combinée permette également d'obtenir des données pour l'éprouvette de référence durcie au maximum, il convient d'effectuer le refroidissement jusqu'à –20 °C à la vitesse de 10 °C·min^{-1}, de façon à caractériser avec exactitude la transition à l'état de gel après un durcissement minutieux de l'éprouvette d'essai dans le calorimètre. Si l'éprouvette de référence durcie au maximum est mesurée après la caractérisation DSC combinée d'un ensemble d'éprouvettes d'EVA, il convient d'utiliser les éprouvettes ayant été soumises au traitement thermique préalable le plus important (température et temps), pour s'assurer que l'EVA est durci convenablement.

5.4 Procédure d'essai pour la méthode secondaire

5.4.1 Les essais de DSC doivent être effectués comme suit.

5.4.2 Les paramètres d'essai de 5.3.2 doivent être utilisés pour la méthode DSC d'enthalpie résiduelle; les paramètres d'essai de 5.3.3 doivent être utilisés pour la méthode DSC de fusion/gel; ou les paramètres d'essai de 5.3.4 doivent être utilisés pour la méthode DSC combinée d'enthalpie résiduelle et de fusion/gel.

5.4.3 S'assurer que la température du four (bride) pour le calorimètre est comprise dans une plage de températures sécurisée et ouvrir le couvercle.

5.4.4 Placer le creuset d'éprouvette et le creuset de référence vide dans le four et fermer le couvercle.

5.4.5 Spécifier la masse du creuset d'éprouvette et du creuset de référence par rapport au calorimètre et démarrer l'essai. Un compartiment isotherme aux extrémités des segments d'essai de la méthode (c'est-à-dire, température initiale, température chaude ou température froide) ne doit pas être utilisé pour la méthode d'enthalpie résiduelle, pour la méthode de

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

fusion/gel ou pour la méthode combinée. Il est recommandé d'utiliser la même méthode d'essai (méthode d'enthalpie résiduelle, méthode de fusion/gel ou méthode combinée) pour obtenir les résultats les plus cohérents et pour le contrôle du processus ou la comparaison des échantillons.

5.4.6 Retirer les creusets du calorimètre à la fin de l'essai.

Il est suggéré de peser les éprouvettes après l'essai afin de pouvoir effectuer une comparaison avec la masse initiale et ainsi vérifier l'intégrité du creuset. Les masses finales des éprouvettes peuvent également être utilisées pour confirmer l'identité de l'éprouvette.

5.4.7 Enregistrer les données de l'essai et calculer le degré de durcissement selon la méthode de 5.5.

5.5 Calcul et expression des résultats pour la méthode secondaire

5.5.1 Méthode d'enthalpie

Le degré de durcissement pour la méthode DSC d'enthalpie résiduelle doit être calculé à l'aide de la Formule (1):

$$G_e = \frac{h_u - h_t}{h_u} 100 \quad (1)$$

Où G_e représente le degré de durcissement pour la méthode d'enthalpie, %; h_u représente l'enthalpie spécifique mesurée de l'EVA d'une éprouvette de référence non durcie, $J \cdot kg^{-1}$; et h_t représente l'enthalpie spécifique mesurée de l'EVA de l'éprouvette d'essai, $J \cdot kg^{-1}$.

L'enthalpie spécifique doit être déterminée à l'aide du logiciel d'appareil à partir de l'intégrale du flux thermique mesuré, en utilisant les limites d'intégration comprises entre 100 °C et 200 °C pour la vitesse d'échauffement spécifiée. L'enthalpie spécifique pour l'éprouvette d'essai peut inclure plusieurs valeurs de crête dans les limites de l'intégration.

Un exemple de résultat est représenté à la Figure 1, dans lequel un décalage a été ajouté à q pour différencier les profils des données d'essai et de référence. Comme dans la Figure 1, le degré de durcissement, G_e, pour l'éprouvette d'essai est de 87,6 %.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

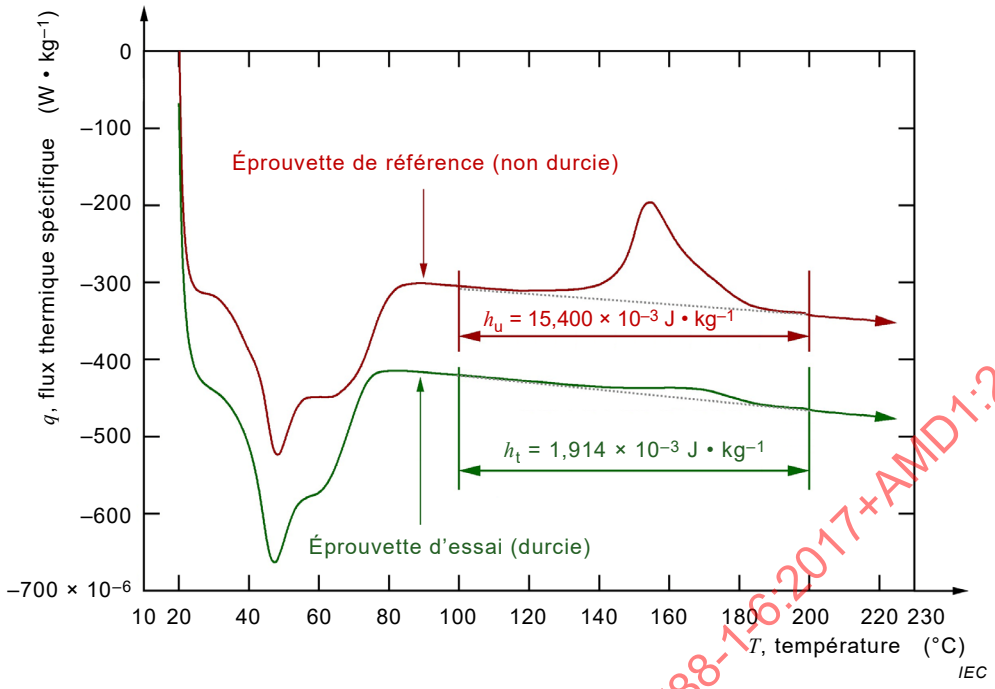


Figure 1 – Exemple de résultat pour la méthode DSC d'enthalpie résiduelle

Les profils de données (avec un décalage ajouté au flux thermique spécifique pour différencier les données) sont représentés pour une éprouvette d'essai durcie et une éprouvette de référence non durcie.

La présence de contamination (générée par la couche arrière ou d'autres matériaux) peut être vérifiée à partir du profil de données. La contamination génère des valeurs de crête inattendues dans le profil de données, qu'il convient de noter dans le rapport d'essai.

5.5.2 Méthode de fusion/gel

5.5.2.1 Détermination du degré de durcissement

L'analyse pour la méthode DSC de fusion/gel prend en considération trois paramètres dans les données mesurées: la température maximale de cristallisation (gel), le début extrapolé de la température de cristallisation et la concavité du profil de données en dessous de la température de cristallisation (évaluée à l'aide d'un facteur de forme quantitatif). La méthode DSC de fusion/gel peut être appliquée à n'importe quelle éprouvette d'EVA, indépendamment de son traitement thermique (y compris l'EVA issu de modules de terrain), pour mesurer son degré de durcissement. Le degré de durcissement pour la méthode DSC de fusion/gel doit être calculé à l'aide des Formules (2) à (5):

$$G_a = \left(\frac{G_c + G_o + G_{SF}}{3} \right) \tag{2}$$

$$G_c = \frac{T_{c,u} - T_{c,t}}{T_{c,u} - T_{c,m}} 100 \tag{3}$$

$$G_o = \frac{T_{o,u} - T_{o,t}}{T_{o,u} - T_{o,m}} 100 \tag{4}$$

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

$$G_{S,F} = \frac{SF_u - SF_t}{SF_u - SF_m} 100 \quad (5)$$

Où G_a représente la valeur moyenne du degré de durcissement obtenu avec la méthode DSC de fusion/gel, %; G_c représente le degré de durcissement déterminé pour la variation de la température maximale de cristallisation, %; G_o représente le degré de durcissement déterminé pour la variation de température extrapolée au début de la cristallisation, %; et G_{SF} représente le degré de durcissement déterminé pour la variation de concavité du profil de données en dessous de la température de cristallisation, %. Dans ces formules, l'indice –a fait référence à la moyenne (moyenne numérique); –c, la température maximale de cristallisation; –o, la température extrapolée au début de la cristallisation; –SF, la concavité du profil de données en dessous de la température de cristallisation (évaluée au moyen d'un facteur de forme – Voir 5.5.2.2); –t, l'éprouvette d'essai durcie; –m, l'éprouvette d'EVA de référence précédemment stratifiée ("durcie au maximum"); et –u, une éprouvette d'EVA de référence sans aucun traitement thermique préalable ("non durcie").

La Figure 2 donne un exemple dans lequel les températures applicables (T_c et T_o) et la plage de températures pour le facteur de forme sont identifiées pour l'éprouvette d'essai. Les données sont représentées pour les éprouvettes de la même formulation d'EVA, de façon à ce que les effets du processus de durcissement soient évidents. Un décalage a été ajouté à q pour différencier les profils des données d'essai et de référence (états non durci et durci au maximum).

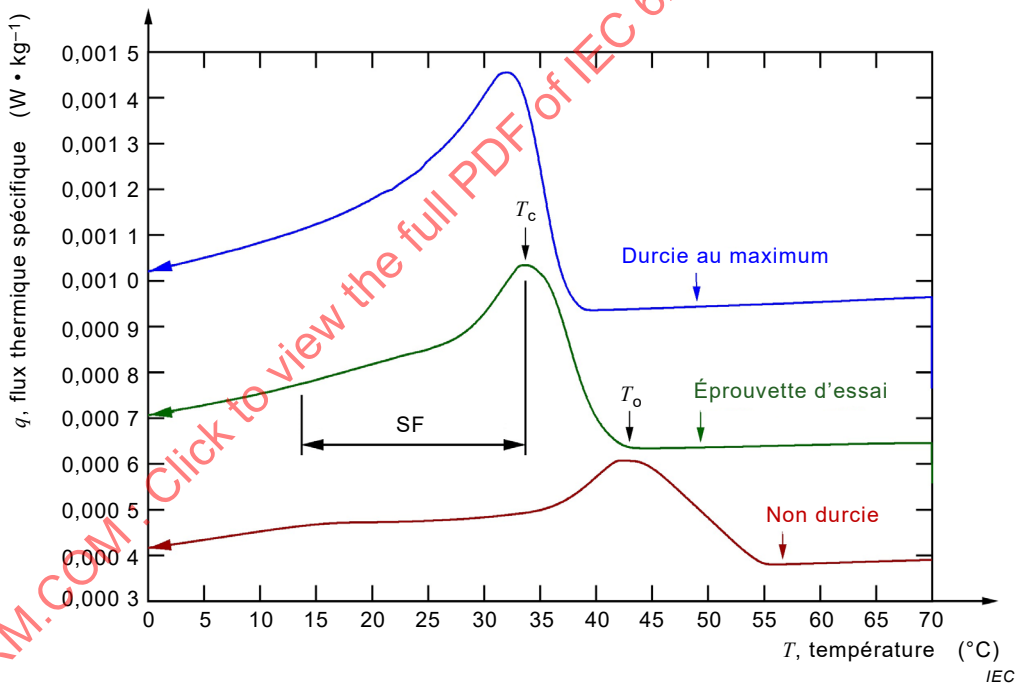


Figure 2 – Emplacement des températures et des plages de températures utilisées dans la méthode DSC de fusion/gel

Les profils de données (avec un décalage ajouté au flux thermique spécifique pour différencier les données) sont représentés pour les éprouvettes d'essai et de référence.

Les résultats représentés à la Figure 2 sont résumés dans le Tableau 1. Les valeurs, déterminées à partir des Formules (2) à (5), sont fournies à titre d'exemple. Le Tableau 1 met formellement en évidence les données exigées (valeurs de la température et du facteur de forme) et les résultats correspondants pour la méthode DSC de fusion/gel.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

Tableau 1 – Résumé des résultats pour les exemples de mesurage représentés à la Figure 2

	ÉPROUVETTE	T_c °C	T_o °C	SF %
MESURAGES	n, référence non durcie	42,3	54,4	79,9
	f, référence durcie au maximum	32,0	37,2	63,7
	t, essai	33,7	40,3	66,4
RÉSULTATS	G_a %	G_c %	G_o %	G_{SF} %
	83,0	83,4	82,4	83,1

Pour les appareils DSC équipés de logiciel, un algorithme d'intégration peut être utilisé pour déterminer automatiquement T_c et T_o. Le choix des limites supérieure et inférieure de l'opération d'intégration peut, cependant, affecter les valeurs de T_c et T_o. Pour obtenir des résultats reproductibles, il est recommandé que l'utilisateur procède à une vérification de la répétabilité des valeurs de T_c et T_o générées par le logiciel, qui peut être effectuée par une variation manuelle des limites d'intégration. Les étapes suivantes, qu'il convient d'appliquer pour une grande variété d'éprouvettes d'EVA, sont recommandées pour la détermination de T_c et T_o de façon automatisée.

i) La température de limite supérieure (T_{ul}, °C) doit être fixée en retenant la valeur approximative T_c (sur la base de l'examen visuel du thermogramme mesuré) à laquelle il est ajouté 15 °C, comme représenté à la Figure 3. Il convient que T_{ul} soit comprise dans la région plane du thermogramme qui précède le pic de cristallisation pendant le refroidissement. Il convient aussi que T_{ul} soit supérieure, mais proche de T_o après l'analyse d'intégration.

ii) Une fois que T_{ul} a été fixée, la température de limite inférieure (T_{ll}, °C) peut être déterminée en utilisant le logiciel pour tracer une ligne horizontale depuis T_{ul} jusqu'à la température qui coupe le profil de données dans le thermogramme (voir Figure 3). Pour l'EVA, T_{ll} est généralement située dans la plage comprise entre –20 °C et –10 °C.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

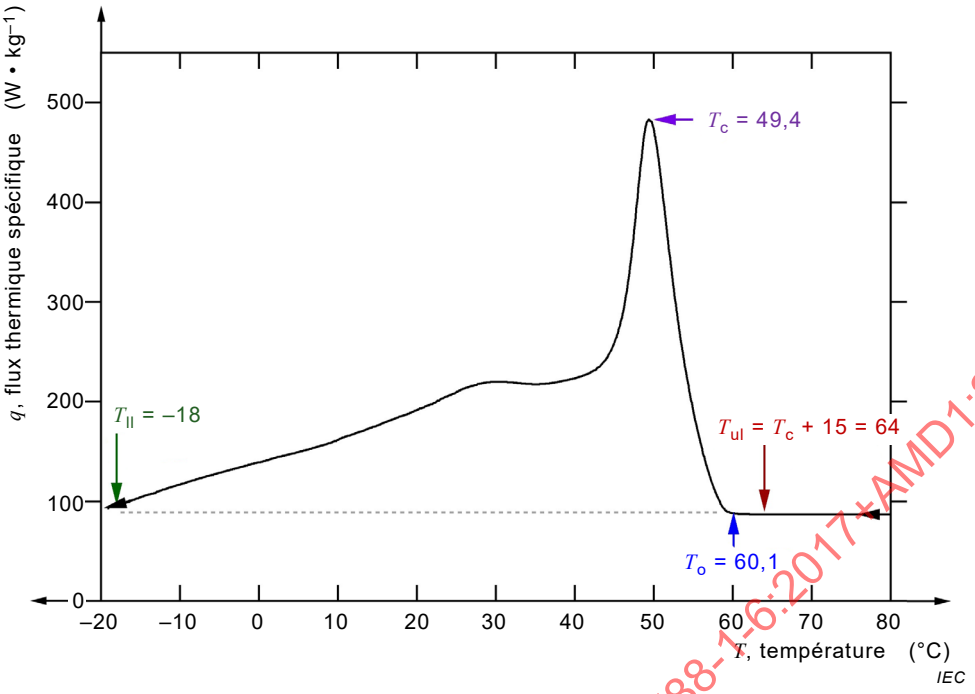


Figure 3 – Exemple de limites de température appliquées pour un algorithme d'intégration de logiciel automatisé

5.5.2.2 Détermination de la concavité

5.5.2.2.1 Le facteur de forme empirique, caractérisant la concavité du pic de cristallisation, doit être calculé à l'aide de l'algorithme suivant.

Sélectionner tous les points de données (T, Q) entre T_c et (T_c – 20 °C).

5.5.2.2.2 Calculer le flux thermique inverse, Q^{-1}, pour tous les points de données.

5.5.2.2.3 Calculer le produit, $T{\cdot}Q^{-1}$, pour tous les points de données.

5.5.2.2.4 Identifier les coordonnées, $[T,\ T{\cdot}Q^{-1}]$max, pour lesquelles le produit atteint un maximum.

5.5.2.2.5 Calculer le facteur de forme à partir de la Formule (6):

$$SF = \frac{\left[T \cdot Q^{-1}\right]_{\max}}{T_c \cdot \left[Q^{-1}\right]_{Tc-20}} 100 \qquad (6)$$

Le flux thermique, Q, ou le flux thermique spécifique, q, peut être utilisé dans l'analyse de la concavité.

La Figure 4 donne un exemple de détermination du facteur de forme. Le profil de mesure de l'appareil DSC pour une éprouvette d'essai d'EVA est représenté en haut de la figure. La détermination du facteur de forme est effectuée à partir de l'analyse de 5.5.2.2.1. La région d'examen du facteur de forme (SF) est identifiée dans les deux parties de la figure. Le produit maximum de T et Q^{-1}, $[T{\cdot}Q^{-1}]_{max}$, est indiqué en bas de la figure, avec: la température à $[T{\cdot}Q^{-1}]_{max}$, $T_{[T{\cdot}Q]max}$; le flux thermique inverse à $T_{[T{\cdot}Q]max}$, $Q^{-1}{}_{[T{\cdot}Q]max}$; la température maximale de cristallisation, T_c; et le flux thermique inverse à (T_c – 20 °C), $Q^{-1}{}_{T_c-20}$. Le facteur de forme de 66,9 % est déterminé pour $T_{[T{\cdot}Q]max}$ = 27,4°C, $Q^{-1}{}_{[T{\cdot}Q]max}$ = 0,336 mW^{-1}, T_c = 32,1°C, et $Q^{-1}{}_{Tc-20}$ = 0,429 mW^{-1}.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

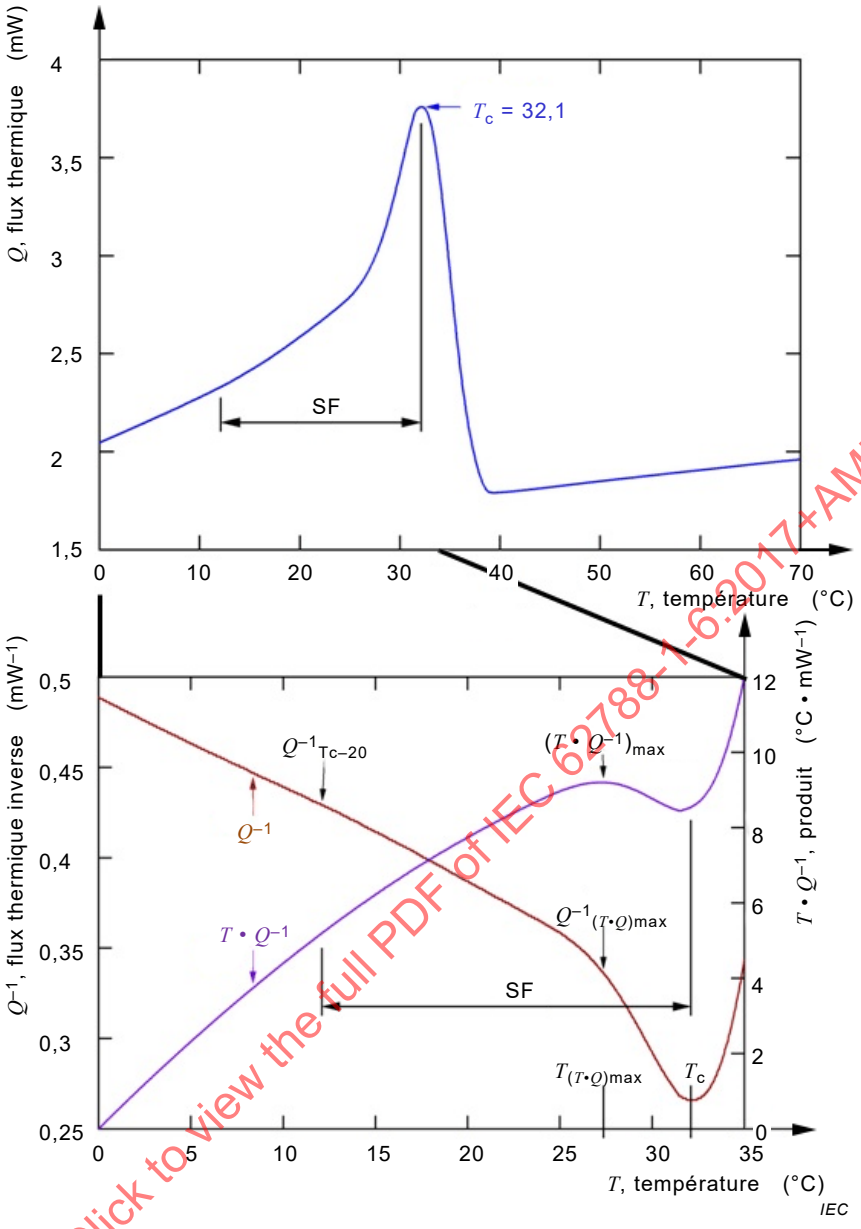


Figure 4 – Représentation du profil de mesure d'une éprouvette d'essai d'EVA

5.6 Incertitude de mesure pour la méthode secondaire

Lorsque plusieurs éprouvettes issues du même échantillon d'encapsulation ou du même lot de fabrication de modules sont examinées, il convient de consigner l'incertitude de mesure pour la DSC dans un intervalle de confiance de 95 %.

