

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC**

60749-39

Première édition
First edition
2006-07

**Dispositifs à semiconducteurs –
Méthodes d'essais mécaniques
et climatiques –**

**Partie 39:
Mesure de la diffusion d'humidité et de
l'hydrosolubilité dans les matériaux organiques
utilisés dans les composants à semiconducteurs**

**Semiconductor devices –
Mechanical and climatic test methods –**

**Part 39:
Measurement of moisture diffusivity and
water solubility in organic materials used
for semiconductor components**



Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 60749-39:2006

Numérotation des publications

Depuis le 1er janvier 1997, les publications de la CEI sont numérotées à partir de 60000. Ainsi, la CEI 34-1 devient la CEI 60034-1.

Editions consolidées

Les versions consolidées de certaines publications de la CEI incorporant les amendements sont disponibles. Par exemple, les numéros d'édition 1.0, 1.1 et 1.2 indiquent respectivement la publication de base, la publication de base incorporant l'amendement 1, et la publication de base incorporant les amendements 1 et 2.

Informations supplémentaires sur les publications de la CEI

Le contenu technique des publications de la CEI est constamment revu par la CEI afin qu'il reflète l'état actuel de la technique. Des renseignements relatifs à cette publication, y compris sa validité, sont disponibles dans le Catalogue des publications de la CEI (voir ci-dessous) en plus des nouvelles éditions, amendements et corrigenda. Des informations sur les sujets à l'étude et l'avancement des travaux entrepris par le comité d'études qui a élaboré cette publication, ainsi que la liste des publications parues, sont également disponibles par l'intermédiaire de:

- Site web de la CEI (www.iec.ch)
- Catalogue des publications de la CEI

Le catalogue en ligne sur le site web de la CEI (www.iec.ch/searchpub) vous permet de faire des recherches en utilisant de nombreux critères, comprenant des recherches textuelles, par comité d'études ou date de publication. Des informations en ligne sont également disponibles sur les nouvelles publications, les publications remplacées ou retirées, ainsi que sur les corrigenda.

- IEC Just Published

Ce résumé des dernières publications parues (www.iec.ch/online_news/justpub) est aussi disponible par courrier électronique. Veuillez prendre contact avec le Service client (voir ci-dessous) pour plus d'informations.

- Service clients

Si vous avez des questions au sujet de cette publication ou avez besoin de renseignements supplémentaires, prenez contact avec le Service clients:

Email: custserv@iec.ch
Tél: +41 22 919 02 11
Fax: +41 22 919 03 00

Publication numbering

As from 1 January 1997 all IEC publications are issued with a designation in the 60000 series. For example, IEC 34-1 is now referred to as IEC 60034-1.

Consolidated editions

The IEC is now publishing consolidated versions of its publications. For example, edition numbers 1.0, 1.1 and 1.2 refer, respectively, to the base publication, the base publication incorporating amendment 1 and the base publication incorporating amendments 1 and 2.

Further information on IEC publications

The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC, thus ensuring that the content reflects current technology. Information relating to this publication, including its validity, is available in the IEC Catalogue of publications (see below) in addition to new editions, amendments and corrigenda. Information on the subjects under consideration and work in progress undertaken by the technical committee which has prepared this publication, as well as the list of publications issued, is also available from the following:

- IEC Web Site (www.iec.ch)
- Catalogue of IEC publications

The on-line catalogue on the IEC web site (www.iec.ch/searchpub) enables you to search by a variety of criteria including text searches, technical committees and date of publication. On-line information is also available on recently issued publications, withdrawn and replaced publications, as well as corrigenda.

- IEC Just Published

This summary of recently issued publications (www.iec.ch/online_news/justpub) is also available by email. Please contact the Customer Service Centre (see below) for further information.

- Customer Service Centre

If you have any questions regarding this publication or need further assistance, please contact the Customer Service Centre:

Email: custserv@iec.ch
Tel: +41 22 919 02 11
Fax: +41 22 919 03 00

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC**

60749-39

Première édition
First edition
2006-07

**Dispositifs à semiconducteurs –
Méthodes d'essais mécaniques
et climatiques –**

**Partie 39:
Mesure de la diffusion d'humidité et de
l'hydrosolubilité dans les matériaux organiques
utilisés dans les composants à semiconducteurs**

**Semiconductor devices –
Mechanical and climatic test methods –**

**Part 39:
Measurement of moisture diffusivity and
water solubility in organic materials used
for semiconductor components**

© IEC 2006 Droits de reproduction réservés — Copyright - all rights reserved

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'éditeur.

