

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE



Test methods for electrical materials, printed boards and other interconnection structures and assemblies –

Part 11: Measurement of melting temperature or melting temperature ranges of solder alloys

Méthodes d'essai pour les matériaux électriques, les cartes imprimées et autres structures d'interconnexion et ensembles –

Partie 11: Mesure de la température de fusion ou des plages de températures de fusion des alliages à braser





THIS PUBLICATION IS COPYRIGHT PROTECTED

Copyright © 2013 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 la CEI ou du Comité national de la CEI du pays du demandeur.

Si vous avez des questions sur le copyright de la CEI ou si vous désirez obtenir des droits supplémentaires sur cette publication, utilisez les coordonnées ci-après ou contactez le Comité national de la CEI de votre pays de résidence.

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

Tel.: +41 22 919 02 11
Fax: +41 22 919 03 00
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 corrigenda or an amendment might have been published.

Useful links:

IEC publications search - www.iec.ch/searchpub

The advanced search enables you 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It also gives information on projects, replaced and withdrawn publications.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 on-line and also once a month by email.

Electropedia - www.electropedia.org

The world's leading online dictionary of electronic and electrical terms containing more than 30 000 terms and definitions in English and French, with equivalent terms in additional languages. Also known as the International Electrotechnical Vocabulary (IEV) on-line.

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: csc@iec.ch.

A propos de la CEI

La Commission Electrotechnique Internationale (CEI) 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 CEI

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

Liens utiles:

Recherche de publications CEI - www.iec.ch/searchpub

La recherche avancée vous permet de trouver des publications CEI 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.

Just Published CEI - webstore.iec.ch/justpublished

Restez informé sur les nouvelles publications de la CEI. Just Published détaille les nouvelles publications parues. Disponible en ligne et aussi une fois par mois par email.

Electropedia - www.electropedia.org

Le premier dictionnaire en ligne au monde de termes électroniques et électriques. Il contient plus de 30 000 termes et définitions en anglais et en français, ainsi que les termes équivalents dans les langues additionnelles. Egalement appelé Vocabulaire Electrotechnique International (VEI) en ligne.

Service Clients - webstore.iec.ch/csc

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

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE



Test methods for electrical materials, printed boards and other interconnection structures and assemblies –

Part 11: Measurement of melting temperature or melting temperature ranges of solder alloys

Méthodes d'essai pour les matériaux électriques, les cartes imprimées et autres structures d'interconnexion et ensembles –

Partie 11: Mesure de la température de fusion ou des plages de températures de fusion des alliages à braser

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

PRICE CODE
CODE PRIX

P

ICS 31.180

ISBN 978-2-83220-800-7

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.....	3
1 Scope.....	5
2 Normative references	5
3 Terms and definitions	5
4 Summary of measuring methods.....	6
5 Test equipment.....	6
5.1 Method A:DSC	6
5.1.1 DSC	6
5.1.2 Balance	6
5.1.3 Pans.....	6
5.1.4 Inert gas	6
5.1.5 Alumina powder.....	6
5.2 Method B:Cooling curve of molten solder	7
5.2.1 Electric furnace	7
5.2.2 Thermocouple.....	7
5.2.3 Measuring instrument	7
5.2.4 Recorder	7
5.2.5 Container.....	7
6 Calibration of the temperature	7
7 Procedure for the measuring method	7
7.1 Method A: DSC	7
7.1.1 Test condition.....	7
7.1.2 Procedure for measuring the DSC curve.....	8
7.2 Method B: Cooling curve of molten solder	10
7.2.1 Test condition.....	10
7.2.2 Procedure for measuring the cooling curve of molten solder	10
Annex A (normative) Test report on melting temperatures of solder alloys	12
Annex B (informative) Examples of test result (Method A).....	13
Annex C (informative) Example of test result (Method B)	14
Bibliography.....	15
Figure 1 – Determination of solidus temperature	8
Figure 2 – Determination of temperature of melting ends	9
Figure 3 – Determination of liquidus temperature	10
Figure 4 – Cooling curves of molten solder	11
Figure B.1 – Example of test result (Method A: Sn96,5Ag3Cu,5 alloy)	13
Figure B.2 – Example of test result (Method A: Sn95,8Ag3,5Cu,7 alloy).....	13
Figure C.1 – Example of test result (Method B: Sn96,5Ag3Cu,5 alloy)	14
Figure C.2 – Example of test result (Method B: Sn95,8Ag3,5Cu,7 alloy)	14
Table 1 – Metal list for calibration	7
Table A.1 – Report form.....	12

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**TEST METHODS FOR ELECTRICAL MATERIALS,
PRINTED BOARDS AND OTHER INTERCONNECTION STRUCTURES
AND ASSEMBLIES –****Part 11: Measurement of melting temperature or
melting temperature ranges of solder alloys**

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 61189-11 has been prepared by IEC technical committee 91: Electronics assembly technology.