6 Méthode principale

6.1 Principe de la méthode principale

Les résultats obtenus grâce aux méthodes DSC d'enthalpie résiduelle et de fusion/gel peuvent varier selon la formulation (présence d'additifs), la masse moléculaire (M_w) ou la teneur en acétate de vinyle (VaC) de l'EVA. La méthode DSC d'enthalpie résiduelle peut également varier rapidement selon le type et la concentration de peroxyde initialement présent dans l'EVA. Une méthode d'évaluation plus absolue du degré de durcissement est souhaitée, car les méthodes DSC fournissent des résultats "secondaires", c'est-à-dire, les résultats dépendent de la

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

composition de l'EVA examiné. La méthode consistant à "analyser le taux de gel" caractérise également le degré de durcissement et fournit des résultats pouvant être interprétés de façon plus universelle. À des fins de clarification, la méthode d'analyse du taux de gel ne mesure pas directement le degré de durcissement, mais le déduit en fonction de la solubilité du matériau non réticulé. L'essai du taux de gel peut être appliqué à n'importe quelle éprouvette d'EVA, indépendamment de son traitement thermique (y compris l'EVA issu de modules de terrain), pour mesurer son degré de durcissement. Certaines limites relatives à la méthode principale pour l'essai du taux de gel, décrites à l'Annexe A, sont traitées par la procédure d'essai normalisée applicable à la méthode principale.

6.2 Appareil et équipement pour la méthode principale

6.2.1 Balance électronique

Une balance électronique doit être utilisée avec une exactitude de mesure ≤ 1 mg.

6.2.2 Extracteur Soxhlet

Un extracteur Soxhlet ou analogue (par exemple, Kumagawa)[1] doit être utilisé pour les mesurages du taux de gel. Pour prévenir le risque d'explosion d'un système fermé, le condenseur de l'extracteur peut utiliser une microperforation ou un dispositif de décharge de pression. La colonne de distillation de l'extracteur (contenant le dé) doit être nettoyée avant utilisation pour améliorer l'exactitude de mesure, c'est-à-dire pour retirer l'EVA condensé après un essai ou pour prévenir la contamination avec d'autres produits chimiques. Il est recommandé d'utiliser des manchons PTFE (polytétrafluoréthylène) pour tous les joints rodés contenus dans l'appareil pour éviter par exemple la dissolution par inadvertance de la graisse des joints.

NOTE L'utilisation d'un système d'extraction en boucle fermée et d'un dé améliore l'exactitude de mesure, par rapport à une flasque ou un condenseur à reflux, comme dans l'ISO 10147 et l'ASTM D2765, ou par rapport à une bouteille fermée, parfois utilisée dans le secteur. L'utilisation d'un extracteur Soxhlet permet d'obtenir la meilleure exactitude possible, lorsque l'essai du taux de gel est utilisé pour étalonner les méthodes DSC. Cette procédure n'interdit pas l'utilisation d'autres appareils ou méthodes établies, tels qu'un bocal décompressé, si l'essai du taux de gel est utilisé à d'autres fins, par exemple pour un examen supplémentaire de l'encapsulation à des fins de contrôle du processus ou d'examen des produits entrant dans la production de masse.

6.2.3 Dé

Un dé étalon d'épaisseur unique égale à une épaisseur de paroi d'environ 1 mm (rétention de particule nominale de 10,0 µm) doit être utilisé pour maintenir l'éprouvette dans la colonne de distillation. Un linter de coton en cellulose alpha ou un dé en fibre de verre peut être utilisé. Pour les dés en cellulose, il convient que la plage de températures de fonctionnement recommandée par le fabricant soit compatible avec le processus d'extraction Soxhlet (140 °C pour les xylènes). L'éprouvette peut aussi être placée à l'intérieur d'un sac en toile d'acier inoxydable ou d'un sachet qui est placé à l'intérieur du dé.

6.2.4 Appareil de chauffage

Une plaque chaude, un chauffe-ballon ou un appareil similaire doit être utilisé pour contrôler la température de l'alambic. Si une plaque chaude est utilisée, l'alambic peut être placé dans un conteneur chauffé renfermant un liquide, tel que de la silicone ou de l'huile minérale. La capacité d'agitation électronique et l'appareil de chauffage peuvent être utilisés pour maintenir une température uniforme dans l'alambic de l'extracteur et ainsi l'empêcher de déborder. En variante, des corps facilitant l'ébullition peuvent être ajoutés à l'alambic pour l'empêcher de déborder.

Pour des raisons de sécurité, il est préférable de surveiller et de régler la température de l'appareil de chauffage aussi près que possible de l'alambic. Par exemple, si un conteneur

[1] Cette information est donnée pour la commodité des utilisateurs de ce document et ne constitue pas une approbation par l'IEC de ces produits.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

chauffé est utilisé, il convient d'examiner la température dans le liquide chauffé et non sur la plaque chaude.

À la fin de l'expérience, la même plaque chaude peut être utilisée pour sécher l'éprouvette. En variante, un four ventilé ou à vide peut être utilisé pour sécher l'éprouvette. L'exactitude de mesure de la température à l'intérieur d'un four doit être au moins égale à ±1°C.

6.2.5 Dispositif de manipulation

Des pinces à épiler, des pinces ou des dispositifs similaires doivent être utilisés pour manipuler les éprouvettes préparées ou le dé. Des pinces à épiler métalliques sans aucun revêtement polymère doivent être utilisées pour prévenir toute contamination parasite de l'extracteur.

6.2.6 Solvant

Du xylène de qualité réactif (mélangé, CAS 1330-20-7, contenant les isomères méta, ortho et para) doit être utilisé comme solvant pour l'essai du taux de gel. Le solvant doit être remplacé avant chaque caractérisation pour garantir des résultats exacts.

Un antioxydant doit être ajouté (2 % du poids de l'EVA) au dé pour empêcher toute réticulation ultérieure de l'éprouvette et améliorer la longévité du solvant. Les antioxydants utilisés dans l'extraction du solvant d'EVA incluent: 2,6 di-tert-butyle-4-méthylphénol (hydroxytoluène butylé, "BHT", CAS 128-37-0); tetrakis (3-(3,5-di-tert-butyle-4-hydroxyphenyl)propionate de pentaérythritol) (par exemple, Irganox ®1010, CAS 6683-19-8); propionate d'octadécyle-3-(3,5-di-tert.butyle-4-hydroxyphenyl) (par exemple, Irganox ®1076, CAS 2082-79-3); 2,2-méthylène-bis(4-méthyle-6-tert-butylphénol), CAS 119-47-1; ou 3-(3,5-di-tert-butyle-4-hydroxyphenyl), CAS 20170-32-5.

Les solvants autres que les xylènes, comme le toluène ou le tétrahydrofurane (THF), sont parfois utilisés dans les ouvrages de référence pour étudier le degré de durcissement de l'EVA. Lorsque ces solvants sont utilisés avec un extracteur Soxhlet, ils ont intrinsèquement une température de fonctionnement (point d'ébullition) différente et peuvent exiger des temps d'extraction différents. Lors de la comparaison des données entre les institutions, une mise en corrélation est exigée pour interpréter les résultats relatifs à la méthode principale lorsque des solvants (ou procédures) différents de ceux décrits à l'Article 6 (xylènes) sont utilisés.

6.3 Préparation des éprouvettes pour la méthode principale

6.3.1 Échantillonnage et stockage

6.3.1.1 Pour réduire la variabilité associée aux différentes formulations d'EVA, il convient que les éprouvettes d'essai pour la méthode principale proviennent du même fabricant et du même lot de fabrication d'EVA examiné avec la méthode secondaire.

6.3.1.2 Il convient que les opérateurs portent des gants propres lors de la préparation et de la manipulation des échantillons.

6.3.1.3 Lorsque le stockage est exigé, il convient de conditionner l'EVA dans un sac étanche portant un marquage pour une utilisation ultérieure.

6.3.1.4 Il convient de conserver les éprouvettes dans un endroit sec (ayant une humidité relative inférieure à 50 %), de les maintenir à température ambiante et de ne pas les exposer à la lumière.

Il est recommandé de vérifier que les résultats de la méthode principale ne varient pas avec le temps de stockage.

6.3.1.5 Un minimum de 2 échantillons doit provenir d'un rouleau d'EVA pour effectuer une comparaison avec la méthode secondaire.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

6.3.2 Procédures de préparation

6.3.2.1 Il convient de faire durcir le dé à (110 ± 2,5) °C pendant 2 h pour retirer l'humidité, puis de le faire refroidir à température ambiante dans un dessiccateur pour prévenir l'absorption d'humidité.

6.3.2.2 Enregistrer la masse du dé vide, m_t.

6.3.2.3 Préparer les éprouvettes d'EVA de la taille nominale de (1 ± 0,5) g. Si possible, les éprouvettes doivent être obtenues à partir d'une seule couche de matériau. Il convient que l'exactitude de mesure de la masse d'éprouvette enregistrée, m_i, soit dans l'intervalle de 1 %. L'éprouvette peut être coupée en de plus petits morceaux pour permettre sa fixation dans le dé ou l'empêcher de gonfler et de s'échapper du dé lors de l'extraction.

NOTE Un gramme d'une couche d'EVA d'une épaisseur de 0,45 mm correspond à une dimension d'environ 4,7 cm × 4,7 cm.

6.4 Exigences d'essai pour la méthode principale – Exigences d'environnement

Comme dans l'ISO 291, l'environnement de laboratoire recommandé est: (25 ± 2) °C avec une humidité relative de (50 ± 5) %.

6.5 Procédure d'essai pour la méthode principale

6.5.1 L'essai du taux de gel doit être effectué comme suit.

6.5.2 Utiliser un appareil de manutention pour placer l'éprouvette dans le dé, puis placer le dé dans la colonne de distillation de l'extracteur.

6.5.3 Remplir l'alambic de l'extracteur avec au moins 4 à 5 fois le volume nominal de la chambre d'extraction du xylène et le monter sur l'extracteur. Le volume du solvant dans l'alambic doit se situer entre 1/3 et 2/3 du volume nominal de l'alambic pendant l'essai.

6.5.4 La combinaison de la taille de l'alambic et du pouvoir calorifique doit être choisie de manière à pouvoir réaliser l'extraction pendant ≥ 15 cycles par heure.

6.5.5 Maintenir l'alambic à la température d'essai pendant au moins 8 h. Pour les éprouvettes avec un taux de gel prévu en dessous de 70 %, une durée d'essai minimale de 12 h est recommandée.

6.5.6 Retirer le dé et l'éprouvette de l'extracteur et les placer dans un conteneur secondaire tel qu'un entonnoir ou un bécher.

6.5.7 Placer le conteneur secondaire dans/sur un appareil de chauffage maintenu à (115 ± 2,5) °C.

6.5.8 Sécher le conteneur secondaire (avec l'éprouvette et le dé) jusqu'à poids constant à la température de séchage pendant au moins 4 h.

6.5.9 Retirer le dé et l'éprouvette du conteneur secondaire, les laisser refroidir à la température ambiante et enregistrer leur masse finale combinée. Il convient de faire refroidir le dé contenant l'éprouvette dans un dessiccateur afin d'empêcher l'absorption d'humidité.

Il est recommandé de vérifier que les résultats ne varient pas avec le temps, c'est-à-dire que l'extraction indiquée en 6.5.5 et le séchage indiqué en 6.5.8 sont terminés.

6.6 Calcul et expression des résultats pour la méthode principale

Le taux de gel doit être calculé à l'aide de la Formule (7):

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

$$G_{\%} = \frac{m_{\mathrm{f}} - m_{\mathrm{t}}}{m_{\mathrm{i}}} 100 \quad (7)$$

où $G_{\%}$ représente le taux de gel réticulé, %; m_{f} représente la masse finale combinée du dé et de l'éprouvette d'encapsulation après séchage, g; m_{t} représente la masse initiale du dé avant extraction, g; et m_{i} représente la masse initiale de l'éprouvette d'encapsulation avant extraction.

7 Rapport d'essai

Un rapport des essais comprenant au moins les informations suivantes doit être établi. Il convient que le rapport contienne la spécification particulière pour les éprouvettes.

a) un titre;

b) le nom et l'adresse du laboratoire d'essai, ainsi que le site de réalisation des essais;

c) l'identification unique du certificat ou du rapport, ainsi que de chaque page;

d) le nom et l'adresse du client, le cas échéant;

e) la description et l'identification de l'élément soumis à l'essai, y compris l'épaisseur des éprouvettes;

f) la caractérisation et l'état de l'élément d'essai;

g) la date de réception de l'élément d'essai, ainsi que la ou les dates d'essai, le cas échéant;

h) l'identification de la méthode d'essai, de l'instrument d'essai et de tout autre équipement utilisé, y compris le poste de laminage et les réglages de température, de pression et de temps, le cas échéant. Dans le cas de la méthode secondaire d'indentation (par corrélation ou utilisation habituelle de la méthode), la température d'essai, le matériau de la pointe, la géométrie de la pointe et la taille de la pointe, la charge d'indentation maximale, la profondeur d'indentation maximale et la fréquence de modulation (le cas échéant) doivent également être consignés;

i) la référence à la procédure d'échantillonnage, le cas échéant; y compris le nombre d'essais par éprouvette;

j) les écarts, ajouts ou exclusions éventuels par rapport à la méthode d'essai, ainsi que toutes les autres informations relatives à un essai spécifique, telles que les conditions ambiantes, la teneur en gaz et le débit vers le four;

k) les mesurages (mesurages associés et leur incertitude), examens et résultats dérivés étayés par des tableaux, graphiques, croquis et photographies selon le cas, y compris le degré de durcissement, la masse de l'éprouvette, l'enthalpie mesurée, les graphiques reprenant les données de l'enthalpie/la température, les graphiques représentant les pics de cristallisation et le taux de gel;

l) un énoncé de l'incertitude estimée des résultats d'essai (le cas échéant);

m) la signature et la fonction, ou une identification équivalente de la ou des personnes assumant la responsabilité du contenu du certificat ou du rapport, ainsi que la date d'émission;

n) le cas échéant, un énoncé stipulant que les résultats se rapportent aux seuls éléments soumis à l'essai;

o) un énoncé stipulant qu'il convient de ne pas reproduire le certificat ou le rapport, autrement qu'en intégralité, ni sans le consentement écrit du laboratoire.

8 Méthode secondaire: indentation

8.1 Généralités

Une méthode secondaire alternative, utilisant l'indentation pour caractériser le degré de durcissement de l'EVA, est apparue dans l'industrie photovoltaïque. La méthode est actuellement utilisée par les fabricants de modules et a même été démontrée dans des

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

applications en ligne. Le présent article donne une description générale du principe, de l'appareil associé et de l'utilisation de la méthode.

G_i est obtenu à l'aide d'un appareil d'indentation, lorsque le résultat peut découler de l'analyse de la charge appliquée, de la profondeur de pénétration, de l'utilisation d'une charge appliquée modulée (telle que la rigidité harmonique, le module de conservation, le module de perte ou la tangente tan[δ]) et/ou la réponse viscoélastique de l'éprouvette (y compris la réponse de relaxation ou de rétablissement). G_i peut être obtenu à partir d'un ajustement adimensionnel plus complexe, y compris un ajustement appliqué à la réponse viscoélastique de l'éprouvette (en utilisant un modèle de Maxwell, par exemple) ou d'une combinaison de caractéristiques surveillées pendant l'indentation. G_i peut être obtenu à partir d'un ajustement adimensionnel de la réponse de l'échantillon (par exemple

$$G_i = \frac{C_\mathrm{t} - C_\mathrm{n}}{C_\mathrm{m} - C_\mathrm{n}}$$

où

C est la caractéristique concernée;:

C_t est l'éprouvette d'essai;

C_m est l'éprouvette de référence ayant le traitement thermique le plus important ("corrélé au maximum", par exemple le plus réticulé); et

C_n est l'éprouvette de référence avec un traitement thermique minimal ou nul ("corrélé au minimum", c'est-à-dire non stratifié ou non durci).

NOTE Un appareil approprié est mis en vente par LayTec AG[2] en Allemagne. G_i peut être compris entre 0,3 et 2,5 pour ces appareils actuellement disponibles sur le marché.

La terminologie et les définitions relatives à l'indentation dynamique, y compris la rigidité harmonique, le module de conservation et le module de perte peuvent être trouvées dans l'ISO 14577-1. La terminologie et les définitions relatives au tangente tan[δ], peuvent être trouvées dans l'SO 6721-1.

8.2 Principe

La méthode d'indentation analyse la réponse mécanique (caractéristiques viscoélastiques) des couches d'EVA durcies qui varient en raison de la réticulation de l'EVA au cours du processus de durcissement. La méthode utilise une pointe de sonde (connectée à un transducteur de force) pressée contre la couche arrière souple qui affecte l'EVA. La force de réaction correspondante agissant sur la pointe pendant l'indentation et la relaxation qui suit est enregistrée par le transducteur de force et analysée. L'analyse donne un facteur de mérite (G_i) décrivant les propriétés viscoélastiques du matériau. Le principe de la méthode d'indentation est décrit dans les références correspondantes contenues dans la bibliographie.