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 the publisher.

International Electrotechnical Commission, 3, rue de Varembé, PO Box 131, CH-1211 Geneva 20, Switzerland
Telephone: +41 22 919 02 11 Telefax: +41 22 919 03 00 E-mail: inmail@iec.ch Web: www.iec.ch



Commission Electrotechnique Internationale
International Electrotechnical Commission
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX
PRICE CODE

K

Pour prix, voir catalogue en vigueur
For price, see current catalogue

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS	4
1 Domaine d'application	8
2 Appareillage	8
3 Echantillons	8
4 Mode opératoire	10
4.1 Préparation de l'échantillon	10
4.2 Mesures d'absorption en dessous de 100 °C	10
4.3 Calcul de la solubilité et de la diffusion	14
4.4 Mesures de désorption au-dessus de 100 °C	14
5 Calcul de l'énergie d'activation pour la diffusion d'humidité	16
6 Résumé	18
Figure 1 – Exemple de gain de masse croissant linéairement	7

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60749-39:2006

CONTENTS

FOREWORD	5
1 Scope	9
2 Apparatus	9
3 Samples	9
4 Procedure	11
4.1 Sample preparation	11
4.2 Absorption measurements below 100 °C	11
4.3 Solubility and diffusivity calculation	15
4.4 Desorption measurements above 100 °C	15
5 Calculation of activation energy for moisture diffusion	17
6 Summary	18
Figure 1 – Example of linearly increasing mass gain	13

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60749-39:2006

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

DISPOSITIFS À SEMICONDUCTEURS – MÉTHODES D'ESSAIS MÉCANIQUES ET CLIMATIQUES –

Partie 39: Mesure de la diffusion d'humidité et de l'hydrosolubilité dans les matériaux organiques utilisés dans les composants à semiconducteurs

AVANT-PROPOS

- 1) La Commission Electrotechnique Internationale (CEI) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de la CEI). La CEI 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, la CEI – 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 la CEI"). 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 la CEI, participent également aux travaux. La CEI 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 la CEI concernant les questions techniques représentent, dans la mesure du possible, un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux de la CEI intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les Publications de la CEI se présentent sous la forme de recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux de la CEI. Tous les efforts raisonnables sont entrepris afin que la CEI s'assure de l'exactitude du contenu technique de ses publications; la CEI 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 la CEI s'engagent, dans toute la mesure possible, à appliquer de façon transparente les Publications de la CEI dans leurs publications nationales et régionales. Toutes divergences entre toutes Publications de la CEI et toutes publications nationales ou régionales correspondantes doivent être indiquées en termes clairs dans ces dernières.
- 5) La CEI n'a prévu aucune procédure de marquage valant indication d'approbation et n'engage pas sa responsabilité pour les équipements déclarés conformes à une de ses Publications.
- 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 la CEI, 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 la CEI, 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 la CEI ou de toute autre Publication de la CEI, 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 la CEI peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. La CEI ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et de ne pas avoir signalé leur existence.

La Norme internationale CEI 60749-39 a été établie par le comité d'études 47 de la CEI: Dispositifs à semiconducteurs.

La présente norme annule et remplace la CEI/PAS 62307 publiée en 2002. Cette première édition constitue une révision technique.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
47/1860/FDIS	47/1872/RVD

Le rapport de vote indiqué dans le tableau ci-dessus donne toute information sur le vote ayant abouti à l'approbation de cette norme.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**SEMICONDUCTOR DEVICES –
MECHANICAL AND CLIMATIC TEST METHODS –****Part 39: Measurement of moisture diffusivity and water solubility in
organic materials used for semiconductor components**

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 provides no marking procedure to indicate its approval and cannot be rendered responsible for any equipment declared to be in conformity with an IEC Publication.
- 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.

International Standard IEC 60749-39 has been prepared by IEC technical committee 47: Semiconductor devices.

This standard cancels and replaces IEC/PAS 62307 published in 2002. This first edition constitutes a technical revision.

