

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE



**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 978-2-8322-3857-8

**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.**

CONTENTS

FOREWORD.....	4
1 Scope.....	6
2 Normative references	6
3 Terms and definitions	7
4 Principle.....	7
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	8
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	9
5.3.1 Environment requirements	9
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
Annex A (informative) Limitations of the primary and secondary measurement methods	21
Bibliography.....	23
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	14
Figure 4 – Representation of the measurement profile for an EVA test specimen	16
Table 1 – Summary of the results for the example measurements shown in Figure 2	14

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.

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

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

FDIS	Report on voting
82/1197/FDIS	82/1231/RVD

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

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 this document will remain unchanged until the stability date indicated on the IEC website under "<http://webstore.iec.ch>" in the data related to the specific document. At this date, the document 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.

MEASUREMENT PROCEDURES FOR MATERIALS USED IN PHOTOVOLTAIC MODULES –

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

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 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*

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

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS	28
1 Domaine d'application	30
2 Références normatives	30
3 Termes et définitions	31
4 Principe	32
5 Méthode secondaire DSC	32
5.1 Appareil et équipement pour la méthode secondaire	32
5.1.1 Généralités	32
5.1.2 Balance électronique	32
5.1.3 Calorimètre différentiel à balayage	32
5.1.4 Étalonnage de l'appareil	33
5.2 Préparation des éprouvettes pour la méthode secondaire	33
5.2.1 Échantillonnage et stockage	33
5.2.2 Procédures de préparation	33
5.3 Exigences d'essai pour la méthode secondaire	34
5.3.1 Exigences d'environnement	34
5.3.2 Réglages des paramètres (méthode de l'enthalpie résiduelle).....	34
5.3.3 Réglages des paramètres (méthode de fusion/gel)	34
5.3.4 Réglages des paramètres (méthode combinée d'enthalpie et de fusion/gel)	35
5.4 Procédure d'essai pour la méthode secondaire	35
5.5 Calcul et expression des résultats pour la méthode secondaire.....	36
5.5.1 Méthode d'enthalpie	36
5.5.2 Méthode de fusion/gel	37
5.6 Incertitude de mesure pour la méthode secondaire	40
6 Méthode principale	41
6.1 Principe de la méthode principale	41
6.2 Appareil et équipement pour la méthode principale	41
6.2.1 Balance électronique	41
6.2.2 Extracteur Soxhlet	41
6.2.3 Dé	41
6.2.4 Appareil de chauffage	42
6.2.5 Dispositif de manipulation	42
6.2.6 Solvant	42
6.3 Préparation des éprouvettes pour la méthode principale	42
6.3.1 Échantillonnage et stockage	42
6.3.2 Procédures de préparation	43
6.4 Exigences d'essai pour la méthode principale – Exigences d'environnement.....	43
6.5 Procédure d'essai pour la méthode principale	43
6.6 Calcul et expression des résultats pour la méthode principale.....	44
7 Rapport d'essai	44
Annexe A (informative) Limites des méthodes de mesure principale et secondaire	45
Bibliographie.....	47
Figure 1 – Exemple de résultat pour la méthode DSC d'enthalpie résiduelle	36

Figure 2 – Emplacement des températures et des plages de températures utilisées dans la méthode DSC de fusion/gel.....	38
Figure 3 – Exemple de limites de température appliquées pour un algorithme d'intégration de logiciel automatisé	39
Figure 4 – Représentation du profil de mesure d'une éprouvette d'essai d'EVA.....	40
Tableau 1 – Résumé des résultats pour les exemples de mesurage représentés à la Figure 2	38

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.

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.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
82/1197/FDIS	82/1231/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.

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 ce document 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 au document recherché. A cette date, le document sera

- reconduit,
- supprimé,
- remplacé par une édition révisée, ou
- amendé.

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.

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

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 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*

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