Une corrélation entre le degré de durcissement et le taux de gel peut être établie par une série de mesurages sur des échantillons, chaque échantillon présentant un degré de durcissement différent. L'indentation peut donc être utilisée comme méthode secondaire pour quantifier le degré de durcissement. Afin de permettre une comparaison plus large, le même ensemble de matériaux échantillons doit être caractérisé à l'aide de la méthode du taux de gel (Article 6 de l'IEC 62788-1-6) après l'indentation pour établir une corrélation entre le taux de gel et le degré de durcissement. La méthode d'indentation est valable pour la combinaison spécifique d'EVA et de couche arrière examinée.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

2 Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'IEC approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

Cette procédure d'essai peut également être appliquée aux copolymères éthyléniques réticulés autres que l'EVA. Le déplacement maximal de la pointe, la charge maximale appliquée et les températures identifiées pour les mesurages de l'indentation dans cette procédure ont été optimisés pour l'EVA. Pour les autres matériaux, la température optimale dépend de la pile de matériaux soumis à l'indentation, de l'encapsulant et de la couche arrière.

La méthode et l'instrumentation sont conçues pour un examen non destructif des modules PV avec une couche arrière souple pour le contrôle du processus de fabrication. La méthode peut ne pas être appliquée aux modules construits en verre ou verre feuilleté. La méthode d'indentation peut être utilisée pour le contrôle de la qualité dans les chaînes de fabrication. La variation de la méthode (un écart-type) est généralement ≤ ±3 % (voir Kunath et al).

8.3 Appareil et équipement pour la méthode d'indentation

Des appareils équivalents qui contiennent les composants suivants et pour lesquels il peut être démontré qu'ils fournissent une répétabilité et une reproductibilité ≤ ±5 % pour deux écarts-types pour la corrélation de G_i, tel que défini dans la Section 3.6, peuvent être utilisés.

L'appareil comprend:

– une sonde rigide;
– un transducteur de force connecté à la sonde, mesurant la force de réaction agissant sur la sonde pendant l'indentation;
– un système de régulation de la température, pour maintenir l'éprouvette d'essai (module) à une température donnée;
– un étage linéaire mécaniquement rigide qui peut être utilisé pour déplacer la sonde et le transducteur de force en vue d'une indentation spécifique au site.

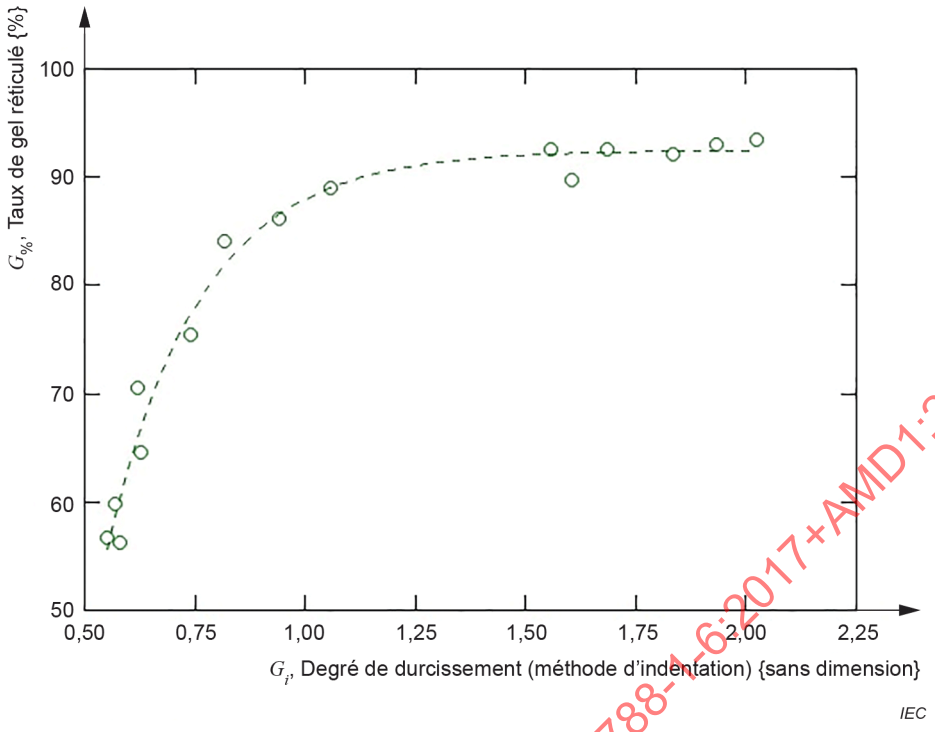
8.4 Étalonnage de l'appareil

La pointe, le transducteur de force et le système de régulation de la température doivent être vérifiés et étalonnés régulièrement conformément aux spécifications du fournisseur d'équipements.

8.5 Corrélation du degré de durcissement

Un ensemble d'éprouvettes présentant un taux de gel réticulé ($G_{\%}$) différent, ainsi que la plage des limites spécifiées par le fabricant (par exemple, celle comprise entre 70 % et 93 %) doivent être utilisés pour l'EVA, afin d'établir une corrélation entre le facteur de mérite (G_i) indiqué par l'appareil et le taux de gel. Les éprouvettes pour corrélation, généralement préparées en faisant varier la durée ou la température de stratification, doivent d'abord être examinées à l'aide de l'appareil d'essai d'indentation. Les éprouvettes pour corrélation doivent ensuite être analysées par la méthode du taux de gel (Article 6 de l'IEC 62788-1-6) afin d'établir une corrélation empirique (meilleur ajustement ou série de meilleurs ajustements dans la plage de corrélation) entre $G_{\%}$ et G_i. La Figure 5 (semblable à Lux et. al.) présente un exemple de corrélation pour un matériau d'EVA. Elle présente un exemple de données de corrélation pour un matériau unique plutôt que l'application de l'indentation à plusieurs éprouvettes de module. Par conséquent, aucune barre d'erreur n'est donnée. En raison de la nature non linéaire du processus de durcissement, il convient de ne pas extrapoler les résultats des méthodes secondaires (y compris l'indentation) au-delà de la plage entre $G_{\%}$ et G_i des éprouvettes pour corrélation.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV



Un exemple de corrélation empirique (ligne pointillée pour un ajustement exponentiel de premier ordre) est présenté pour les données de corrélation (cercles) destinées à une combinaison représentative d'encapsulant et de couche arrière.

Figure 5 – Exemple de corrélation appliquée entre G_i (indentation) et $G_{\%}$ (taux de gel)

8.6 Préparation des éprouvettes pour la méthode d'indentation

La méthode d'indentation n'exige pas une préparation particulière de l'échantillon. Les éprouvettes peuvent être constituées de modules de taille normale ou de mini-modules. Les éprouvettes doivent être placées dans le dispositif d'essai avec le côté couche arrière face à la pointe de la sonde. Les mesurages ne doivent être effectués qu'à des emplacements dans l'éprouvette où une seule cellule est présente (c'est-à-dire, pas à un emplacement entre cellules, ou bien à un emplacement où un ruban d'interconnexion est présent) et qu'à au moins 10 mm du bord d'une cellule. Il convient que les emplacements de mesure dans les matériaux de l'éprouvette soient propres et sans défauts ni dommages.

Si les mesurages sont effectués à des fins de corrélation entre $G_{\%}$ et G_i, des exigences de préparation ultérieure pour la méthode du taux de gel peuvent s'appliquer.

8.7 Procédure d'essai pour la méthode d'indentation

Une éprouvette de module est placée sous la sonde d'essai d'indentation, l'éprouvette et la sonde étant toutes deux maintenues de manière rigide en place. L'éprouvette est chauffée à une température supérieure à la température de transition à l'état fusion de l'encapsulant (par exemple, dans la plage de 85 °C à 95 °C pour l'EVA) et maintenue constante à la température spécifiée ±1 °C pour tous les mesurages. Le chauffage peut, par exemple, être réalisé à partir du bas avec un appareil de chauffage, tel qu'une source lumineuse halogène qui irradie la face avant (côté en verre) du module PV. Lorsque la température d'essai spécifiée est atteinte et stabilisée, la sonde est enfoncée dans la pile couche arrière/encapsulant et le mesurage est effectué. Pour les matériaux contemporains de couche arrière stratifiés sur un encapsulant EVA, une durée de stabilisation d'au moins 45 s est recommandée; toutefois, des durées de stabilisation plus courtes peuvent être utilisées si elles sont validées pour l'indentation. Pour les matériaux contemporains de couche arrière stratifiés sur un encapsulant EVA, la profondeur d'indentation maximale peut être de l'ordre de 120 µm et la charge appliquée peut être de l'ordre de 15 N. La plage de températures optimales de mesure pour la réticulation des matériaux d'encapsulation autres que l'EVA n'a pas encore été établie. La plage des températures d'essai

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

peut devoir être ajustée si la procédure d'essai est appliquée à d'autres matériaux d'encapsulation.

Le mesurage, pour la méthode d'indentation, détermine le facteur de mérite, G_i, qui caractérise le degré de durcissement en fonction de la réponse viscoélastique de l'éprouvette.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

Annexe A
(informative)

Limites des méthodes de mesure principale et secondaire

Le degré de durcissement de l'EVA peut être caractérisé à l'aide de plusieurs méthodes dont l'analyse mécanique dynamique (DMA), la mesure de durcissement rhéométrique, le taux de gel, le rapport de renflement, l'analyse calorimétrique différentielle à balayage (méthodes DSC d'enthalpie résiduelle et de fusion/gel), l'indentation, la vibrométrie, la microscopie acoustique à balayage, l'analyse chimique (y compris la spectroscopie à l'infrarouge avec transformation de Fourier et la spectroscopie Raman), l'élongation mécanique et la spectrophotométrie (le mesurage du trouble, par exemple). Bien qu'offrant une vérification plus directe des caractéristiques mécaniques souhaitées de l'EVA, la DMA est une méthode complexe. Parmi ses différentes applications possibles, elle peut recourir au mesurage rhéologique d'une plaque parallèle ou d'une plaque/d'un cône effectué à l'état fluide. Plus précisément, la DMA exige un volume relativement important de matériau d'essai ainsi qu'une préparation minutieuse des échantillons, prend du temps et utilise des équipements spécialisés. Néanmoins, les résultats de la DMA sont directement liés à la structure moléculaire de l'EVA, y compris la densité de réticulation et la masse moléculaire moyenne entre les réticulations à l'intérieur du réticulat polymérique. La mesure rhéométrique, qui peut être réalisée à l'aide d'un instrument rotatif, examine également directement les propriétés mécaniques. Elle est soumise à la plupart des limites applicables à la DMA, y compris à un grand effectif d'échantillon. Les autres méthodes ont les limites et exigences décrites ci-après.

Le taux de gel est avant tout un long processus qui exige généralement entre 8 h et 24 h. Les facteurs qui peuvent limiter l'exactitude de l'essai incluent les multiples mesurages de la masse (chacun associé à une incertitude) et la contamination croisée potentielle (les échantillons sont transférés dans des conteneurs de pesage/dissolution entre des fours pour exécuter les processus de filtrage, séchage et pesage). En outre, cette méthode utilise des produits chimiques chauffés et toxiques qui présentent un danger potentiel en termes de sécurité. Le taux de gel examine précisément la solubilité de l'EVA, qui est par hypothèse négligeable pour la portion réticulée de l'EVA. L'un des dangers de l'essai du taux de gel est que les éprouvettes d'EVA durcies en dessous d'un seuil de durcissement minimal peuvent se dissoudre entièrement à travers le dé ou le filtre. Plus précisément, les groupes CH_3 terminaux participant à la réticulation représentent 1 % des groupes CH_3 disponibles, même dans l'EVA "durci au maximum". Une étendue de mesure comprise entre 60 % (lorsque le dé peut piéger efficacement le gel) et 90 % (seuil au-dessus duquel seule la dissolution des additifs peut être détectée) a été suggérée pour la méthode du taux de gel. Par ailleurs, un durcissement de l'éprouvette effectué par inadvertance pendant l'essai peut compromettre les résultats. Cette possibilité est réduite le plus possible dans un extracteur Soxhlet, car la température du solvant est ramenée en dessous de son point d'ébullition après condensation; en outre, un antioxydant est ajouté au dé pour atténuer précisément les réactions chimiques, telles que le durcissement. En plus de la réticulation, la solubilité peut être influencée par d'autres paramètres (comme la cristallinité). L'essai du taux de gel ne fournit aucune information relative à la structure réticulée, par exemple le nombre moyen de liens entre les molécules. Toutefois, s'il est correctement effectué, il convient que l'essai du taux de gel corresponde bien aux résultats des essais rhéologiques.

Alors que les méthodes DSC peuvent toutes les deux être appliquées à une plage plus importante du degré de durcissement que la méthode du taux de gel, il est suggéré que la corrélation quantitative à la méthode du taux de gel soit limitée à la plage du taux de gel comprise entre 60 % et 90 %, en fonction de l'efficacité de la méthode du taux de gel. Une limite pratique de la méthode DSC d'enthalpie résiduelle est que cette méthode ne peut pas être mise en corrélation avec un mesurage du taux de gel tant qu'un durcissement suffisant (seuil) n'a pas été franchi. Une autre limite de la méthode DSC d'enthalpie résiduelle est que sa corrélation (son étalonnage) peut être propre à chaque formulation d'EVA examiné. Les résultats sont notamment censés varier rapidement selon le type et la concentration de peroxyde initialement présent dans l'EVA. La méthode DSC d'enthalpie résiduelle examine la chaleur de réaction pour le durcissement au peroxyde de l'EVA. Par conséquent, le mesurage est indirect (il ne requiert pas la structure moléculaire) et dépend du vieillissement, par exemple, l'évaporation du

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

peroxyde pendant le stockage. En outre, les formulations d'EVA contiennent souvent du peroxyde supplémentaire qui ne participe pas à la réticulation de l'EVA, mais qui serait caractérisé par la DSC.

Une limite de la méthode DSC de fusion/gel est que cette méthode dépend des caractéristiques de la résine de base de l'EVA. Par exemple, une variation de la masse moléculaire (M_w) ou de la teneur en acétate de vinyle (VAc) peut affecter les résultats de la méthode DSC de fusion/gel. Par conséquent, les résultats de la méthode DSC de fusion/gel doivent être réétalonnés à l'aide d'une méthode principale si la résine de base est modifiée, par exemple, si le VAc passe de 33 % à 28 %. Par exemple, le degré de durcissement associé à la concavité diminue rapidement avec le VAc. Le degré de durcissement associé à la cristallisation ou au début de cristallisation peut varier d'une façon encore plus complexe avec le VAc. Toutefois, la méthode DSC de fusion/gel fournit trois estimations différentes pour le degré de durcissement. Il est par conséquent recommandé d'appliquer les trois estimations et de déterminer le degré de durcissement à partir de leur moyenne. La méthode DSC de fusion/gel est une méthode de mesure plus directe que la méthode DSC d'enthalpie résiduelle, car la transition de phase varie avec la structure moléculaire de l'EVA. La méthode DSC de fusion/gel intègre les effets de la dégradation de l'EVA (par opposition à la dégradation du peroxyde, qui est examinée à l'aide de la méthode DSC d'enthalpie résiduelle).

Outre la décomposition du peroxyde avec le temps (qui affecte les résultats de la méthode DSC d'enthalpie résiduelle) et la réticulation par UV avec l'âge (qui affecte les résultats de la méthode DSC de fusion/gel), la caractérisation DSC des modules d'EVA obtenus peut être affectée par d'autres facteurs, y compris les autres composants à l'intérieur du module PV. Il convient de prendre en considération la contamination par ou l'interaction avec des composants à l'intérieur d'un module, tels que les revêtements cellulaires, les surfaces de ruban, les surfaces de chaîne, les résidus de flux, les apprêts des couches arrières et les couches adhésives, lorsque l'EVA obtenu à partir de modules déployés sur le terrain est examiné.

Il a été récemment établi que l'indentation présente une capacité de mesure en direct et peut être plus largement appliquée comme méthode secondaire alternative. Les avantages de cette méthode incluent la nature non destructive de l'essai, la capacité à utiliser la méthode sur des modules de produits (plutôt que sur des éprouvettes ou des modules de rebut), la facilité d'automatisation et la vitesse de mesure (de l'ordre de quelques secondes). La méthode peut également être utilisée comme outil de recherche pour cartographier la répartition du degré de durcissement à travers le module.

Une limite de la méthode d'indentation est que les résultats sont propres à la combinaison d'encapsulant et de couche arrière utilisés dans le module et doivent donc avant toute interprétation être mis en corrélation avec ceux d'une autre méthode (la méthode du taux de gel, par exemple). Inversement, la méthode ne peut pas être utilisée pour le verre/les modules de verre puisque l'indentation sur une surface extérieure rigide en verre masquerait la déformation de la couche d'encapsulation et de la couche intérieure d'encapsulation. Dans la mesure où la réponse mécanique relative à l'EVA est sensible à la température, la méthode d'indentation exige de procéder à un contrôle de la température de l'éprouvette – par exemple si les modules sont mesurés dans la même période après leur stratification dans la chaîne de fabrication, après modulation de la température contrôlée en aval dans la chaîne de fabrication ou après réchauffage jusqu'à une température donnée. À l'instar des méthodes DSC, la méthode d'indentation peut être affectée par le vieillissement sur le terrain, à partir duquel la réticulation par UV ou par température peut modifier les résultats de façon à être différents de ceux obtenus à l'état récemment stratifié.