The text of this standard is based on the following documents:

FDIS	Report on voting
47/1860/FDIS	47/1872/RVD

Full information on the voting for the approval of this standard can be found in the report on voting indicated in the above table.

Cette publication a été rédigée selon les Directives ISO/CEI, Partie 2.

Une liste de toutes les parties de la série CEI 60749, présentées sous le titre général *Dispositifs à semiconducteurs – Méthodes d'essais mécaniques et climatiques*, peut être consultée sur le site web de la CEI.

Le comité a décidé que le contenu de cette publication ne sera pas modifié avant la date de maintenance indiquée sur le site web de la CEI 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.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60749-39:2006

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

A list of all the parts of the IEC 60749 series, under the general title *Semiconductor devices – Mechanical and climatic test methods*, can be found on the IEC website.

The committee has decided that the contents of this publication will remain unchanged until the maintenance result 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.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60749-39:2006

DISPOSITIFS À SEMICONDUCTEURS – MÉTHODES D'ESSAIS MÉCANIQUES ET CLIMATIQUES –

Partie 39: Mesure de la diffusion d'humidité et de l'hydrosolubilité dans les matériaux organiques utilisés dans les composants à semiconducteurs

1 Domaine d'application

La présente partie de la CEI 60749 détaille les procédures pour la mesure des propriétés caractéristiques de la diffusion d'humidité et de l'hydrosolubilité dans les matériaux organiques utilisés dans l'encapsulation des composants à semiconducteurs.

Ces deux propriétés des matériaux sont des paramètres importants pour la performance de fiabilité des semiconducteurs sous boîtier en plastique après exposition à l'humidité et étant soumis à une refusion à température élevée au moment du brasage.

NOTE Il est recommandé que les paramètres d'absorption d'humidité utilisés dans la présente norme soient obtenus auprès des fournisseurs de matériaux (par exemple, fournisseur de résines).

2 Appareillage

2.1 Balance analytique permettant d'obtenir une résolution de 0,000 01 g ou 0,001 % de la masse de l'échantillon.

2.2 Etuve à haute température pouvant maintenir des températures uniformes de 100 °C à 250 °C ± 2 °C.

2.3 Chambre(s) de simulation de température et d'humidité pouvant maintenir des températures dans une plage comprise entre 30 °C et 85 °C et des humidités relatives (H_R) dans une plage comprise entre 60 % H_R et 85 % H_R . Dans la zone de travail de la chambre, la tolérance de température doit être de ±2 °C et la tolérance d' H_R doit être de ±3 % H_R .

2.4 Plateaux en acier inoxydable perforés ou paniers maillés en acier inoxydable utilisés pour maintenir les échantillons et pour le positionnement dans les étuves.

2.5 Plaque ou disque d'aluminium de grande taille utilisé(e) pour dissiper la chaleur.

2.6 Dessiccateur pour maintenir les échantillons secs.

3 Echantillons

Les échantillons doivent être des disques ou des éprouvettes à côtés parallèles plats. Les dimensions linéaires doivent être mesurées précisément à ± 0,02 mm.

Pour approcher un comportement de diffusion unidimensionnel avec des effets de bord limités à moins de 5 % de la reprise de masse d'humidité diffusée totale, la zone de surface libre dans la dimension de l'épaisseur doit être inférieure à 5 % de la zone de surface libre à côtés plats de l'échantillon. Pour un disque de rayon, r , et d'épaisseur, h , la relation suivante doit être satisfaite:

$$h < 0,05r \quad (1)$$

SEMICONDUCTOR DEVICES – MECHANICAL AND CLIMATIC TEST METHODS –

Part 39: Measurement of moisture diffusivity and water solubility in organic materials used for semiconductor components

1 Scope

This part of IEC 60749 details the procedures for the measurement of the characteristic properties of moisture diffusivity and water solubility in organic materials used in the packaging of semiconductor components.

These two material properties are important parameters for the effective reliability performance of plastic packaged semiconductors after exposure to moisture and being subjected to high-temperature solder reflow.

NOTE It is recommended that the moisture absorption parameters used in this standard be obtained from the material suppliers (such as the resin supplier).