Des informations détaillées et des limites supplémentaires propres aux techniques de mesure secondaires, lorsque celles-ci sont appliquées à l'évaluation du degré de durcissement de l'EVA, peuvent être consultées dans la bibliographie.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

Bibliographie

IEC 61215 (toutes les parties), *Modules photovoltaïques (PV) pour applications terrestres – Qualification de la conception et homologation*

ISO 11357-2, *Plastiques – Analyse calorimétrique différentielle (DSC) – Partie 2: Détermination de la température de transition vitreuse et de la hauteur de palier de transition vitreuse*

ISO 11357-3, *Plastiques – Analyse calorimétrique différentielle (DSC) – Partie 3: Détermination de la température et de l'enthalpie de fusion et de cristallisation*

J.A. Reyes-Labarta, M.M. Olaya, A. Marcilla, *"DSC and TGA study of the transitions involved in the thermal treatment of binary mixtures of PE and EVA copolymer with a crosslinking agent", Polym., 47, 2006, 8194-8202*

Z. Xia, D.W. Cunningham, J.H. Wohlgemuth, *"A Non-solvent Extraction Method for Measuring Gel Content of Ethylene Vinyl Acetate", Proc. IEEE PVSC 2009, 124-126*

Heng-Yu Li, Laure-Emmanuelle Perret-Aebi, Ricardo Théron, Christophe Ballif, Yun Luo, Ronald F. M. Lange, "Towards in-line Determination of EVA Gel Content During PV Modules Lamination Processes", Proc. Euro PVSEC 2010, 4044-4046

P. Ye, A. Salomon, K. Menard, Kevin, *"EVA curing study by DSC for solar application", Proc. 68th Annual Technical Conference – ANTEC, 1, 2010, 608-610*

K. Agroui, G. Collins, J. Farenc, *"Measurement of Glass Transition Temperature of Crosslinked EVA Encapsulant by Thermal Analysis for Photovoltaic Application", Renew Energy, 2011*

M. Hidalgo, F. Medlege, M. Vite, C. Corfias-Zuccalli, P. Voarino, J. Gonzalez-Leon, *"New DSC Method for the Quality Control of PV Modules: Simple and Quick Determination of the Cross-Linking Degree of EVA Encapsulants, and Other Properties", PV Intl. J., 14, 2011, 130-140*

H.Y. Li, L.-E. Perret-Aebi, R. Théron, C. Ballif, Y. Luo, R.F.M. Lange, *"Optical Transmission as a Fast and Non-Destructive Tool for Determination of EVA Curing State in PV modules", PIP, 2011. DOI: 10.1002/pip.1175*

R. Mickiewicz, *"Non-Destructive Measurement of the Degree of Cross-Linking of EVA Solar Module Encapsulation", Proc. ATLAS/NIST Work. PV Mats. Durability, 2011*

J. Lloyd, T. Christian, D. Doble, R.A. Mickiewicz, *"Non-Destructive Measurement of the Degree of Cross-linking of EVA in Solar Module Encapsulation", Proc. IEEE PVSC, 2011*

W. Mühleisen, M. Biebl-Rydlo, M. Spielberger, "Determining the Degree of EVA Cross-Linking in Assembled PV Modules Acoustically and In-Situ", Proc. Euro PVSEC, 2011, 3480-3483

S.-H. Schulze, M. Pander, S. Dietrich, M. Ebert, *"Encapsulation Polymers – a Key Issue in Module Reliability", PV Intl, 2011, 118-126*

W. Stark, M. Jaunich, *"Investigation of Ethylene/Vinyl Acetate Copolymer (EVA) by Thermal Analysis DSC and DMA", Polym Test., 30, 2011, 236-242*

W. Stark, M. Jaunich, W. Bohmeyer, K. Lange, *"Investigation of the Crosslinking Behaviour of Ethylene Vinyl Acetate (EVA) for Solar Cell Encapsulation by Rheology and Ultrasound", Polym Test., 31, 2012, 904-908*

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

M. Winkler, R. Baeuerlein, B. Goetz, F. Sandau, *Proc. Euro. PVSEC, 2012, 3482-3485*

K. Agroui, G. Collins, *"Determination of Thermal Properties of Crosslinked EVA Encapsulant Material in Outdoor Exposure by TSC and DSC Methods", Renewable Energy, 2013*

B.S. Chernev, Ch. Hirschl, G.C. Eder, "Non-Destructive Determination of Ethylene Vinyl Acetate CrossLinking in Photovoltaic (PV) Modules by Raman Spectroscopy", Appl. Spectroscopy, 67 (11), 2013, 1296-1301

Ch. Hirschl, M. Biebl-Rydlo, M. DeBiasio, W. Mühleisen, L. Neumaier, W. Scherf, G. Oreski, G. Eder, B. Chernev, W. Schwab, M. Kraft, *"Determining the Degree of Crosslinking of Ethylene Vinyl Acetate Photovoltaic Module Encapsulants — A comparative Study", Solmat, 116, 2013, 203-218*

Y.S.H. Johnson, Y.-L.L. Lawrence, D. Israel, M. Baiardo, Y.-H. Chou, G.-Z. Fan, S.-Y. Huang, *"Simple Modeling for Quick Determination of the Gel Content of EVA Encapsulants in PV Module Fabrication", Proc. Euro. PVSEC, 2013*

H.-Y. Li, L.-E. Perret-Aebi, R. Théron, C. Ballif, Y. Luo, R.F.M. Lange, *"Optical Transmission as a Fast and Non-Destructive Tool for Determination of Ethylene-co-Vinyl Acetate Curing State in Photovoltaic Modules" PIP, 21, 2013, 187-194*

E. Malguth, B. Buhl, T. Schenk, "Fast and Non-.Destructive Determination of the EVA Cross-Linking Degree for Inline and Off-Line Application", Proc Euro PVSEC, 2013, 472-475.

D.C. Miller, X. Gu, S. Haldeman, M. Hidalgo, E. Malguth, C.G. Reid, T. Shioda, S.-H. Schulze, Z.-Y. Wang, J.H. Wohlgemuth, *"Examination of a Standardized Test for Evaluating the Degree of Cure of EVA Encapsulation", Proc Asian PVSEC, 2013*

A. Morlier, S. Klotz, S. Sczuka, I. Kunze, I. Schaumann, S. Blankemeyer, M. Siegert, T. Döring, T. Alshuth, U. Giese, M. Denz, M. Köntges, *"Influence of the curing state of Ethylene-Vinyl-Acetate on photovoltaic modules aging", Proc. Euro PVSEC, 2013, 2832-2837*

M. Hidalgo, D. Thil, C. Dugué, *"Assessment of the Cross-Linking Degree of EVA PV encapsulants" PV Intl., 2013, 98-103*

C. Lux, U. Blieske, E. Malguth, N. Bogdanski, *"Variations in Cross-link Properties of EVA of Un-aged and Aged PV-modules", Proc. Euro PVSEC, 2014*

G. Oreski, "Advanced Methods for Determining PV Module Process Optimization Potential", PV Intl, 2014, 71-78.

G. Oreski, A. Rauschenbach, Ch. Hirschl, L. Neumaier, M. Kraft, G. Pinter, "Challenges in Measuring the Degree of Cross-Linking of Ethylene Vinyl Acetate", Proc. Euro. PVSEC, 2014, 2457-2461.

Ch. Hirschl, L. Neumaier, W. Mühleisen, M. DeBiasio, R. Leitner, M. Zauner, G. Oreski, A. Rauschenbach, G. C. Eder, S. Seufzer, Ch. Berge, E. Rüland M. Kraft, "In-Line Quality Control Device for the Degree of Crosslinking of the Embedding Material", Proc. Euro PVSEC, 2015, 5BV4.3.

Ch. Hirschl, L. Neumaier, W. Mühleisen, M. DeBiasio, G. Oreski, A. Rauschenbach, "Post-crosslinking in Photovoltaic Modules Under Different Conditions", Proc. Euro PVSEC, 2015.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

S. Kunath, Marco Vogel, Michael Mette, Enno Malguth, "Evaluation of Gel Conent-Measurement-Method for Mass Production of Glass-Foil Based Crystalline Silicon PV Modules", Proc. Euro. PVSEC, 2015.

H.-Y. Li, Y. Luo, C. Ballif, L.-E. Perret-Aebi, "Fast and Nondestructive Detection on the EVA Gel Content in Photovoltaic Modules by Optical Reflection", IEEE J. PV, 2015.

S.-H. Schulze, A. Apel, D. Dassler, C. Ehrich, "Cure State Assessment of EVA-Copolymers for PV-Applications Comparing Dynamic-Mechanical, Dielectric and Calorimetric Properties", SOLMAT, 143, 2015, 411–417.

Ch. Hirschl, L.Neumaier, W.Mühleisen, M.Zauner, G.Oreski, G.C.Eder, S. Seufzer, Ch.Berge, E.Rüland, M.Kraft, "In-line determination of the degree of crosslinking of ethylene vinyl acetate in PV modules by Raman spectroscopy", SOLMAT, 52, 2016,10–20.

D. Chen, A. Green, D. Dollimore, "DSC: the Importance of Baseline Calibration", Thermochimica Acta, 284 (2), 1996, 429–433

Dan Doble, Rafal Mickiewicz, John Lloyd, Marco Jaeger, William F. Hartman, “Methods and Apparatus for Detecting Cross-Linking in a Polymer”, patent application US 20120118071 A1, 2012

B.-M. Chen, C.-Y. Peng, J.-L. Cho, G.A. Porter, "Optimization of Solar Module Encapsulant lamination by Optical Constant Determination of Ethylene Vinyl Acetate", *Int. J. Photoenergy*, 2015, 1-7

C. Camus, C. Buerhop-Lutz, S. Wrana, J. Adams, T. Pickel, H. Scheuerpflug, C. Zetzmann, E. Malguth, J. Hauch, C.J. Brabec, “Direct Evidence for Hot-Cell-Induced Modifications in PV Module Encapsulants”, *Proc. Euro PVSEC*, 2016, 5BO.10.6

K. Harms, L. Neumaier & C. Hirschl, Determination of Depth-Dependent Variations in the Degree of Crosslinking of EVA due to Changing Lamination Parameters Using Raman Spectroscopy, *Proc. Euro PVSEC Conf.*, 2019, 4AV.1.23

S. Ogier, C. Vidal, D. Chapron, P. Bourson, I. Royaud, M. Ponçot, M. Vite, M. Hidalgo, “A comparative study of calorimetric methods to determine the crosslinking degree of the ethylene-Co-vinyl acetate polymer used as a photovoltaic encapsulant”, *J. Polym. Sci.*, 2017. DOI: 10.1002/polb.24335

G. Oreski, A. Rauschenbach, C. Hirschl, M. Kraft, G.C. Eder, G. Pinter, “Crosslinking and Post-Crosslinking of Ethylene Vinyl Acetate in Photovoltaic Modules”, *J. Appl. Polym. Sci.,* 134 (23), 2017. DOI: 10,1002/app.44912

A.K. Singh, R. Singh, "The Effect of Degree of Gel Content of EVA Encapsulation on the Properties of Encapsulant Itself and Finally on the Reliability of the Solar Module in the Field", *RenewSys White paper*, 1-10, 2017

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

IEC 62788-1-6

Edition 1.1 2020-05

FINAL VERSION

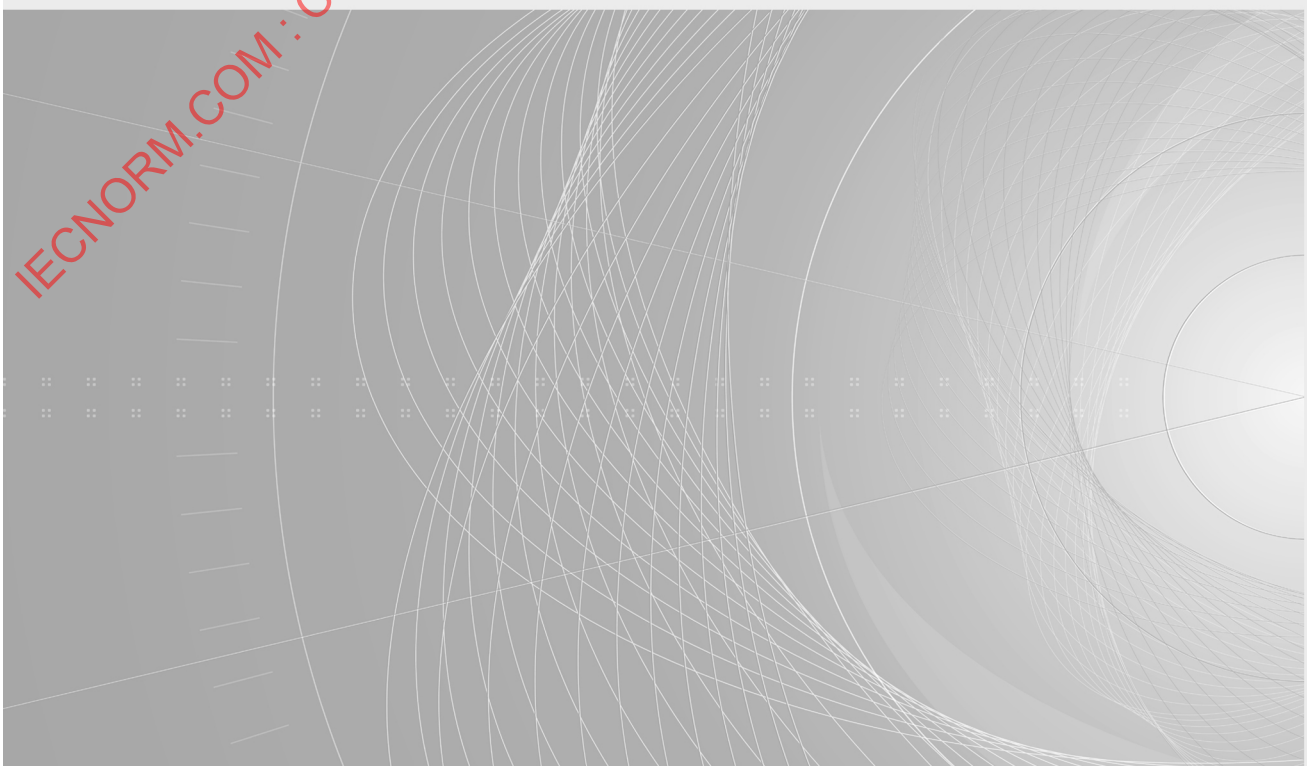
VERSION FINALE

colour inside

Measurement procedures for materials used in photovoltaic modules – Part 1-6: Encapsulants – Test methods for determining the degree of cure in Ethylene-Vinyl Acetate

Procédures de mesure des matériaux utilisés dans les modules photovoltaïques –
Partie 1-6: Encapsulants – Méthodes d'essai pour déterminer le degré de durcissement dans l'éthylène-acétate de vinyle

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV



IEC 62788-1-6:2017-01+AMD1:2020-05 CSV(en-fr)

CONTENTS

FOREWORD 4
1 Scope 6
2 Normative references 6
3 Terms and definitions 7
4 Principle 8
5 DSC secondary method 8
5.1 Instrument and equipment for the secondary method 8
5.1.1 General 8
5.1.2 Electronic balance 8
5.1.3 Differential scanning calorimeter 8
5.1.4 Instrument calibration 9
5.2 Specimen preparation for the secondary method 9
5.2.1 Sampling and storage 9
5.2.2 Preparation procedures 9
5.3 Test requirements for the secondary method 10
5.3.1 Environment requirements 10
5.3.2 Parameter settings (residual enthalpy method) 10
5.3.3 Parameter settings (melt/freeze method) 10
5.3.4 Parameter settings (combined enthalpy and melt/freeze method) 10
5.4 Test procedure for the secondary method 11
5.5 Calculation and expression of the results for the secondary method 11
5.5.1 Enthalpy method 11
5.5.2 Melt/freeze method 12
5.6 Uncertainty of measurements for the secondary method 16
6 The primary method 16
6.1 Principle for the primary method 16
6.2 Instrument and equipment for the primary method 17
6.2.1 Electronic balance 17
6.2.2 Soxhlet extractor 17
6.2.3 Thimble 17
6.2.4 Heating apparatus 17
6.2.5 Handling apparatus 18
6.2.6 Solvent 18
6.3 Specimen preparation for the primary method 18
6.3.1 Sampling and storage 18
6.3.2 Preparation procedures 18
6.4 Test requirements for the primary method – Environment requirements 19
6.5 Test procedure for the primary method 19
6.6 Calculation and expression of the results for the primary method 19
7 Test report 19
8 Indentation secondary method 20
8.1 General 20
8.2 Principle 21
8.3 Instrument and equipment for the indentation method 21
8.4 Instrument calibration 22

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

8.5 Correlation of the degree of cure 22
8.6 Specimen preparation for the indentation method 22
8.7 Test procedure for the indentation method 23
Annex A (informative) Limitations of the primary and secondary measurement methods 24
Bibliography 26

Figure 1 – Example result for the DSC residual enthalpy method 12
Figure 2 – Location of temperatures and temperature ranges used in the melt/freeze DSC method 13
Figure 3 – Example of the temperature bounds applied for an automated software integration algorithm 15
Figure 4 – Representation of the measurement profile for an EVA test specimen 16
Figure 5 – Example of the correlation applied between G_i (indentation) and $G_{\%}$ (gel content) 22

Table 1 – Summary of the results for the example measurements shown in Figure 2 14

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

_____

MEASUREMENT PROCEDURES FOR MATERIALS USED IN PHOTOVOLTAIC MODULES –

Part 1-6: Encapsulants – Test methods for determining the degree of cure in Ethylene-Vinyl Acetate

FOREWORD

1) The International Electrotechnical Commission (IEC) is a worldwide organization for standardization comprising all national electrotechnical committees (IEC National Committees). The object of IEC is to promote international co-operation on all questions concerning standardization in the electrical and electronic fields. To this end and in addition to other activities, IEC publishes International Standards, Technical Specifications, Technical Reports, Publicly Available Specifications (PAS) and Guides (hereafter referred to as "IEC Publication(s)"). Their preparation is entrusted to technical committees; any IEC National Committee interested in the subject dealt with may participate in this preparatory work. International, governmental and non-governmental organizations liaising with the IEC also participate in this preparation. IEC collaborates closely with the International Organization for Standardization (ISO) in accordance with conditions determined by agreement between the two organizations.
2) The formal decisions or agreements of IEC on technical matters express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the relevant subjects since each technical committee has representation from all interested IEC National Committees.
3) IEC Publications have the form of recommendations for international use and are accepted by IEC National Committees in that sense. While all reasonable efforts are made to ensure that the technical content of IEC Publications is accurate, IEC cannot be held responsible for the way in which they are used or for any misinterpretation by any end user.
4) In order to promote international uniformity, IEC National Committees undertake to apply IEC Publications transparently to the maximum extent possible in their national and regional publications. Any divergence between any IEC Publication and the corresponding national or regional publication shall be clearly indicated in the latter.
5) IEC itself does not provide any attestation of conformity. Independent certification bodies provide conformity assessment services and, in some areas, access to IEC marks of conformity. IEC is not responsible for any services carried out by independent certification bodies.
6) All users should ensure that they have the latest edition of this publication.
7) No liability shall attach to IEC or its directors, employees, servants or agents including individual experts and members of its technical committees and IEC National Committees for any personal injury, property damage or other damage of any nature whatsoever, whether direct or indirect, or for costs (including legal fees) and expenses arising out of the publication, use of, or reliance upon, this IEC Publication or any other IEC Publications.
8) Attention is drawn to the Normative references cited in this publication. Use of the referenced publications is indispensable for the correct application of this publication.
9) Attention is drawn to the possibility that some of the elements of this IEC Publication may be the subject of patent rights. IEC shall not be held responsible for identifying any or all such patent rights.

This consolidated version of the official IEC Standard and its amendment has been prepared for user convenience.

IEC 62788-1-6 edition 1.1 contains the first edition (2017-01) [documents 82/1197/FDIS and 82/1231/RVD] and its amendment 1 (2020-05) [documents 82/1691/FDIS and 82/1720/RVD].

This Final version does not show where the technical content is modified by amendment 1. A separate Redline version with all changes highlighted is available in this publication.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

International Standard IEC 62788-1-6 has been prepared by IEC technical committee 82: Solar photovoltaic energy systems.

This document has been drafted in accordance with the ISO/IEC Directives, Part 2.

A list of all parts in the IEC 62788 series, published under the general title *Measurement procedures for materials used in photovoltaic modules*, can be found on the IEC website.

The committee has decided that the contents of the base publication and its amendment will remain unchanged until the stability date indicated on the IEC web site under "http://webstore.iec.ch" in the data related to the specific publication. At this date, the publication will be

- reconfirmed,
- withdrawn,
- replaced by a revised edition, or
- amended.

IMPORTANT – The 'colour inside' logo on the cover page of this publication indicates that it contains colours which are considered to be useful for the correct understanding of its contents. Users should therefore print this document using a colour printer.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

MEASUREMENT PROCEDURES FOR MATERIALS USED IN PHOTOVOLTAIC MODULES –

Part 1-6: Encapsulants – Test methods for determining the degree of cure in Ethylene-Vinyl Acetate

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

1 Scope

This part of IEC 62788 defines the terminology, test equipment, test environment, specimen preparation, test procedures, and test report for measuring the degree of cure of Ethylene-Vinyl Acetate (EVA) encapsulation sheet used in photovoltaic (PV) modules. The differential scanning calorimetry (both residual enthalpy and melt/freeze protocols) and gel content methods are included herein. This procedure can be used by material- or module-manufacturers to verify that the cross-linking additive is present and is active. The procedure can also be used to verify the module manufacturing (lamination) process for the purposes of quality and process-control. The procedure can also be used to assess the uniformity of the EVA formulation within a roll as well as to compare variation of the EVA formulation from roll to roll. This procedure can be applied to uncured or recently cured EVA sheet as well as uncured or recently cured EVA from PV modules.

This test procedure can also be applied to cross-linking ethylenic co-polymers other than EVA. The temperatures identified for the calorimetry measurements in this procedure have been optimized for EVA. Therefore, if the test procedure is applied to other encapsulation materials, the range of the test temperatures can have to be adjusted based on the active temperature of the curing agent and/or the melt/freeze temperature of the base material.

2 Normative references

The following documents are referred to in the text in such a way that some or all of their content constitutes requirements of this document. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

IEC 61215-1, *Terrestrial photovoltaic (PV) modules – Design qualification and type approval – Part 1: Test requirements*

ISO/IEC 17025:2005, *General requirements for the competence of testing and calibration laboratories*

ISO 291:2008, *Plastics – Standard atmospheres for conditioning and testing*

ISO 6427:2013, *Plastics – Determination of matter extractable by organic solvents (conventional methods)*

ISO 6721-1, *Plastics – Determination of dynamic mechanical properties – Part 1: General principles*

ISO 11357-1:2009, *Plastics – Differential scanning calorimetry (DSC) – Part 1: General principles*

ISO 10147:2011, *Pipes and fittings made of crosslinked polyethylene (PE-X) – Estimation of the degree of cross-linking by determination of the gel content*

ISO 14577-1, *Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters – Part 1: Test method*

ASTM D2765-11, *Standard test methods for determination of gel content and swell ratio of crosslinked ethylene plastics*

3 Terms and definitions

For the purposes of this document, the terms and definitions given in IEC TS 61836 and the following apply.

ISO and IEC maintain terminological databases for use in standardization at the following addresses:

- IEC Electropedia: available at http://www.electropedia.org/
- ISO Online browsing platform: available at http://www.iso.org/obp

NOTE Calculations related to these definitions are given in 5.5.

3.1
degree of cure
G
unitless parameter that characterizes the extent of cross-linking within EVA

Note 1 to entry: Unlike the cross-link density, which is a physical quantity defined by the theory of rubber elasticity, the degree of cure in a polymer may be assessed by any experimental method that distinguishes partially cured specimens with respect to one another or with respect to a reference material. The degree of cure can be correlated to the gel content, which is the mass percentage of insoluble material (assumed to be cross-linked) within the specimen.

3.2
heat flow
Q
thermal flux across a specified area in the direction of a temperature gradient, W

Note 1 to entry: The specific heat flow, q, is defined as the thermal flux per unit mass of the specimen, W g^{-1}.

3.3
differential scanning calorimetry
DSC
thermoanalytical technique described in ISO 11357-1, in which the difference in the amount of heat flow required to change the temperature of a material specimen and a reference is measured as a function of temperature or time

Note 1 to entry: Both the specimen and reference are maintained at nearly the same temperature during DSC characterization. DSC may be applied to quantify the amount of heat generated or absorbed during the processing (curing) of EVA. The effects of cross-linking, which occur from changes in the molecular structure of the EVA, may also be examined using DSC at the phase transitions (glass transition, melting point, and crystallization temperature). The determination of the phase transition temperatures is described in ISO 11357-2 and ISO 11357-3.

3.4
differential scanning calorimeter
instrument used to measure the heat flow difference between the test crucible (containing the specimen) and reference (typically empty) crucible

3.5
gel content
percentage of mass content of polymer insoluble in a specified solvent after extraction according to the specified test conditions

Note 1 to entry: The gel is typically composed of insoluble cross-linked material.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

3.6
degree of cure
G_i
<indentation method> parameter that correlates with the extent of cross-linking within the EVA using the indentation method

Note 1 to entry: Unit: dimensionless.

4 Principle

The degree of cure of EVA may be quickly inferred using a "secondary method", such as differential scanning calorimetry (DSC, ISO 11357-1), described in Clause 5. Established alternative secondary methods, as identified in Annex A, or specialized equipment may also be used directly for the purpose of manufacturing and quality control. When the results of the secondary method are to be compared between different institutions, they shall be calibrated using a slower, more universal "primary" method, the gel content test as described in Clause 6, similar to the procedures described in ISO 6427, ISO 10147 and ASTM D2765. The primary method may also be applied for research and development when the results of the secondary method are to be compared between formulations of EVA. A test procedure for the primary method is described in Clause 6. The results of the primary or secondary methods may be correlated to the module qualification tests (IEC 61215 series) or additional field durability data to identify the minimum degree of cure necessary. Examples correlating between the secondary and primary methods may be found in the bibliography of Annex A.

The DSC measurements for EVA may be interpreted based on the enthalpy of the cross-linking reaction or the characteristics of the melt/freeze transition as described in 5.5. Because the melt/freeze transition does not depend on the concentration of residual peroxide, the DSC melt/freeze method may be applied to specimens obtained from fielded modules. Limitations of the primary and secondary methods are discussed in Annex A.

5 DSC secondary method

5.1 Instrument and equipment for the secondary method

5.1.1 General

References for the application of the DSC method are provided in Annex A.

5.1.2 Electronic balance

The micro balance should have a measurement resolution of at least 0,01 mg, and a maximum range of at least 20 mg.

5.1.3 Differential scanning calorimeter

5.1.3.1 The calorimeter should have a temperature accuracy of at least ±0,1 °C, temperature precision of at least 0,01 °C, calorimetric accuracy of at least ±0,5 % (or 0,2 mW), calorimetric sensitivity of at least 2 μW, and calorimetric repeatability of at least ±0,5 %.

5.1.3.2 The oven heating/cooling rate should be adjustable between 5 °C min^{-1} and 30 °C min^{-1} measured with a thermometric accuracy of at least ±0,1 °C min^{-1}.

5.1.3.3 The baseline drift (absolute value of signal change between the two integration limit, for an empty cell) should be less than 50 μW, for the temperature range from –50 °C to 250 °C.

5.1.3.4 The baseline curvature (the biggest deviation from the integration baseline) should be less than 50 μW, for the temperature range from –50 °C to 250 °C.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

5.1.4 Instrument calibration

The instrument should be calibrated routinely according to the instrument manufacturer's specification, using the instrument supplier's recommended calibration methods. Accuracy calibration should be performed using standard substances, for example, indium or tin, as the temperature and heat-flow verification material. Sapphire may be used to quantify the baseline (curvature) of the instrument drift. The instrument should specifically be recalibrated if the test rate, type of pan, or test atmosphere has been changed before DSC measurements.

NOTE The importance, performance, and considerations related to DSC instrument calibration are described further in D. Chen, A. Green, D. Dollimore, "DSC: the Importance of Baseline Calibration", Thermochimica Acta, 284 (2), 1996, 429–433.

5.2 Specimen preparation for the secondary method

5.2.1 Sampling and storage

5.2.1.1 Because the results for the secondary method may depend on the make of EVA, test results may only be directly compared for the same formulation of EVA. Therefore, test specimens should come from the same manufacturer(s) for the same fabrication lay-up configuration (backsheet/EVA combination). Changes in the encapsulant that affect the curing process, including but not limited to a change of the material supplier, would require validating the correlation between $G_{\%}$ and the degree of cure. For example, if the percentage vinyl acetate content in the EVA resin changes, a new correlation between $G_{\%}$ and the degree of cure (from a secondary method) should be obtained because the percentage vinyl acetate content is known to significantly affect the viscoelastic-dependent cure characteristics of the encapsulant.

5.2.1.2 Additional experimentation shall be performed using uncured EVA to establish a baseline for the uncured state (for both the DSC residual enthalpy and melt/freeze methods) and a previously cured ("maximum cured") EVA used to establish a baseline for the final cured state (for the melt/freeze method).

If the experiment is intended to monitor a production process, the "maximum cured" samples should be taken from a laminated module or test sample subjected to the thermal history used in lamination. If the experiment is intended to monitor the complete consumption of peroxide (which often does not occur during the lamination of a PV module), additional processing (time or temperature) may be required.

5.2.1.3 Operators should wear clean gloves when preparing and handling samples.

5.2.1.4 When storage is required, the EVA should be packaged in a marked, sealed bag for later use.

5.2.1.5 Specimens should be kept dry (stored at below 50 % relative humidity), maintained at ambient temperature, and not exposed to light.

It is recommended to verify that the results of the secondary method do not change with storage time.

5.2.2 Preparation procedures

5.2.2.1 Weigh the empty specimen crucible and empty reference crucibles.

The use of aluminium crucibles is recommended for use with EVA.

5.2.2.2 Prepare EVA specimens 5 mg to 9 mg in size (or of a size recommended by the DSC instrument manufacturer), obtained from a single sheet of material. The accuracy of the measurement of the specimen mass should be at least 1 %.

5.2.2.3 A minimum of 2 samples shall be used from each roll of EVA for process control.

5.2.2.4 Place each specimen in a separate crucible, and seal the crucible with a lid.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

A non-hermetic aluminium crucible meets the requirement for this test.

The final geometry, specifically the flatness of bottom surface of the crucible, can affect its thermal contact to the instrument, which is critical to the measurement. If the crucible geometry is compromised during preparation, the specimen should be discarded.

If the specimen or lid is not well seated relative to the crucible, it will affect the measurement, and the specimen should be discarded.

5.2.2.5 Record the measured mass of each specimen and its crucible.

5.3 Test requirements for the secondary method

5.3.1 Environment requirements

The recommended laboratory environment of (25 ± 2) °C and the relative humidity of (50 ± 5) % shall be used, as in ISO 291.

DSC tests should be performed using a dry inert carrier gas, such as nitrogen, in the DSC instrument. The gas flow rate shall be specified by the user, for example, (50 ± 5) ml·min^{-1}. The purity of gas should be at least 99,99 %.

5.3.2 Parameter settings (residual enthalpy method)

The following test parameters are recommended for use during the DSC residual enthalpy method:

Data acquisition rate: 5 Hz (0,2 s·point^{-1});

Initial temperature: 25 °C;

End temperature: 225 °C;

Heating rate: 10 °C·min^{-1}.

The completion of the peroxide reaction may be verified using a second thermal cycle (cool to 25 °C and reheat to 225 °C). The residual enthalpy for maximum cured EVA should be < 0,1 J·g^{-1} during this second thermal cycle.

5.3.3 Parameter settings (melt/freeze method)

The following test procedure is recommended for use during the DSC melt/freeze method:

Data acquisition rate: 5 Hz (0,2 s·point^{-1});

Initial temperature: 25 °C;

Heat to 100 °C at the rate of 10 °C·min^{-1};

Cool to –20 °C at the rate of 10 °C·min^{-1}.

Care should be taken to ensure that the heating used to melt the specimen and erase structure-related effects is limited to temperatures less than that capable of activating the peroxide. If a reaction is evident in the data profile for heating, a temperature less than 100 °C should be used.

5.3.4 Parameter settings (combined enthalpy and melt/freeze method)

The following test procedure (with no dwell time occurring between the separate steps) is recommended for performing the DSC enthalpy and melt/freeze characterization on the same specimen, in a single test:

Data acquisition rate: 5 Hz (0,2 s·point^{-1});

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

Initial temperature: 25 °C;

Heat to 100 °C at the rate of 10 °C·min^{-1};

Cool to –20 °C at the rate of 10 °C·min^{-1};

Heat to 225 °C at the rate of 10 °C·min^{-1}.

Additional data obtained after cooling from 225 °C, can be used for the "maximum cured" reference specimen required for the DSC melt/freeze method. To make use of the combined DSC method to also obtain data for the maximum cured reference specimen, cooling should be carried out to –20 °C at the rate of 10 °C·min^{-1}, so that the freeze transition is accurately characterized after thoroughly curing the test specimen in the calorimeter. If the maximum cured reference specimen is measured after the combined DSC characterization of a set of EVA specimens, the specimens with the greatest previous thermal history (temperature and time) should be used, to ensure that the EVA is thoroughly cured.

5.4 Test procedure for the secondary method

5.4.1 The DSC tests shall be carried out as follows.

5.4.2 The test parameters in 5.3.2 shall be used for the DSC residual enthalpy method; the test parameters in 5.3.3 shall be used for the DSC melt/freeze method; or the test parameters in 5.3.4 shall be used for the combined DSC residual enthalpy and melt/freeze methods.

5.4.3 Confirm the furnace (flange) temperature for the calorimeter is in a safe temperature range, and open the lid.

5.4.4 Place the specimen crucible and the empty reference crucible in the oven, and close the lid.

5.4.5 Specify the mass of the specimen and reference crucible to the calorimeter and initiate the test. An isothermal hold at the endpoints of the test segments within the method (i.e., initial, hot, or cold temperatures) shall not be used for the residual enthalpy, melt/freeze, or combined methods. In order to obtain the most consistent results, it is recommended to use the same test method (residual enthalpy, melt/freeze, or combined) for the purpose of process control or other sample comparison.

5.4.6 Remove the crucibles from the calorimeter at the end of test.

It is suggested that the specimen(s) be weighed after the test, which may be compared to the initial mass to verify the integrity of the crucible. The final weights of the specimen(s) may also be used to confirm the specimen identity.

5.4.7 Record test data, and calculate the degree of cure according to the method in 5.5.

5.5 Calculation and expression of the results for the secondary method

5.5.1 Enthalpy method

The degree of cure for the DSC residual enthalpy method shall be calculated using Formula (1):

$$G_e = \frac{h_u - h_t}{h_u} 100 \quad (1)$$

In the formula, G_e represents the degree of cure for the enthalpy method, %; h_u, the measured specific enthalpy of EVA of an uncured reference specimen, $J \cdot kg^{-1}$; and h_t, the measured specific enthalpy of EVA of the test specimen, $J \cdot kg^{-1}$.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

The specific enthalpy shall be determined using the instrument software from the integral of the measured heat flow, using the limits of integration from 100 °C to 200 °C for the specified heating rate. The specific enthalpy for the test specimen may include multiple peaks within the bounds of integration.

An example result is shown in Figure 1, where an offset has been added to q to distinguish the test and reference data profiles. As in Figure 1, the degree of cure, G_e, for the test specimen in the figure is 87,6 %.

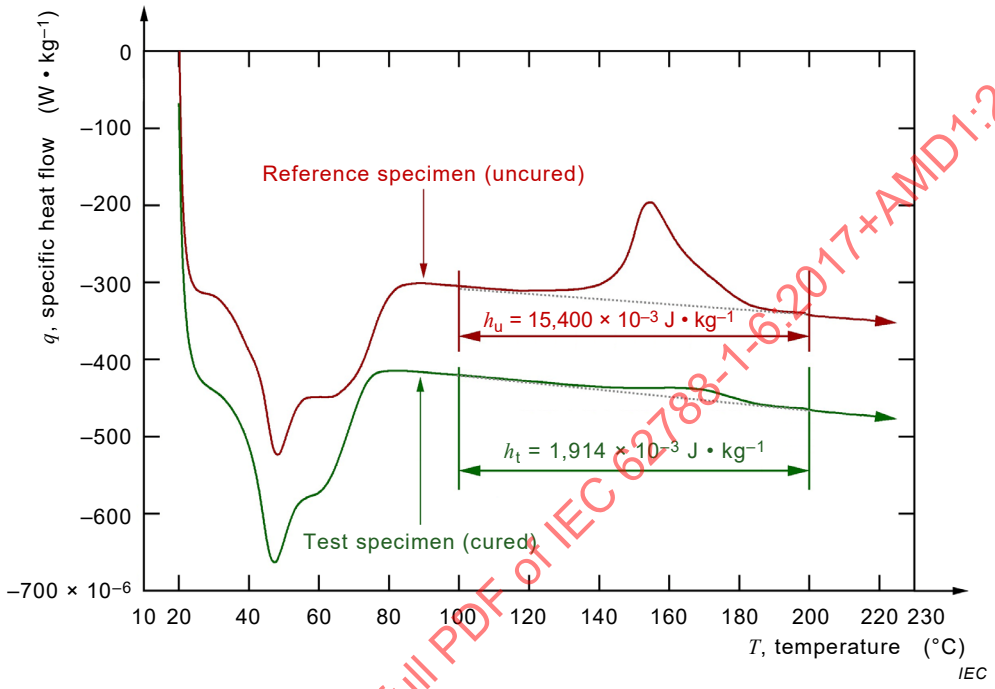


Figure 1 – Example result for the DSC residual enthalpy method

The data profiles (with an offset added to the specific heat flow to distinguish the data) are shown for a cured test specimen and an uncured reference specimen.

The presence of contamination (from backsheet or other materials) may be verified from the data profile. Contamination will result in unexpected peaks within the data profile, which should be noted in the test report.

5.5.2 Melt/freeze method

5.5.2.1 Determination of the degree of cure

The analysis for the DSC melt/freeze method considers three parameters within the measured data: the maximum of the crystallization (freeze) temperature, the extrapolated onset of the crystallization temperature, and the concavity of the data profile below the crystallization temperature (assessed using a quantitative shape factor). The DSC melt/freeze method may be applied to any EVA specimen, regardless of its thermal history (including EVA from fielded modules), to quantify its degree of cure. The degree of cure for the DSC melt/freeze method shall be calculated from Formulas (2) to (5):

$$G_a = \left(\frac{G_c + G_o + G_{SF}}{3} \right) \quad (2)$$

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

$$G_c = \frac{T_{c,u} - T_{c,t}}{T_{c,u} - T_{c,m}} 100 \quad (3)$$

$$G_o = \frac{T_{o,u} - T_{o,t}}{T_{o,u} - T_{o,m}} 100 \quad (4)$$

$$G_{S,F} = \frac{SF_u - SF_t}{SF_u - SF_m} 100 \quad (5)$$

In the formulas, G_a represents the average value for the degree of cure from the DSC melt/freeze method, %; G_c represents the degree of cure determined for the change in the maximum of the crystallization temperature, %; G_o represents the degree of cure determined for the change in the temperature extrapolated at the onset of the crystallization, %; and G_{SF} represents the degree of cure determined for the change in the concavity of the data profile below the crystallization temperature, %. In the formulas, the subscript –a refers to the average (numerical mean); –c, the maximum crystallization temperature; –o, the extrapolated temperature at the onset of the crystallization; –*SF*, the concavity of the data profile below the crystallization temperature (evaluated using a shape factor – See 5.5.2.2); –t, the cured test specimen; –m, the previously laminated ("maximum cured") reference EVA specimen; and –u, a reference EVA specimen with no prior thermal history ("uncured").

Figure 2 shows an example, where the applicable temperatures (T_c and T_o) and temperature range for the shape factor are identified in the figure for the test specimen. The data is shown for specimens of the same EVA formulation, so that the effects of the curing process are evident. An offset has been added to q to distinguish the test and reference (uncured and maximum cured) data profiles.

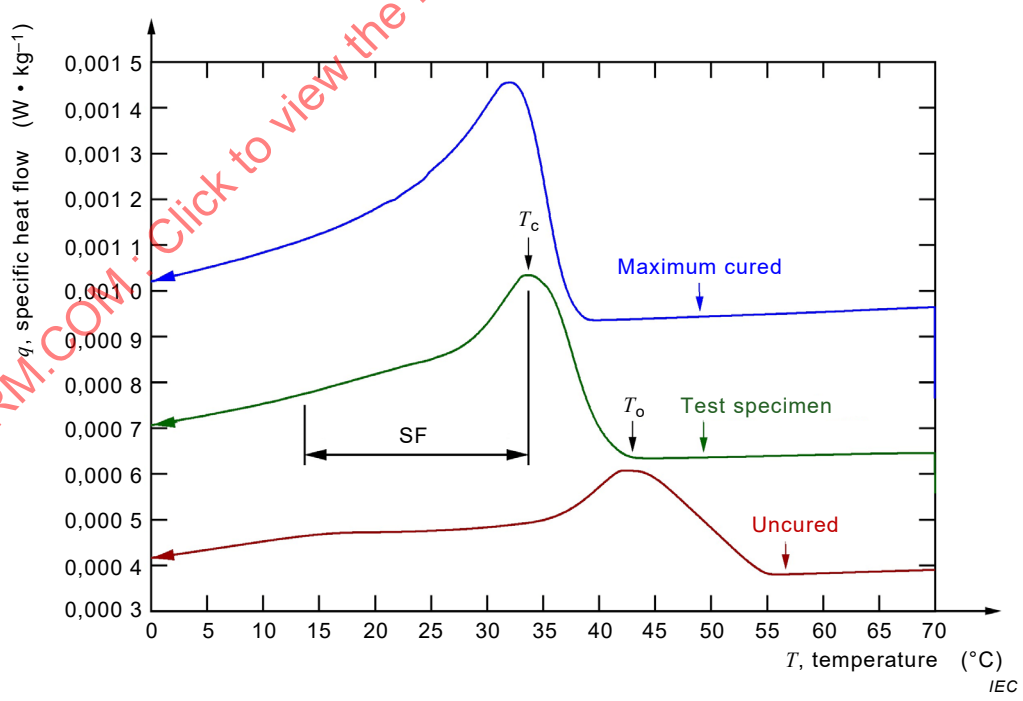


Figure 2 – Location of temperatures and temperature ranges used in the melt/freeze DSC method

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

The data profiles (with an offset added to the specific heat flow to distinguish the data) are shown for test and reference specimens.