2 Apparatus

2.1 Analytical balance capable of a resolution of either 0,000 01 g or 0,001 % of sample mass.

2.2 High-temperature oven capable of maintaining uniform temperatures from 100 °C to 250 °C $\pm$ 2 °C.

2.3 Temperature/humidity chamber(s) capable of maintaining temperatures in a range from 30 °C to 85 °C and relative humidities (H_R) in a range from 60 % H_R to 85 % H_R . Within the chamber working area, temperature tolerance shall be ± 2 °C and the H_R tolerance shall be ± 3 % H_R .

2.4 Perforated stainless steel trays or stainless steel wire mesh baskets used for holding samples and for placement into ovens.

2.5 Large aluminium plate or disk used for heat sink capability.

2.6 Desiccator for holding dry samples.

3 Samples

Samples must be flat parallel-sided discs or coupons. The linear dimensions shall be accurately measured to within $\pm 0,02$ mm.

To approximate one-dimensional diffusion behaviour with edge effects limited to less than 5 % of the total diffusional moisture mass uptake, the free surface area in the thickness dimension must be less than 5 % of the flat-sided free surface area of the sample. For a disc of radius, r , and thickness, h , the following relation shall be met:

$$h < 0,05r \quad (1)$$

pour une éprouvette de longueur, L , et de largeur, W ,

$$h = \frac{0,05(WL)}{(W + L)} \quad (2)$$

Il convient que l'épaisseur d'échantillon recommandée se situe dans la plage comprise entre 0,3 mm et 1,0 mm. Il est recommandé que l'épaisseur d'échantillon maximale ne dépasse pas 1,0 mm, dans la mesure où le temps pour obtenir une saturation d'humidité à des températures inférieures à 60 °C sera excessivement long pour les composés à diffusion lente.

4 Mode opératoire

4.1 Préparation de l'échantillon

4.1.1 Traiter et prendre en compte les échantillons en utilisant des conditions de traitement recommandées, conformément à la spécification du fabricant.

4.1.2 Afin d'obtenir l'épaisseur d'échantillon appropriée, telle que donnée par les équations (1) ou (2), les échantillons peuvent être prélevés et polis finement à partir d'échantillons plus grands. Il faut veiller à maintenir le parallélisme des deux bords au maximum pour les échantillons préparés de cette façon.

Il convient de vérifier la présence éventuelle de vides dans les échantillons préparés, à la fois à l'intérieur et en surface. Dans l'idéal, il faut que les échantillons soient presque exempts de vides.

4.2 Mesures d'absorption en dessous de 100 °C

4.2.1 Mesurer les dimensions linéaires de l'échantillon préparé à $\pm 0,02$ mm près. Consigner l'épaisseur d'échantillon, h , et calculer le volume de l'échantillon, V , en utilisant la relation géométrique appropriée basée sur la forme de l'échantillon.

4.2.2 Etuver l'échantillon à 125 °C pendant 24 h. Des temps d'étuvage plus longs peuvent être requis en fonction des caractéristiques de perte de masse de l'échantillon. L'échantillon est considéré comme étant sec lorsque les mesures successives entraînent une différence inférieure à 0,002 % entre les lectures.

4.2.3 Retirer l'échantillon de l'étuve et le refroidir immédiatement en le mettant en contact avec le dissipateur thermique de 2.5.

Si plus d'un échantillon doit être mesuré, il convient que les échantillons et le dissipateur thermique soient placés dans un dessiccateur afin de limiter la reprise d'humidité au cours des mesures de masse.

4.2.4 Mesurer la masse de l'échantillon conformément à 2.1 et consigner la masse comme suit: $M_{\text{Comp,dry,1}}$

La mesure de gain/perte de masse doit être effectuée quelques minutes après le retrait de l'échantillon de la chambre climatique. Des retards supérieurs à 5 min après le retrait des chambres climatiques pourraient affecter les mesures de diffusion résultantes.

for a coupon of length, L , and width, W ,

$$h = \frac{0,05(WL)}{(W + L)} \quad (2)$$

Recommended sample thickness should be in the range from 0,3 mm to 1,0 mm. It is recommended that the maximum sample thickness should not exceed 1,0 mm, because the time to achieve moisture saturation at temperatures below 60 °C will be excessively long for compounds with slow diffusivity.

4 Procedure

4.1 Sample preparation

4.1.1 Process and cure the samples using recommended processing conditions in accordance with the manufacturer's specification.