The results shown in Figure 2 are summarized in Table 1. The values, determined from Formulas (2) to (5), are provided as an example. Table 1 formally demonstrates the required data (temperature and shape factor values) and corresponding results for the DSC melt/freeze method.

Table 1 – Summary of the results for the example measurements shown in Figure 2

	SPECIMEN	T_c °C	T_o °C	SF %
MEASUREMENTS	n, uncured reference	42,3	54,4	79,9
	f, maximum cured reference	32,0	37,2	63,7
	t, test	33,7	40,3	66,4
	G_a %	G_c %	G_o %	G_{SF} %
RESULTS	83,0	83,4	82,4	83,1

For software equipped DSC instruments, an integration algorithm may be used to automatically determine T_c and T_o. The choice of the upper-limit and lower-limit bounds for the integration operation can, however, affect the T_c and T_o values. To achieve repeatable results, it is recommended that the user check for repeatability of the T_c and T_o values given by the software, which can be done by manually varying the limits for the integration. The following steps, which should apply for a broad variety of EVA specimens, are recommended for the automated determination of T_c and T_o.

i) The upper-limit temperature (T_{ul}, °C) shall be fixed by taking the approximate T_c value (based on visual inspection of the measured thermogram), and adding 15 °C, as shown in Figure 3. T_{ul} should fall within the flat region in the thermogram that precedes the crystallization peak during cooling. After the integration analysis, T_{ul}, should be greater than, but located near T_o.

ii) Once T_{ul}, has been assigned, the lower-limit temperature bound (T_{ll}, °C) may be determined by using the software to draw a horizontal line from T_{ul} down to the temperature intersecting the data profile in the thermogram, Figure 3. For EVA, T_{ll} will typically fall in the range from –20 °C to –10 °C.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

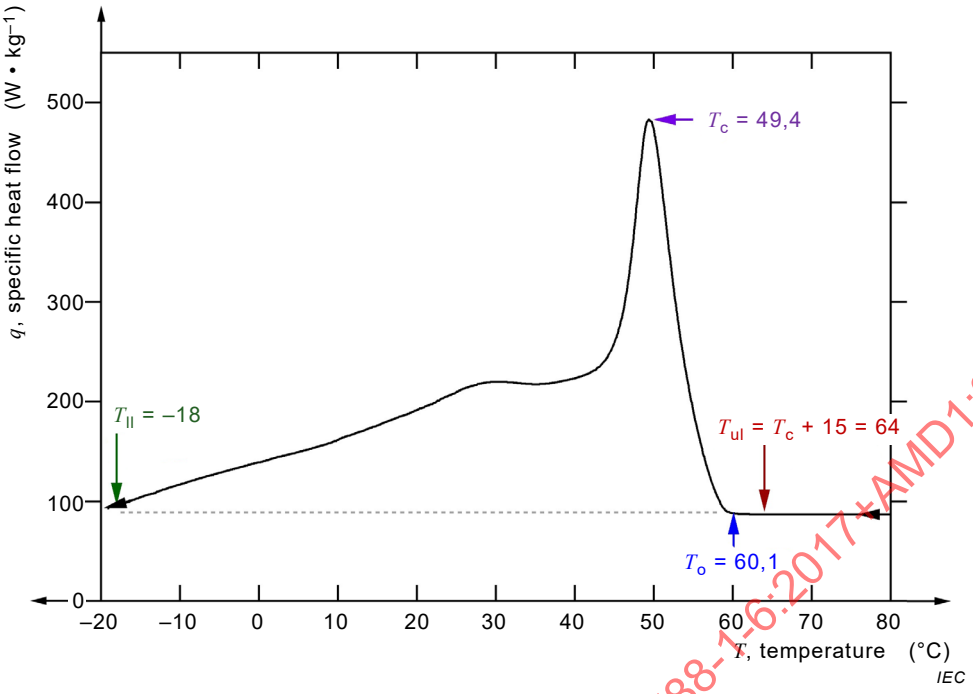


Figure 3 – Example of the temperature bounds applied for an automated software integration algorithm

5.5.2.2 Determination of the concavity

5.5.2.2.1 The empirical shape factor, characterizing the concavity of the crystallization peak shall be calculated using the following algorithm.

Select all (T, Q) data points between T_o and (T_c – 20 °C).

5.5.2.2.2 Calculate the inverse heat flow, Q^{-1}, for all data points.

5.5.2.2.3 Calculate the product, $T \cdot Q^{-1}$, for all data points.

5.5.2.2.4 Identify the coordinates, $[T, T \cdot Q^{-1}]$max, for which the product reaches a maximum.

5.5.2.2.5 Calculate the shape factor from Formula (6):

$$SF = \frac{\left[T \cdot Q^{-1}\right]_{\max}}{T_c \cdot \left[Q^{-1}\right]_{Tc-20}} 100 \qquad (6)$$

Either the heat flow, Q, or specific heat flow, q, may be used in the concavity analysis.

Figure 4 shows an example of the determination of the shape factor. The measurement profile from the DSC instrument for an EVA test specimen is shown at the top of the figure. The determination of the shape factor is performed from the analysis in 5.5.2.2.1. The region of examination of the shape factor (SF) is identified in both parts of the figure. The maximum of the product of T and Q^{-1}, $[T \cdot Q^{-1}]_{max}$, is labelled in the bottom of the figure, along with: the temperature at $[T \cdot Q^{-1}]_{max}$, $T_{[T \cdot Q]max}$; the inverse heat flow at $T_{[T \cdot Q]max}$, $Q^{-1}{}_{[T \cdot Q]max}$; the maximum crystallization temperature, T_c; and the inverse heat flow at (T_c – 20 °C), $Q^{-1}{}_{T_c - 20}$. The shape factor of 66,9 % is determined for $T_{[T \cdot Q]max}$ = 27,4 °C, $Q^{-1}{}_{[T \cdot Q]max}$ = 0,336 mW^{-1}, T_c = 32,1 °C, and $Q^{-1}{}_{Tc-20}$ = 0,429 mW^{-1}.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

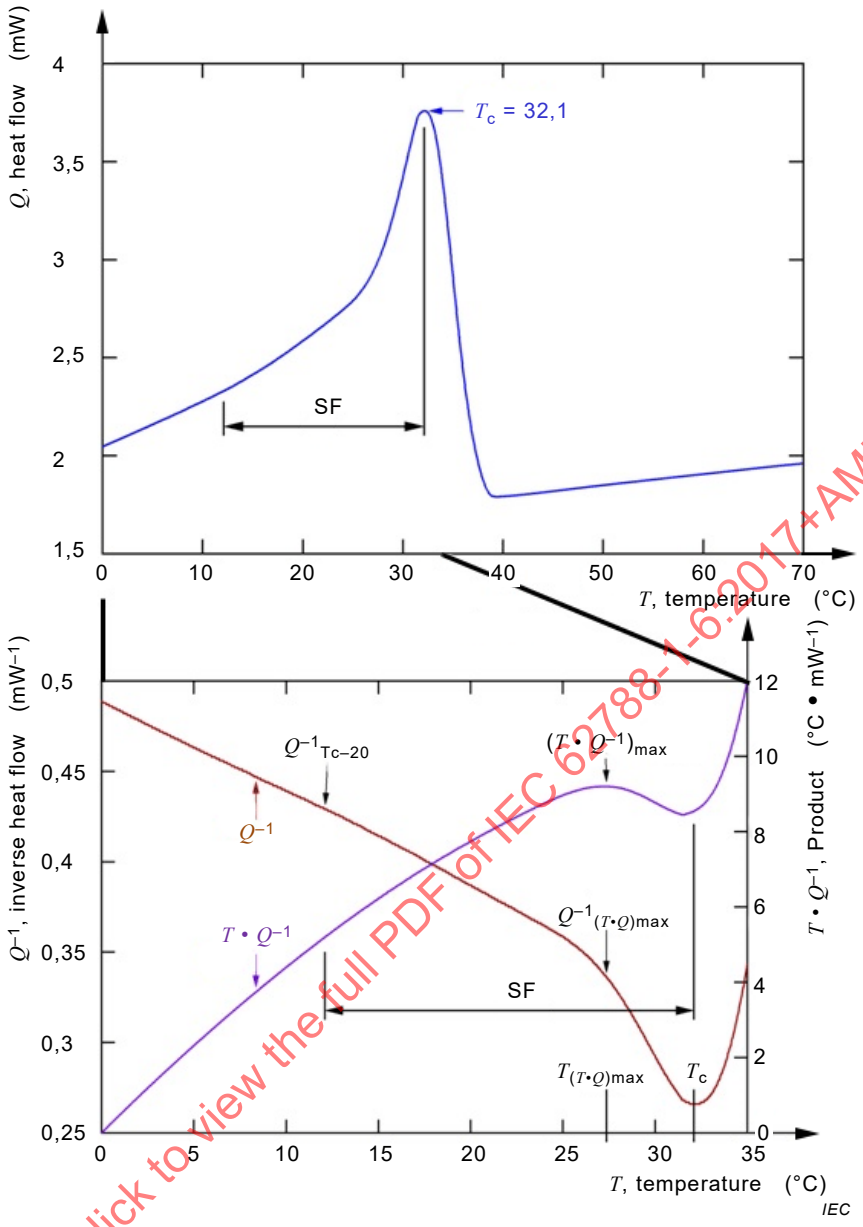


Figure 4 – Representation of the measurement profile for an EVA test specimen

5.6 Uncertainty of measurements for the secondary method

When multiple specimens are examined from the same encapsulation sample or module fabrication batch, the uncertainty of measurements for DSC should be reported for a 95 % confidence interval.

6 The primary method

6.1 Principle for the primary method

The results from the DSC residual enthalpy and melt/freeze methods may vary according to the formulation (additives present), molecular weight (M_w) or vinyl acetate content (VaC) of the EVA. The DSC residual enthalpy method could also readily vary with the type and concentration of peroxide originally present in the EVA. A more absolute method of assessing the degree of cure is desired, because the DSC methods provide "secondary" results, i.e., the results depend on the make of EVA examined. The method of "gel content analysis" also characterizes the degree of cure, providing results that may be interpreted more universally. To clarify the gel content

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

method does not measure the degree of cure directly, but is used to infer the degree of cure based on the solubility of the material that is not cross linked. The gel content test may be applied to any EVA specimen, regardless of its thermal history (including EVA from fielded modules), to quantify its degree of cure. Some of the limitations for the primary method for the gel content test, described in Annex A, are addressed by the standardized test procedure for the primary method.

6.2 Instrument and equipment for the primary method

6.2.1 Electronic balance

An electronic balance shall be used with a measurement accuracy ≤ 1 mg.

6.2.2 Soxhlet extractor

A Soxhlet or similar (*e.g.*, Kumagawa) extractor [1] shall be used for the gel content measurements. To prevent the risk of explosion of a closed system, the condenser for the extractor may use a pinhole or pressure relief device. The distillation path of the extractor (containing the thimble) shall be cleaned prior to use to improve the accuracy of the measurement, i.e., to remove EVA condensed from a prior test or to prevent contamination with other chemicals. It is recommended to use PTFE sleeves for all ground joints in the apparatus, for example to avoid the inadvertent dissolution of joint grease.

NOTE The use of a closed loop extractor system and thimble improves the accuracy of measurement over a flask/reflux condenser as in ISO 10147 and ASTM D2765 or sealed bottle as is sometimes used in the industry. The use of a Soxhlet extractor is identified here to provide the greatest accuracy, when the gel content test is used to calibrate the DSC methods. The procedure here does not prohibit the use of other apparatuses or established methods, such as a pressure relieved jar, if the gel content test is used for other purposes, for example, supplemental inspection of encapsulation, for process control or inspection of incoming goods in mass production.

6.2.3 Thimble

A standard single thickness thimble with a wall thickness of approximately 1 mm (10,0 μm nominal particle retention) shall be used to contain the specimen within the distillation path. An alpha cellulose cotton linter or glass fibre thimble may be used. For cellulose thimbles, the manufacturer's recommended operating temperature range should be consistent with the Soxhlet extraction process (140 °C for xylenes). The specimen may also be placed inside a stainless steel screen bag or pouch that is placed within the thimble.

6.2.4 Heating apparatus

A hot plate, heating mantle, or similar apparatus shall be used to control the temperature of the still pot. If a hot plate is used, the still pot may be situated within a heated container containing a liquid, such as silicone or mineral oil. Electronic stirring capability in addition to the heating apparatus may be used to maintain a uniform temperature within the still pot of the extractor and prevent it from boiling over. Alternatively, boiling chips may be added to the still pot to prevent boiling over.

For safety, it is preferred to monitor and regulate the temperature of the heating apparatus as close to the still pot as is practical. For example, if a heated container is used, the temperature should be examined within the heated liquid and not at the hot plate.

At the end of the experiment, the same hot plate may be used to dry the specimen. Alternatively, a vented or vacuum oven may be used to dry the specimen. The accuracy of temperature measurement for the inside of an oven shall be at least ±1 °C.

[1] This information is given for the convenience of users of this document and does not constitute an endorsement by IEC of these products.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

6.2.5 Handling apparatus

Tweezers, tongs, or similar devices shall be used to handle the prepared specimens or thimble. Metallic tweezers with no polymeric coating shall be used to prevent spurious contamination of the extractor.

6.2.6 Solvent

Reagent grade xylene (mixed, CAS 1330-20-7, containing the meta-, ortho- and para-isomers) shall be used as the solvent for the gel content test. The solvent shall be replaced prior to each characterization to ensure accurate results.

An antioxidant shall be added (2 % wt. of the EVA) to the thimble to prevent further cross-linking of the specimen and improve the longevity of the solvent. Antioxidants used in EVA solvent extraction include: 2,6 di-tert-butyl-4-methylphenol (butylated hydroxytoluene, "BHT", CAS 128-37-0); pentaerythritol tetrakis(3-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)propionate) (e.g., Irganox ®1010, CAS 6683-19-8); octadecyl-3-(3,5-di-tert.butyl-4-hydroxyphenyl)-propionate (e.g., Irganox ®1076, CAS 2082-79-3); 2,2-methylene-bis(4-methyl-6-tert-butylphenol), CAS 119-47-1; or 3-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl), CAS 20170-32-5.

Solvents other than xylenes, such as toluene or tetrahydrofuran (THF), are sometimes used in the literature to study the degree of cure of EVA. When used with a Soxhlet extractor, these solvents would inherently have a different operating temperature (boiling point) and may require different extraction times. When comparing data between institutions, a correlation is required to interpret the results relative to the primary method when solvents (or procedures) other than that described in Clause 6 (using xylenes) are used.

6.3 Specimen preparation for the primary method

6.3.1 Sampling and storage

6.3.1.1 To reduce the variability associated with different formulations of EVA, test specimens for the primary should come from the same manufacturer and fabrication batch of EVA examined using the secondary method.

6.3.1.2 Operators should wear clean gloves when preparing and handling samples.

6.3.1.3 When storage is required, the EVA should be packaged in a marked, sealed bag for later use.

6.3.1.4 Specimens should be kept dry (stored at below 50 % relative humidity), maintained at ambient temperature, and not exposed to light.

It is recommended to verify the results of the primary method do not change with storage time.

6.3.1.5 A minimum of 2 samples shall be used from a roll of EVA to compare with the secondary method.

6.3.2 Preparation procedures

6.3.2.1 The thimble should be baked at (110 ± 2,5) °C for 2 h to remove moisture, and then cooled to ambient temperature in a dessicator to prevent moisture absorption.

6.3.2.2 Record the mass of the empty thimble, m_t.

6.3.2.3 Prepare EVA specimens of the nominal size (1 ± 0,5) g. If possible, specimens shall be obtained from a single sheet of material. The accuracy of the measurement of the recorded specimen mass, m_i, should be within 1 %. The specimen may be cut to smaller pieces to assist in fitting in the thimble or preventing it from swelling and escaping the thimble during extraction.

NOTE One gram of 0,45 mm thick EVA sheet will be approximately 4,7 cm × 4,7 cm in size.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

6.4 Test requirements for the primary method – Environment requirements

As in ISO 291, the recommended laboratory environment is: (25 ± 2) °C and the relative humidity of (50 ± 5) %.

6.5 Test procedure for the primary method

6.5.1 The gel content test shall be carried out as follows.

6.5.2 Use a handling apparatus to place the specimen in the thimble, and then place the thimble within the distillation path of the extractor.

6.5.3 Fill the still pot of the extractor with at least 4 to 5 times the nominal volume of the extractor chamber of xylene and assemble it to the extractor. The volume of solvent in the still pot shall run between 1/3 and 2/3 the nominal volume of the still pot during the test.

6.5.4 The combination of the still pot size and heating power shall be chosen such that the extraction is performed for ≥ 15 cycles per hour.

6.5.5 Maintain the still pot at the test temperature for at least 8 h. For specimens with expected gel content below 70 %, the minimum test time of 12 hours is recommended.

6.5.6 Remove the thimble and specimen from the extractor and place them in a secondary container such as a funnel or beaker.

6.5.7 Place the secondary container in/on a heating apparatus, maintained at (115 ± 2,5) °C.

6.5.8 Dry the secondary container (with the specimen and thimble) to constant weight at the drying temperature for at least 4 h.

6.5.9 Remove the thimble and specimen from the secondary container, allow them to cool to room temperature, and record their combined final mass. The thimble containing the specimen should be cooled in a desiccator to prevent moisture absorption.

It is recommended to verify that the results do not change with time, i.e. that the extraction in 6.5.5 and the drying performed in 6.5.8 is complete.

6.6 Calculation and expression of the results for the primary method

The gel content shall be calculated using Formula (7):

$$G_{\%} = \frac{m_{\mathrm{f}} - m_{\mathrm{t}}}{m_{\mathrm{i}}} 100 \tag{7}$$

In the formula, $G_{\%}$ represents the cross-linked gel content, %; m_{f}, the final combined mass of the thimble and encapsulation specimen after drying, g; m_{t}, the initial mass of the thimble before extraction, g; and m_{i}, the initial mass of the encapsulation specimen before extraction.