4.1.2 To obtain the appropriate sample thickness as given by equations (1) or (2), samples may be sectioned and finely polished from larger specimens. Care must be taken to maintain near parallel-sided flatness for samples prepared in this manner.

The prepared samples should be inspected for voids, both internal and surface. The ideal samples should be nearly void-free.

4.2 Absorption measurements below 100 °C

4.2.1 Measure the linear dimensions of the prepared sample to the nearest $\pm 0,02$ mm. Record the sample thickness, h , and calculate the sample volume, V , using the appropriate geometric relationship based on the sample shape.

4.2.2 Bake the sample at 125 °C for 24 h. Longer bake times may be required depending on the sample mass loss characteristics. The sample is considered dry when successive measurements result in less than 0,002 % difference between readings.

4.2.3 Remove the sample from the bake oven and immediately cool by placing in contact with the heat sink of 2.5.

If more than one sample is to be measured, the samples and heat sink should be placed into a desiccator to limit moisture uptake during the mass measurements.

4.2.4 Measure the mass of the sample according to 2.1 and record the mass as $M_{\text{Comp,dry},1}$

The mass gain/loss measurement shall be made within a few minutes after removal of the sample from the environmental chamber. Time delays longer than 5 min after removal from the environmental chambers could affect the resultant diffusivity measurements.

4.2.5 Placer l'échantillon dans un support en acier inoxydable et transférer à une chambre de simulation de température et d'humidité, stabilisée à une température et une humidité pré-établies.

Il est suggéré que l'échantillon soit transféré dans un support en acier inoxydable qui a été préchauffé et stabilisé à la température établie de la chambre.

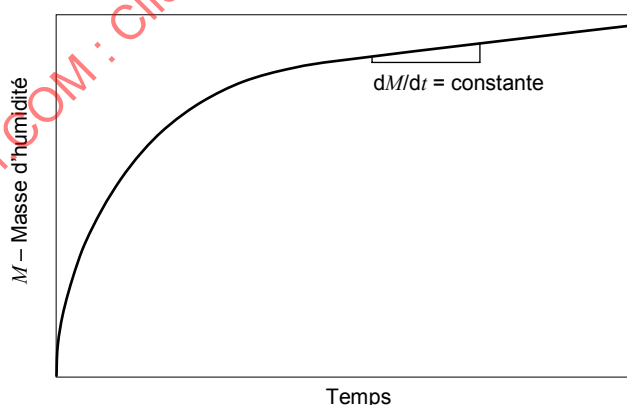
4.2.6 Périodiquement, retirer l'échantillon de la chambre de simulation de température et d'humidité, refroidir conformément à 4.2.3 et mesurer la masse de l'échantillon.

Il est recommandé que les intervalles de temps soient espacés de façon à permettre une durée de mesure adéquate afin de capturer la réponse de masse rapide initiale et de fournir une bonne répartition des points de données au cours des dernières étapes de la courbe de réponse de masse. Il convient de réduire le nombre total de fois où la chambre de simulation de température et d'humidité est sollicitée pour le retrait de l'échantillon.

Il convient de veiller à ce qu'aucune humidité condensée provenant des parois de la chambre ne soit en contact avec l'échantillon au cours du retrait de la chambre de simulation de température et d'humidité. Si de l'eau condensée devait entrer en contact avec l'échantillon, sécher immédiatement l'échantillon avec de l'azote ou de l'air sec. Il est ensuite recommandé de retransférer l'échantillon dans la chambre pour qu'il soit rééquilibré et de prendre un autre point de données plus tard.

4.2.7 Replacer l'échantillon dans la chambre de simulation de température et d'humidité et poursuivre les mesures de masse jusqu'à ce que l'une des deux conditions suivantes soit satisfaite.

- Le gain de masse supplémentaire après une période de 24 h est inférieur à 0,002 % par rapport à la mesure précédente.
- Un tracé du gain de masse en fonction du temps montre un gain de masse croissant linéairement après une variation décroissante initiale de la masse avec le temps (dM/dt), comme représenté à la Figure 1.



IEC 1186/06

Figure 1 – Exemple de gain de masse croissant linéairement

4.2.8 Consigner la masse finale de l'échantillon humide comme suit: $M_{\text{Comp,wet,f}}$.

4.2.9 Etuver l'échantillon à nouveau à 125 °C jusqu'à ce qu'il soit sec, comme déterminé en 4.2.2.

4.2.10 Consigner la deuxième masse sèche finale comme suit: $M_{\text{Comp,dry,2}}$.

4.2.5 Place the sample into a stainless steel holder and transfer to a temperature/humidity chamber stabilized at a pre-set temperature and humidity.