7 Test report

A report of the tests including at least the following information shall be prepared. The report should contain the detail specification for the specimens.

a) a title;

b) name and address of the test laboratory and location where the tests were carried out;

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

c) unique identification of the certification or report and of each page;

d) name and address of client, where appropriate;

e) description and identification of the item tested, including the specimen size;

f) characterization and condition of the test item;

g) date of receipt of test item and date(s) of test, where appropriate;

h) identification of test method used and test instrument and other equipment used, including the laminator and the temperature, pressure, and time settings used, when applicable. In the case of the indentation secondary method (per correlation or usual use of method), the test temperature, tip material, tip geometry, and tip size, maximum indentation load, maximum indentation depth, and frequency of modulation (if applicable) shall also be reported;

i) reference to sampling procedure, where relevant, including the number of tests per specimen;

j) any deviations from, additions to, or exclusions from, the test method and any other information relevant to a specific test, such as environmental conditions, gas content and flow rate to the oven;

k) measurements (associated and their uncertainty), examinations and derived results supported by tables, graphs, sketches and photographs as appropriate including degree of cure, specimen mass, measured enthalpy, graphs of the enthalpy/temperature data, graphs of the crystallization peaks, and gel content;

l) a statement of the estimated uncertainty of the test results (where relevant);

m) a signature and title, or equivalent identification of the person(s) accepting responsibility for the content of the certificate or report, and the date of issue;

n) where relevant, a statement to the effect that the results relate only to the items tested;

o) a statement that the certificate or report should not be reproduced except in full, without the written approval of the laboratory.

8 Indentation secondary method

8.1 General

An alternative secondary method, using indentation to characterize the degree of cure of EVA, has emerged from the PV industry. The method is presently being used by module manufacturers and has been demonstrated in in-line application. A general description of the principle, related equipment, and use of the method is given herein.

G_i is obtained using an indentation instrument, where the result may follow from the analysis of the applied load, penetration depth, use of a modulated applied load (such as harmonic stiffness, storage modulus, loss modulus, or tan[δ]), and/or the specimen viscoelastic response (including the relaxation or recovery response). G_i may be obtained from a more complicated dimensionless fit, including a fit applied to the specimen's viscoelastic response (e.g., using a Maxwell model) or a combination of characteristics monitored during indentation. G_i may be obtained from a dimensionless fit of the response of the specimen (for example

$$G_i = \frac{C_t - C_n}{C_m - C_n}$$

where

C is the characteristic of interest,

C_t is the test specimen;

C_m is the reference specimen with the greatest thermal history (“maximum correlated”, e.g., most-cross-linked); and

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

C_n is the reference specimen with minimal or no thermal history (“minimum correlated”, i.e., not-laminated or not-cured).

NOTE A suitable apparatus is supplied by LayTec AG[2] in Germany. For this presently available commercial equipment, G_i can range from 0,3 to 2,5..

The terminology and definitions related to dynamic indentation, including harmonic stiffness, storage modulus, loss modulus may be found in ISO 14577-1. The terminology and definitions related to tan[δ] may be found in ISO 6721-1.

8.2 Principle

The indentation method probes the mechanical response (viscoelastic characteristics) of cured EVA layers, which change due to the cross-linking of the EVA during the curing process. In the method, a probe tip (connected to a force transducer) is pressed against the flexible back-sheet affecting the EVA. The corresponding reaction force acting on the tip during indentation and subsequent relaxation is recorded by the force transducer and analyzed, giving a figure of merit (G_i) describing the viscoelastic properties of the material. The principle of the indentation method is described in the related references in the bibliography.

A correlation between the degree of cure and the gel content can be established by a series of measurements on samples, each with a different degree of cure. Indentation can thus be used as a secondary method to quantify the degree of cure. To enable more widespread comparison, the same set of sample materials shall be characterized using the gel content method (Clause 6 of IEC 62788-1-6) after indentation to establish a correlation between gel content and the degree of cure. The indentation method is valid for the specific combination of EVA and back-sheet examined.

This test procedure may also be applied to cross-linking ethylenic co-polymers other than EVA. The maximum tip displacement, maximum applied load, and temperatures identified for the indentation measurements in this procedure have been optimized for EVA. For other materials, the optimum temperature depends on the stack of materials subject to indentation, including the encapsulant and backsheet.

The method and instrumentation is designed for non-destructive examination of PV modules with a flexible back-sheet for the purpose of manufacturing process control. The method may not be applied to modules with a glass/glass laminated construction. The indentation method may be used for quality control in production lines. The variation of the method (one standard deviation) is typically ≤ ±3 % (see Kunath et al.).

8.3 Instrument and equipment for the indentation method

Equivalent instruments that contain the following components and can be shown to provide repeatability and reproducibility of ≤ ±5 % for two standard deviations for correlation of G_i as defined in Section 3.6 may be used.

The instrument consists of:

– a rigid probe;
– a force transducer connected to the probe, measuring the reaction force acting on the probe during indentation;
– a temperature regulation system, to maintain the test specimen (module) at a designated temperature;
– a mechanically rigid linear stage that may be used to move the probe and force transducer for site-specific indentation.

2 This information is given for the convenience of users of this International Standard and does not constitute an endorsement by IEC of the product named.

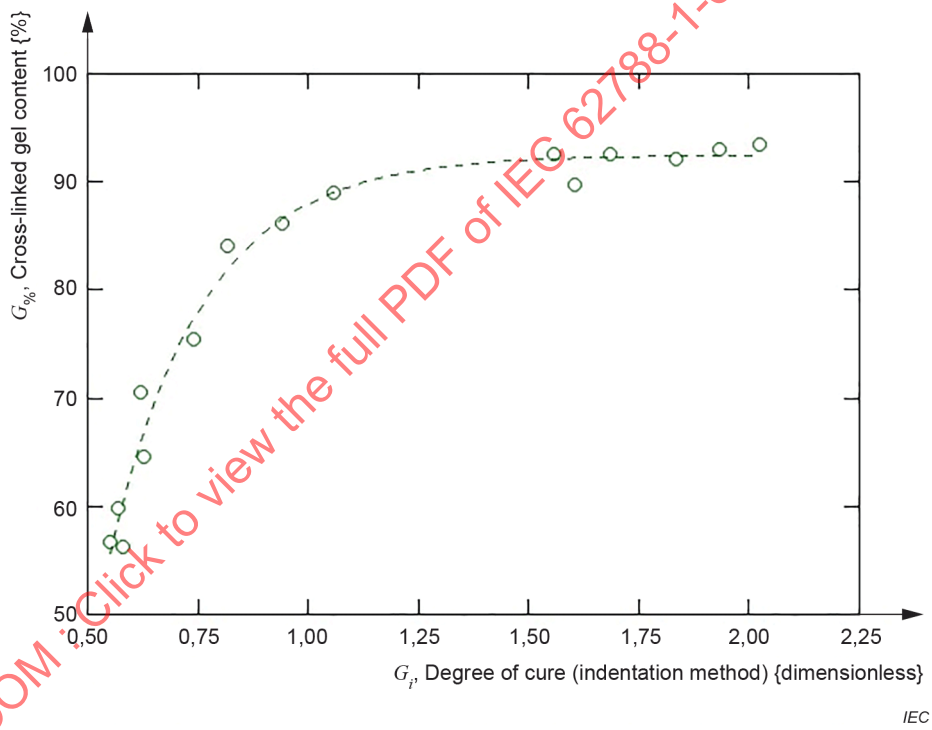
IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

8.4 Instrument calibration

The tip, force transducer, and temperature regulation system shall be verified and calibrated regularly according to the specifications of the equipment vendor.

8.5 Correlation of the degree of cure

For EVA, to establish a correlation between the figure of merit (G_i) given by the instrument and the gel content, a set of specimens with different cross-linked gel content ($G_{\%}$) including the range of the manufacturer's specification limits (e.g., between 70 % and 93 %) shall be used. Specimens for correlation, usually prepared by varying the lamination time or temperature, shall first be examined using the indentation tester. The correlation specimens shall be subsequently analysed using the gel content method (Clause 6 of IEC 62788-1-6) so that an empirical correlation (best fit or series of best fits through the range of correlation) between $G_{\%}$ and G_i is established. Figure 5 (similar to Lux et al.) shows an example of a correlation for an EVA material. The figure shows an example of correlation data for a single material rather than the application of indentation to multiple module specimens, therefore no error bars are given. Because of the nonlinear nature of the curing process, the results of the secondary methods (including indentation) should not be extrapolated beyond the range of $G_{\%}$ and G_i of the correlation specimens.



An example of the empirical correlation (dashed line for a first order exponential fit) is shown for the correlation data (circles) for a representative combination of encapsulant and backsheet.

Figure 5 – Example of the correlation applied between G_i (indentation) and $G_{\%}$ (gel content)

8.6 Specimen preparation for the indentation method

The indentation method does not require sample specific preparation. Test specimens may consist of full-size modules or mini-modules. Specimens shall be placed in the test device with the backsheet-side facing the probe tip. Measurements shall only be conducted at locations within the specimen where just a cell is present (i.e., not between cells or at a location where the interconnect ribbon is present) and at least 10 mm away from the edge of a cell. The measurement locations should be clean and without defects or damage in the specimen materials.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

If measurements are performed for the purpose of correlation between $G_{\%}$ and G_i, subsequent preparation requirements for the gel content method may apply.

8.7 Test procedure for the indentation method

A module specimen is placed under the indentation test probe, with both the specimen and probe being held rigidly in place. The specimen is heated to a temperature above the melt transition temperature of the encapsulant (for example, within the range of 85 °C and 95 °C for EVA) and maintained constant at the designated temperature ±1 °C for all measurements. For example, heating can be achieved from below with a heater, such as a halogen light source that irradiates the front (glass side) of the PV module. When the designated test temperature is achieved and stabilized, the probe is pressed into the backsheet/encapsulant stack and the measurement is performed. For contemporary backsheet materials laminated on EVA encapsulant, the stabilization time of at least 45 s is recommended; however, shorter stabilization times may be used if validated for indentation. For contemporary backsheet materials laminated on EVA encapsulant, the maximum indentation depth may be in the order of 120 µm and the applied load may be in the order of 15 N. The optimum measurement temperature range for crosslinking encapsulant materials other than EVA has not yet been established. If the test procedure is applied to other encapsulation materials, the range of the test temperatures may have to be adjusted.

The measurement for the indentation method gives the figure of merit, G_i, characterizing the degree of cure based on the viscoelastic response of the specimen.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

Annex A
(informative)

Limitations of the primary and secondary measurement methods

A variety of methods may be used to characterize the degree of cure of EVA, including: dynamic mechanical analysis (DMA); rheometric cure metering, gel content; swell ratio; differential scanning calorimetry (DSC, both the residual enthalpy and melt/freeze methods); indentation; vibrometry; scanning acoustic microscopy; chemical analysis (including Fourier transform infrared spectroscopy and Raman spectroscopy); mechanical elongation; and spectrophotometry, for example, haze measurement. While DMA (which among its different possible applications may refer to a parallel plate or cone/plate rheology measurement, performed in the melt state) most directly verifies the desired mechanical characteristics for EVA, the method is cumbersome. Specifically, DMA requires a relatively large volume of test material, requires careful sample preparation, is time consuming, and makes use of specialized equipment. DMA results, however, directly correlate with the molecular structure of EVA, including the cross-link density and the mean molecular weight between crosslinks within the polymer network. Rheometric metering, which may be performed using a rotary instrument, also directly examines the mechanical properties. Rheometric metering is subject to many of the same limitations as DMA, including large sample size. The other methods have limitations and requirements, as described.

Gel content is foremost a time consuming process, typically requiring 8 h to 24 h. Factors that may limit the accuracy of the test, include the multiple mass measurements (each with an associated uncertainty), and possible cross-contamination (samples are transferred in weighing/dissolving containers between ovens to perform the processes of filtering, drying, and weighing). The method furthermore makes use of heated, toxic chemicals, a potential safety hazard. Gel content specifically examines the solubility of EVA, which is presumed to be negligible for the cross-linked portion of the EVA. A hazard of the gel content test is that EVA specimens cured below a minimally cured threshold may entirely dissolve through the thimble or filter. To explain, the terminal CH_3 groups participating in cross-linking are on the order of 1 % of the available CH_3 groups, even in "maximum cured" EVA. The range of measurement from 60 % (where the thimble may trap the gel effectively) to 90 % (above which only the dissolving of additives may be detected) has been suggested for the gel content method. Separately, inadvertent curing of the specimen during the test would compromise the results. This possibility is minimized in a Soxhlet extractor, because the solvent temperature will be decreased below its boiling point upon condensation; furthermore an antioxidant is added to the thimble to specifically mitigate chemical reactions, such as curing. In addition to cross-linking, solubility may be influenced by other parameters (such as crystallinity). The gel content test does not provide information regarding the cross-linked structure, for example, the average number of bonds between molecules. If correctly performed, however, gel content should correlate well with the results of rheological tests.

While the DSC methods may both be applied over a greater range of degree of cure than the gel content method, it is suggested that quantitive correlation to the gel content method be limited to the range of 60 % to 90 % gel content, based on the effectiveness of the gel content method. One practical limitation of the DSC residual enthalpy method is that it cannot be correlated to a gel content measurement until a sufficient curing (threshold) has been performed. Another limitation of DSC residual enthalpy method is that its correlation (calibration) may be unique to each formulation of EVA examined. In particularly, the results would be expected to readily vary with the type and concentration of peroxide originally present in the EVA. The DSC residual enthalpy method examines the heat of reaction for the peroxide-enabled curing of the EVA. The measurement is therefore indirect (it does not query the molecular structure) and subject to aging, for example, evaporation of the peroxide during storage. Furthermore, EVA formulations often contain additional peroxide that does not contribute to cross-linking of the EVA, but would be characterized by DSC.

One limitation of the DSC melt/freeze method is that it is subject to the characteristics of the base EVA resin. For example, variation in the molecular weight (M_w) or vinyl acetate content (VAc) could affect the results of the DSC melt/freeze method. The results of the DSC melt/freeze

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

method shall therefore be recalibrated using a primary method if base resin is changed, for example, from 33 % to 28 % VAc. For example, the degree of cure associated with the concavity will readily become reduced with VAc. The degree of cure associated with the crystallization or onset of crystallization may vary in an even more complex manner with VAc. The DSC melt/freeze method, however, provides three different estimates for the degree of cure; it is therefore recommended to apply all three estimates to determine the degree of cure from their average. The DSC melt/freeze method is a more direct measurement than the DSC residual enthalpy method, because the phase transition varies with the molecular structure of the EVA. The DSC melt/freeze method would incorporate the effects of degradation of the EVA (as opposed to degradation of the peroxide, which is examined using the DSC residual enthalpy method).

In addition to the decomposition of peroxide with time (which affects the results of the DSC residual enthalpy method), and UV facilitated cross-linking with age (which affects the results of the DSC melt/freeze method), the DSC characterization of EVA obtained fielded modules may be affected by other factors, including the other components within the PV module. Contamination or interaction with components within a module, such as cell coatings, ribbon and string surfaces, flux residues, back sheet primers, and adhesive layers, should be considered when EVA obtained from field-deployed modules is examined.

Inline measurement capability has been recently demonstrated for indentation, which may find more widespread use as an alternate secondary method. Advantages of the method include the non-destructive nature of the test, ability to use the method on product modules (rather than test coupons or scrap modules), ease of automation, and the speed of measurement (on the order of seconds). The method may also be used as a research tool to map the distribution of the degree of cure across the module.

One limitation of the indentation method is that the results are unique to the combination of encapsulant and backsheet used in the module, and therefore must be correlated against another method (such as gel content) to be interpreted. Conversely, the method cannot be used for glass/glass modules as indentation on a rigid glass outer surface would mask the deformation of and interior-located encapsulation layer. Because the mechanical response for EVA is temperature sensitive, the indentation method does require temperature control for the specimen – for example, whether the modules are measured at the same interval after lamination in the manufacturing line, after controlled temperature modulation downstream on the manufacturing line, or after reheating to a designated temperature. Like the DSC methods, the indentation method would be affected by field aging, where UV or temperature mediated crosslinking could alter the results to be different from the recently laminated condition.

Additional details and limitations of the secondary measurement techniques, when applied to the evaluation of the degree of cure of EVA, may be found in the bibliography.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

Bibliography

IEC 61215 (all parts), *Terrestrial photovoltaic (PV) modules – Design qualification and type approval*

ISO 11357-2, *Plastics – Differential scanning calorimetry (DSC) – Part 2: Determination of glass transition temperature and glass transition step height*

ISO 11357-3, *Plastics – Differential scanning calorimetry (DSC) – Part 3: Determination of temperature and enthalpy of melting and crystallization*

J.A. Reyes-Labarta, M.M. Olaya, A. Marcilla, *"DSC and TGA study of the transitions involved in the thermal treatment of binary mixtures of PE and EVA copolymer with a crosslinking agent", Polym., 47, 2006, 8194-8202*

Z. Xia, D.W. Cunningham, J.H. Wohlgemuth, *"A Non-solvent Extraction Method for Measuring Gel Content of Ethylene Vinyl Acetate", Proc. IEEE PVSC 2009, 124-126*

Heng-Yu Li, Laure-Emmanuelle Perret-Aebi, Ricardo Théron, Christophe Ballif, Yun Luo, Ronald F. M. Lange, "Towards in-line Determination of EVA Gel Content During PV Modules Lamination Processes", Proc. Euro PVSEC 2010, 4044-4046

P. Ye, A. Salomon, K. Menard, Kevin, *"EVA curing study by DSC for solar application", Proc. 68th Annual Technical Conference – ANTEC, 1, 2010, 608-610*

K. Agroui, G. Collins, J. Farenc, *"Measurement of Glass Transition Temperature of Crosslinked EVA Encapsulant by Thermal Analysis for Photovoltaic Application", Renew Energy, 2011*

M. Hidalgo, F. Medlege, M. Vite, C. Corfias-Zuccalli, P. Voarino, J. Gonzalez-Leon, *"New DSC Method for the Quality Control of PV Modules: Simple and Quick Determination of the Cross-Linking Degree of EVA Encapsulants, and Other Properties", PV Intl. J., 14, 2011, 130-140*

H.Y. Li, L.-E. Perret-Aebi, R. Théron, C. Ballif, Y. Luo, R.F.M. Lange, *"Optical Transmission as a Fast and Non-Destructive Tool for Determination of EVA Curing State in PV modules", PIP, 2011. DOI: 10.1002/pip.1175*

R. Mickiewicz, *"Non-Destructive Measurement of the Degree of Cross-Linking of EVA Solar Module Encapsulation", Proc. ATLAS/NIST Work. PV Mats. Durability, 2011*

J. Lloyd, T. Christian, D. Doble, R.A. Mickiewicz, *"Non-Destructive Measurement of the Degree of Cross-linking of EVA in Solar Module Encapsulation", Proc. IEEE PVSC, 2011*

W. Mühleisen, M. Biebl-Rydlo, M. Spielberger, "Determining the Degree of EVA Cross-Linking in Assembled PV Modules Acoustically and In-Situ", Proc. Euro PVSEC, 2011, 3480-3483

S.-H. Schulze, M. Pander, S. Dietrich, M. Ebert, *"Encapsulation Polymers – a Key Issue in Module Reliability", PV Intl, 2011, 118-126*

W. Stark, M. Jaunich, *"Investigation of Ethylene/Vinyl Acetate Copolymer (EVA) by Thermal Analysis DSC and DMA", Polym Test., 30, 2011, 236-242*

W. Stark, M. Jaunich, W. Bohmeyer, K. Lange, *"Investigation of the Crosslinking Behaviour of Ethylene Vinyl Acetate (EVA) for Solar Cell Encapsulation by Rheology and Ultrasound", Polym Test., 31, 2012, 904-908*

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

M. Winkler, R. Baeuerlein, B. Goetz, F. Sandau, *Proc. Euro. PVSEC, 2012, 3482-3485*

K. Agroui, G. Collins, *"Determination of Thermal Properties of Crosslinked EVA Encapsulant Material in Outdoor Exposure by TSC and DSC Methods", Renewable Energy, 2013*

B.S. Chernev, Ch. Hirschl, G.C. Eder, "Non-Destructive Determination of Ethylene Vinyl Acetate CrossLinking in Photovoltaic (PV) Modules by Raman Spectroscopy", Appl. Spectroscopy, 67 (11), 2013, 1296-1301

Ch. Hirschl, M. Biebl-Rydlo, M. DeBiasio, W. Mühleisen, L. Neumaier, W. Scherf, G. Oreski, G. Eder, B. Chernev, W. Schwab, M. Kraft, *"Determining the Degree of Crosslinking of Ethylene Vinyl Acetate Photovoltaic Module Encapsulants — A comparative Study", Solmat, 116, 2013, 203-218*

Y.S.H. Johnson, Y.-L.L. Lawrence, D. Israel, M. Baiardo, Y.-H. Chou, G.-Z. Fan, S.-Y. Huang, *"Simple Modeling for Quick Determination of the Gel Content of EVA Encapsulants in PV Module Fabrication", Proc. Euro. PVSEC, 2013*

H.-Y. Li, L.-E. Perret-Aebi, R. Théron, C. Ballif, Y. Luo, R.F.M. Lange, *"Optical Transmission as a Fast and Non-Destructive Tool for Determination of Ethylene-co-Vinyl Acetate Curing State in Photovoltaic Modules" PIP, 21, 2013, 187-194*

E. Malguth, B. Buhl, T. Schenk, "Fast and Non-Destructive Determination of the EVA Cross-Linking Degree for Inline and Off-Line Application", Proc Euro PVSEC, 2013, 472-475

D.C. Miller, X. Gu, S. Haldeman, M. Hidalgo, E. Malguth, C.G. Reid, T. Shioda, S.-H. Schulze, Z.-Y. Wang, J.H. Wohlgemuth, *"Examination of a Standardized Test for Evaluating the Degree of Cure of EVA Encapsulation", Proc Asian PVSEC, 2013*

A. Morlier, S. Klotz, S. Sczuka, I. Kunze, I. Schaumann, S. Blankemeyer, M. Siegert, T. Döring, T. Alshuth, U. Giese, M. Denz, M. Köntges, *"Influence of the curing state of Ethylene-Vinyl-Acetate on photovoltaic modules aging", Proc. Euro PVSEC, 2013, 2832-2837*

M. Hidalgo, D. Thil, C. Dugué, *"Assessment of the Cross-Linking Degree of EVA PV encapsulants" PV Intl., 2013, 98-103*

C. Lux, U. Blieske, E. Malguth, N. Bogdanski, *"Variations in Cross-link Properties of EVA of Un-aged and Aged PV-modules", Proc. Euro PVSEC, 2014*

G. Oreski, "Advanced Methods for Determining PV Module Process Optimization Potential", PV Intl, 2014, 71-78

G. Oreski, A. Rauschenbach, Ch. Hirschl, L. Neumaier, M. Kraft, G. Pinter, "Challenges in Measuring the Degree of Cross-Linking of Ethylene Vinyl Acetate", Proc. Euro. PVSEC, 2014, 2457-2461

Ch. Hirschl, L. Neumaier, W. Mühleisen, M. DeBiasio, R. Leitner, M. Zauner, G. Oreski, A. Rauschenbach, G. C. Eder, S. Seufzer, Ch. Berge, E. Rüland M. Kraft, "In-Line Quality Control Device for the Degree of Crosslinking of the Embedding Material", Proc. Euro PVSEC, 2015, 5BV4.3

Ch. Hirschl, L. Neumaier, W. Mühleisen, M. DeBiasio, G. Oreski, A. Rauschenbach, "Post-crosslinking in Photovoltaic Modules Under Different Conditions", Proc. Euro PVSEC, 2015

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

S. Kunath, Marco Vogel, Michael Mette, Enno Malguth, "Evaluation of Gel Conent-Measurement-Method for Mass Production of Glass-Foil Based Crystalline Silicon PV Modules", Proc. Euro. PVSEC, 2015

H.-Y. Li, Y. Luo, C. Ballif, L.-E. Perret-Aebi, "Fast and Nondestructive Detection on the EVA Gel Content in Photovoltaic Modules by Optical Reflection", IEEE J. PV, 2015

S.-H. Schulze, A. Apel, D. Dassler, C. Ehrich, "Cure State Assessment of EVA-Copolymers for PV-Applications Comparing Dynamic-Mechanical, Dielectric and Calorimetric Properties", SOLMAT, 143, 2015, 411–417

Ch. Hirschl, L. Neumaier, W. Mühleisen, M. Zauner, G. Oreski, G.C. Eder, S. Seufzer, Ch. Berge, E. Rüland, M. Kraft, "In-line determination of the degree of crosslinking of ethylene vinyl acetate in PV modules by Raman spectroscopy", SOLMAT, 52, 2016,10–20

D. Chen, A. Green, D. Dollimore, "DSC: the Importance of Baseline Calibration", Thermochimica Acta, 284 (2), 1996, 429–433

Dan Doble, Rafal Mickiewicz, John Lloyd, Marco Jaeger, William F. Hartman, “Methods and Apparatus for Detecting Cross-Linking in a Polymer”, patent application US 20120118071 A1, 2012

B.-M. Chen, C.-Y. Peng, J.-L. Cho, G.A. Porter, "Optimization of Solar Module Encapsulant lamination by Optical Constant Determination of Ethylene-Vinyl Acetate", *Int. J. Photoenergy*, 2015, 1-7

C. Camus, C. Buerhop-Lutz, S. Wrana, J. Adams, T. Pickel, H. Scheuerpflug, C. Zetzmann, E. Malguth, J. Hauch, C.J. Brabec, “Direct Evidence for Hot-Cell-Induced Modifications in PV Module Encapsulants”, *Proc. Euro PVSEC*, 2016, 5BO.10.6

K. Harms, L. Neumaier & C. Hirschl, Determination of Depth-Dependent Variations in the Degree of Crosslinking of EVA due to Changing Lamination Parameters Using Raman Spectroscopy, *Proc. Euro PVSEC Conf.*, 2019, 4AV.1.23

S. Ogier, C. Vidal, D. Chapron, P. Bourson, I. Royaud, M. Ponçot, M. Vite, M. Hidalgo, “A comparative study of calorimetric methods to determine the crosslinking degree of the ethylene-Co-vinyl acetate polymer used as a photovoltaic encapsulant”, *J. Polym. Sci.*, 2017. DOI: 10.1002/polb.24335

G. Oreski, A. Rauschenbach, C. Hirschl, M. Kraft, G.C. Eder, G. Pinter, “Crosslinking and Post-Crosslinking of Ethylene Vinyl Acetate in Photovoltaic Modules”, *J. Appl. Polym. Sci.,* 134 (23), 2017. DOI: 10.1002/app.44912

A.K. Singh, R. Singh, "The Effect of Degree of Gel Content of EVA Encapsulation on the Properties of Encapsulant Itself and Finally on the Reliability of the Solar Module in the Field", *RenewSys White paper*, 1-10, 2017

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS 32
1 Domaine d'application 34
2 Références normatives 34
3 Termes et définitions 35
4 Principe 36
5 Méthode secondaire DSC 36
5.1 Appareil et équipement pour la méthode secondaire 36
5.1.1 Généralités 36
5.1.2 Balance électronique 36
5.1.3 Calorimètre différentiel à balayage 36
5.1.4 Étalonnage de l'appareil 37
5.2 Préparation des éprouvettes pour la méthode secondaire 37
5.2.1 Échantillonnage et stockage 37
5.2.2 Procédures de préparation 38
5.3 Exigences d'essai pour la méthode secondaire 38
5.3.1 Exigences d'environnement 38
5.3.2 Réglages des paramètres (méthode de l'enthalpie résiduelle) 38
5.3.3 Réglages des paramètres (méthode de fusion/gel) 39
5.3.4 Réglages des paramètres (méthode combinée d'enthalpie et de fusion/gel) 39
5.4 Procédure d'essai pour la méthode secondaire 39
5.5 Calcul et expression des résultats pour la méthode secondaire 40
5.5.1 Méthode d'enthalpie 40
5.5.2 Méthode de fusion/gel 41
5.6 Incertitude de mesure pour la méthode secondaire 45
6 Méthode principale 45
6.1 Principe de la méthode principale 45
6.2 Appareil et équipement pour la méthode principale 46
6.2.1 Balance électronique 46
6.2.2 Extracteur Soxhlet 46
6.2.3 Dé 46
6.2.4 Appareil de chauffage 46
6.2.5 Dispositif de manipulation 47
6.2.6 Solvant 47
6.3 Préparation des éprouvettes pour la méthode principale 47
6.3.1 Échantillonnage et stockage 47
6.3.2 Procédures de préparation 48
6.4 Exigences d'essai pour la méthode principale – Exigences d'environnement 48
6.5 Procédure d'essai pour la méthode principale 48
6.6 Calcul et expression des résultats pour la méthode principale 48
7 Rapport d'essai 49
8 Méthode secondaire: indentation 49
8.1 Généralités 49
8.2 Principe 50
8.3 Appareil et équipement pour la méthode d'indentation 51
8.4 Étalonnage de l'appareil 51

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

8.5 Corrélation du degré de durcissement 51
8.6 Préparation des éprouvettes pour la méthode d'indentation 52
8.7 Procédure d'essai pour la méthode d'indentation 52
Annexe A (informative) Limites des méthodes de mesure principale et secondaire 54
Bibliographie 56

Figure 1 – Exemple de résultat pour la méthode DSC d'enthalpie résiduelle 41
Figure 2 – Emplacement des températures et des plages de températures utilisées dans la méthode DSC de fusion/gel 42
Figure 3 – Exemple de limites de température appliquées pour un algorithme d'intégration de logiciel automatisé 44
Figure 4 – Représentation du profil de mesure d'une éprouvette d'essai d'EVA 45
Figure 5 – Exemple de corrélation appliquée entre G_i (indentation) et $G_{\%}$ (taux de gel) 52

Tableau 1 – Résumé des résultats pour les exemples de mesurage représentés à la Figure 2 43

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

_____

PROCÉDURES DE MESURE DES MATÉRIAUX UTILISÉS DANS LES MODULES PHOTOVOLTAÏQUES –

Partie 1-6: Encapsulants – Méthodes d'essai pour déterminer le degré de durcissement dans l'éthylène-acétate de vinyle

AVANT-PROPOS

1) La Commission Electrotechnique Internationale (IEC) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de l'IEC). L'IEC a pour objet de favoriser la coopération internationale pour toutes les questions de normalisation dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. A cet effet, l'IEC – entre autres activités – publie des Normes internationales, des Spécifications techniques, des Rapports techniques, des Spécifications accessibles au public (PAS) et des Guides (ci-après dénommés "Publication(s) de l'IEC"). Leur élaboration est confiée à des comités d'études, aux travaux desquels tout Comité national intéressé par le sujet traité peut participer. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'IEC, participent également aux travaux. L'IEC collabore étroitement avec l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO), selon des conditions fixées par accord entre les deux organisations.
2) Les décisions ou accords officiels de l'IEC concernant les questions techniques représentent, dans la mesure du possible, un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux de l'IEC intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
3) Les Publications de l'IEC se présentent sous la forme de recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux de l'IEC. Tous les efforts raisonnables sont entrepris afin que l'IEC s'assure de l'exactitude du contenu technique de ses publications; l'IEC ne peut pas être tenue responsable de l'éventuelle mauvaise utilisation ou interprétation qui en est faite par un quelconque utilisateur final.
4) Dans le but d'encourager l'uniformité internationale, les Comités nationaux de l'IEC s'engagent, dans toute la mesure possible, à appliquer de façon transparente les Publications de l'IEC dans leurs publications nationales et régionales. Toutes divergences entre toutes Publications de l'IEC et toutes publications nationales ou régionales correspondantes doivent être indiquées en termes clairs dans ces dernières.
5) L'IEC elle-même ne fournit aucune attestation de conformité. Des organismes de certification indépendants fournissent des services d'évaluation de conformité et, dans certains secteurs, accèdent aux marques de conformité de l'IEC. L'IEC n'est responsable d'aucun des services effectués par les organismes de certification indépendants.
6) Tous les utilisateurs doivent s'assurer qu'ils sont en possession de la dernière édition de cette publication.
7) Aucune responsabilité ne doit être imputée à l'IEC, à ses administrateurs, employés, auxiliaires ou mandataires, y compris ses experts particuliers et les membres de ses comités d'études et des Comités nationaux de l'IEC, pour tout préjudice causé en cas de dommages corporels et matériels, ou de tout autre dommage de quelque nature que ce soit, directe ou indirecte, ou pour supporter les coûts (y compris les frais de justice) et les dépenses découlant de la publication ou de l'utilisation de cette Publication de l'IEC ou de toute autre Publication de l'IEC, ou au crédit qui lui est accordé.
8) L'attention est attirée sur les références normatives citées dans cette publication. L'utilisation de publications référencées est obligatoire pour une application correcte de la présente publication.
9) L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments de la présente Publication de l'IEC peuvent faire l'objet de droits de brevet. L'IEC ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de brevets et de ne pas avoir signalé leur existence.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

Cette version consolidée de la Norme IEC officielle et de son amendement a été préparée pour la commodité de l'utilisateur.

IEC 62788-1-6 édition 1.1 contient la première édition (2017-01) [documents 82/1197/FDIS et 82/1231/RVD] et son amendement 1 (2020-05) [documents 82/1691/FDIS et 82/1720/RVD].

Cette version Finale ne montre pas les modifications apportées au contenu technique par l'amendement 1. Une version Redline montrant toutes les modifications est disponible dans cette publication.

La Norme internationale IEC 62788-1-6 a été établie par le comité d'études 82 de l'IEC: Systèmes de conversion photovoltaïque de l'énergie solaire.

Ce document a été rédigé selon les Directives ISO/IEC, Partie 2.

Une liste de toutes les parties de la série IEC 62788, publiées sous le titre général *Procédures de mesure des matériaux utilisés dans les modules photovoltaïques*, peut être consultée sur le site web de l'IEC.

Le comité a décidé que le contenu de la publication de base et de son amendement ne sera pas modifié avant la date de stabilité indiquée sur le site web de l'IEC sous "http://webstore.iec.ch" dans les données relatives à la publication recherchée. A cette date, la publication sera

- reconduite,
- supprimée,
- remplacée par une édition révisée, ou
- amendée.

IMPORTANT – Le logo *"colour inside"* qui se trouve sur la page de couverture de cette publication indique qu'elle contient des couleurs qui sont considérées comme utiles à une bonne compréhension de son contenu. Les utilisateurs devraient, par conséquent, imprimer cette publication en utilisant une imprimante couleur.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

PROCÉDURES DE MESURE DES MATÉRIAUX UTILISÉS DANS LES MODULES PHOTOVOLTAÏQUES –

Partie 1-6: Encapsulants – Méthodes d'essai pour déterminer le degré de durcissement dans l'éthylène-acétate de vinyle

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV

1 Domaine d'application

La présente partie de l'IEC 62788 définit la terminologie, l'équipement d'essai, l'environnement d'essai, la préparation des éprouvettes, les procédures d'essai et le rapport d'essai pour le mesurage du degré de durcissement de la couche d'encapsulation en éthylène-acétate de vinyle (EVA) utilisée dans les modules photovoltaïques (PV). Les méthodes de l'analyse calorimétrique différentielle à balayage (protocoles d'enthalpie résiduelle et de fusion/gel) et du taux de gel sont incluses dans le présent document. Cette procédure peut être utilisée par les fabricants de matériaux ou de modules pour s'assurer que l'additif de réticulation est présent et actif. La procédure peut également être utilisée pour vérifier le procédé de fabrication (stratification) du module à des fins de contrôle de la qualité et des processus. Elle peut en outre être utilisée pour évaluer l'uniformité de la formulation d'EVA dans un rouleau et comparer les différences de formulation d'EVA d'un rouleau à l'autre. Cette procédure peut être appliquée à une couche d'EVA non durcie ou récemment durcie ainsi qu'à l'EVA non durci ou récemment durci contenu dans les modules PV.

Cette procédure d'essai peut également être appliquée aux copolymères éthyléniques réticulés autres que l'EVA. Les températures identifiées pour les mesurages de la calorimétrie dans cette procédure ont été optimisées pour l'EVA. Par conséquent, si la procédure d'essai est appliquée à d'autres matériaux d'encapsulation, la plage des températures d'essai peut devoir être ajustée en fonction de la température active de l'agent de durcissement et/ou de la température de fusion/gel du matériau de base.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

IEC 61215-1, *Modules photovoltaïques (PV) pour applications terrestres – Qualification de la conception et homologation – Partie 1: Exigences d'essai*

ISO/IEC 17025:2005, *Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais*

ISO 291:2008, *Plastiques – Atmosphères normales de conditionnement et d'essai*

ISO 6427:2013, *Plastiques – Détermination des matières extractibles par des solvants organiques (Méthodes conventionnelles)*

ISO 6721-1, *Plastiques – Détermination des propriétés mécaniques dynamiques – Partie 1: Principes généraux*

ISO 11357-1:2009, *Plastiques – Analyse calorimétrique différentielle (DSC) – Partie 1: Principes généraux*

ISO 10147:2011, *Tubes et raccords en polyéthylène réticulé (PE-X) – Estimation du degré de réticulation par le mesurage du taux de gel*

ISO 14577-1, *Matériaux métalliques – Essai de pénétration instrumenté pour la détermination de la dureté et de paramètres des matériaux – Partie 1: Méthode d'essai*

ASTM D2765–11, *Méthodes d'essai pour déterminer la teneur en gel et le rapport de renflement des plastiques d'éthylène réticulé*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions de l'IEC TS 61836 et les suivants s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- IEC Electropedia: disponible à l'adresse http://www.electropedia.org/
- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse http://www.iso.org/obp

NOTE Les calculs se rapportant à ces définitions sont donnés en 5.5.

3.1
degré de durcissement
G
paramètre sans unité qui caractérise l'étendue de la réticulation dans l'EVA

Note 1 à l'article: Contrairement à la densité de réticulation, qui est une grandeur physique définie par la théorie de l'élasticité caoutchouteuse, le degré de durcissement dans un polymère peut être évalué par toute méthode expérimentale capable de différencier les éprouvettes partiellement durcies des autres éprouvettes ou matériaux de référence. Le degré de durcissement peut être mis en corrélation avec le taux de gel, qui est le pourcentage de masse d'un matériau insoluble (censé être réticulé) dans l'éprouvette.

3.2
flux thermique
Q
flux thermique à travers une zone spécifiée dans la direction d'un gradient de température, W

Note 1 à l'article: Le flux thermique spécifique, q, est défini comme le flux thermique par masse d'unité de l'éprouvette, W g^{-1}.

3.3
analyse calorimétrique différentielle à balayage
DSC
technique thermoanalytique décrite dans l'ISO 11357-1, selon laquelle la différence entre la quantité de flux thermique exigée pour modifier la température d'une éprouvette de matériau et une référence est mesurée en fonction de la température ou du temps

Note 1 à l'article: L'éprouvette et la référence sont maintenues à une température quasiment identique pendant la caractérisation par DSC. La DSC peut être appliquée pour mesurer la quantité de chaleur générée ou absorbée pendant le traitement (durcissement) de l'EVA. Les effets de la réticulation, qui surviennent en raison de variations dans la structure moléculaire de l'EVA, peuvent également être examinés à l'aide de la DSC aux transitions de phase (températures de transition vitreuse, de point de fusion et de cristallisation). La détermination des températures de transition de phase est décrite dans l'ISO 11357-2 et l'ISO 11357-3.

Note 2 à l'article: L'abréviation «DSC» est dérivée du terme anglais développé correspondant «differential scanning calorimetry».

3.4
calorimètre différentiel à balayage
instrument utilisé pour mesurer la différence de flux thermique entre le creuset d'essai (contenant l'éprouvette) et le creuset de référence (généralement vide)

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62788-1-6:2017+AMD1:2020 CSV