It is suggested that the sample be transferred into a stainless-steel holder that has been preheated and stabilized to the set chamber temperature.

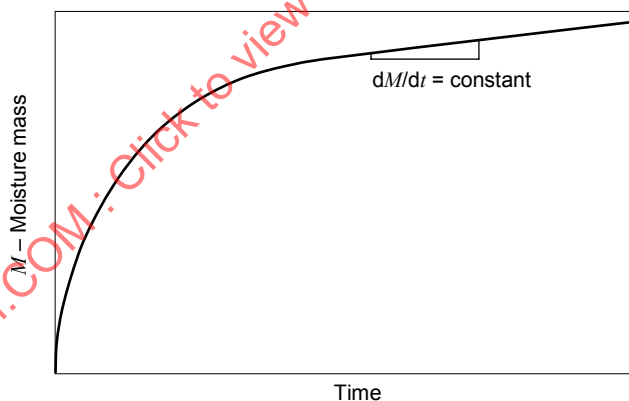
4.2.6 At accumulative times, remove the sample from the temperature/humidity chamber, cool in accordance with 4.2.3 and measure the sample mass.

Time intervals should be spaced so as to allow adequate measurement duration to capture the initial quick mass response and to provide a good spread in the data points during the later stages of the mass response curve. The total number of times the temperature/humidity chamber is disturbed for sample removal should be minimized.

Care should be taken that no condensed moisture from the chamber walls comes into contact with the sample during removal from the temperature/humidity chamber. If condensed water should contact the sample, immediately dry the sample using nitrogen or dry air. The sample should then be returned to the chamber for re-equilibration and another data point taken at a later time.

4.2.7 Place the sample back into the temperature/humidity chamber and continue mass measurements until either of the following conditions are met.

- Additional weight gain after a 24 h period is less than 0,002 % from the previous measurement.
- A plot of the weight gain versus time shows a linearly increasing weight gain after an initial decreasing change in mass with time (dM/dt), as depicted in Figure 1.



IEC 1186/06

Figure 1 – Example of linearly increasing mass gain

4.2.8 Record the final wet mass of the sample as $M_{\text{Comp,wet,f}}$

4.2.9 Bake the sample again at 125 °C until dry as determined by 4.2.2.

4.2.10 Record the second final dry mass as $M_{\text{Comp,dry,2}}$

4.3 Calcul de la solubilité et de la diffusion

4.3.1 Calculer la solubilité à la température et à l'humidité données en utilisant:

$$C_{\text{sat}}(T, H_R) = \frac{M_{\text{Comp,wet,f}} - M_{\text{Comp,dry,2}}}{V} = \frac{M_{\text{sat}}(T, H_R)}{V} \quad (3)$$

où

$C_{\text{sat}}(T, H_R)$ est la solubilité d'humidité à la température T et H_R (mg cm^{-3});

$M_{\text{Comp,wet,f}}$ est la masse finale de l'échantillon humide (mg);

$M_{\text{Comp,dry,2}}$ est la masse finale de l'échantillon sec après le deuxième étuvage (mg);

V est le volume de l'échantillon (cm^3);

$M_{\text{sat}}(T, H_R)$ est le degré hygrométrique saturé à la température T et H_R (mg).

4.3.2 Tracer une courbe du gain de masse en fonction du temps en utilisant la variation de la masse suivante: $M(t) - M_{\text{Comp,dry,1}}$.

4.3.3 A l'aide de la courbe tracée, calculer la diffusion d'humidité à partir de

$$D(T) = \frac{0,049 \, 19 \, h^2}{t_{0,5}} \quad (4)$$

où

$D(T)$ est la diffusion à la température T ($\text{mm}^2 \text{s}^{-1}$);

h est l'épaisseur de l'échantillon (mm);

$t_{0,5}$ est la demi-vie de sorption définie comme le temps auquel la masse retenue comme mesure d'humidité est égale à la moitié de la masse saturée, par exemple, $M_t/M_{\text{sat}} = 0,5$;

M_t est la masse d'humidité au temps t .

NOTE Une autre méthode pour déterminer $D(T)$ consiste à utiliser une meilleure optimisation de la courbe des données de gain de masse expérimentales. L'équation (4) ci-dessus est reconnue comme une approximation de la résolution analytique; cependant, elle fournira une approximation précise inférieure à une erreur de quelques pourcents. Il convient que la valeur de $D(T)$ déterminée par une technique d'ajustement de courbe soit comparée à la valeur déterminée par l'équation (4) comme une vérification de référence. Répéter les mesures de sorption de 4.2 à 4.3.3 en utilisant des conditions différentes de température et d'humidité. Les conditions environnementales suggérées sont 30 °C/60 % H_R , 60 °C/60 % H_R , et 85 °C/60 % H_R .

4.4 Mesures de désorption au-dessus de 100 °C

4.4.1 Placer l'échantillon dans une chambre maintenue à 85 °C/60 % H_R ou 85 °C/85 % H_R pendant 168 h ou jusqu'à ce que M_{sat} soit obtenue tel que déterminé par un calcul en utilisant une diffusion déterminée précédemment à 85 °C.

4.4.2 Retirer l'échantillon de la chambre de simulation de température et d'humidité, refroidir conformément à 4.2.3 et consigner la masse saturée de l'échantillon, M_{sat} .

4.4.3 Placer immédiatement l'échantillon dans une étuve stabilisée à une température supérieure à 100 °C.

Il est suggéré que l'échantillon soit transféré dans un support en acier inoxydable qui a été préchauffé et stabilisé à la température établie de l'étuve.

4.3 Solubility and diffusivity calculation

4.3.1 Calculate the solubility at the given temperature and humidity by using:

$$C_{\text{sat}}(T, H_R) = \frac{M_{\text{Comp,wet,f}} - M_{\text{Comp,dry,2}}}{V} = \frac{M_{\text{sat}}(T, H_R)}{V} \quad (3)$$

where

$C_{\text{sat}}(T, H_R)$ is the moisture solubility at temperature T and H_R (in mg cm^{-3});

$M_{\text{Comp,wet,f}}$ is the final wet sample mass (in mg);

$M_{\text{Comp,dry,2}}$ is the final dry sample mass after the second bake (in mg);

V is the sample volume (in cm^3);

$M_{\text{sat}}(T, H_R)$ is the saturated moisture content at temperature T and H_R (in mg).

4.3.2 Plot mass gain curve verses time using change in mass as $M(t) - M_{\text{Comp,dry,1}}$

4.3.3 Using the plotted curve, calculate the moisture diffusivity from

$$D(T) = \frac{0,049 \ 19 \ h^2}{t_{0,5}} \quad (4)$$

where

$D(T)$ is the diffusivity at temperature T (in $\text{mm}^2 \text{s}^{-1}$);

H is the sample thickness (in mm);

$t_{0,5}$ is the sorption half-time defined as the time at which the sorbed mass of moisture is equal to one-half the saturated mass, for example, $M_t/M_{\text{sat}} = 0,5$;

M_t is the mass of moisture at time t .

NOTE An alternate method for determining $D(T)$ is to use a best-fit curve-fitting approach of the experimental weight gain data. Equation (4) above is recognized as an approximation to the analytical closed form solution, however, it will provide an accurate approximation of an error of less than a few per cent. The value of $D(T)$ determined by a curve-fitting technique should be compared to the value determined by equation (4) as a reference check. Repeat the sorption measurements 4.2 to 4.3.3 using different temperature and humidity conditions. Suggested environmental conditions are 30 °C/60 % H_R , 60 °C/60 % H_R , and 85 °C/60 % H_R .

4.4 Desorption measurements above 100 °C

4.4.1 Place the sample in a chamber maintained at 85 °C/60 % H_R or 85 °C/85 % H_R for 168 h or until M_{sat} is achieved as determined by a calculation using a previously determined diffusivity at 85 °C.

4.4.2 Remove the sample from the temperature/humidity chamber, cool in accordance with 4.2.3 and record the saturated sample weight, M_{sat} .

4.4.3 Immediately place the sample into a bake oven stabilized at a temperature greater than 100 °C.

It is suggested that the sample be transferred into a stainless-steel holder that has been preheated and stabilized at the set bake temperature.