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

FDIS	Report on voting
91/1086/FDIS	91/1097/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.

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

A list of all parts of IEC 61189 under the general title *Test methods for electrical materials, printed boards and other interconnection structures and assemblies* can be found in the IEC website.

The committee has decided that the contents of this publication 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.

TEST METHODS FOR ELECTRICAL MATERIALS, PRINTED BOARDS AND OTHER INTERCONNECTION STRUCTURES AND ASSEMBLIES –

Part 11: Measurement of melting temperature or melting temperature ranges of solder alloys

1 Scope

This part of IEC 61189 describes the measurement method of melting ranges of solder alloys that are mainly used for wiring of electrical equipment, for electrical and communication equipment, and for other apparatus, as well as for connecting components.

2 Normative references

The following documents, in whole or in part, are normatively referenced in this document and are indispensable for its application. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

IEC 60194,— *Printed board design, manufacture and assembly – Terms and definitions*¹

IEC 61189-3, *Test methods for electrical materials, printed boards and other interconnection structures and assemblies – Part 3: Test methods for interconnection structures (printed boards)*

IEC 61190-1-3, *Attachment materials for electronic assembly – Part 1-3: Requirements for electronic grade solder alloys and fluxed and non-fluxed solid solders for electronic soldering applications*

ISO 9453, *Soft solder alloys – Chemical compositions and forms*

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

3 Terms and definitions

For the purposes of this document the terms and definitions of IEC 60194, IEC 61189-3, IEC 61190-1-3, ISO 9453 and ISO 11357-1, as well as the following apply.

3.1

melting temperature ranges

total range of solidus and liquidus temperature of solder alloys

3.2

solidus temperature

temperature when solder alloys start to melt measured by DSC (method A)

¹ Sixth edition to be published.

3.3

solidus temperature

temperature when solidification of solder alloys ends measured by the cooling curve of molten solder (method B)

3.4

liquidus temperature

temperature when melting ends measured for various heating temperature levels by DSC (method A)

3.5

liquidus temperature

solidification temperature measured by the cooling curve of molten solder (method B)

3.6

DSC curve

curve measured by differential scanning calorimetry (DSC)

4 Summary of measuring methods

The melting temperature range of solder alloys is measured by using the following methods.

Method A: Differential scanning calorimetry (DSC).

Method B: Cooling curve of molten solder.

Test report shall be made according to Annex A.

5 Test equipment

5.1 Method A: DSC

5.1.1 DSC

See ISO 11357-1.

5.1.2 Balance

The balance shall have a resolution of 0,1 mg or better.

5.1.3 Pans

Pans shall be constructed of a material with a high heat transfer rate and which is not corroded by the samples. Usually, aluminium is used.

5.1.4 Inert gas

Inert gas (example N₂ or Ar: of a purity higher than 99,9 %) should be used to avoid the sample oxidation.

5.1.5 Alumina powder

Alumina powder should be used as a reference material. It is stable for the temperature range of the measurement. See ISO 11357-1.

5.2 Method B: Cooling curve of molten solder

5.2.1 Electric furnace

It shall be capable of heating its content to a temperature of 400 °C or higher and provide good heat insulation.

5.2.2 Thermocouple

A thermocouple that is suitable for the temperature being used, shall be selected. The compensating lead used shall be suitable for the thermocouple being used.

5.2.3 Measuring instrument

The heat flow measuring instrument shall be capable of measurements of one second intervals or less.

5.2.4 Recorder

The recorder shall be capable of recording a cooling curve and reading in 0,1 °C units.

5.2.5 Container

The graphite or ceramic crucible shall be used.

6 Calibration of the temperature

Temperature calibration shall be conducted using the pure materials listed in Table 1, whose purity shall be 99,99 % or higher. The melting points of two or more pure materials that are close to the temperature to be measured, shall be measured under the same conditions as those applied to the sample, and a compensation formula with a linear function shall be determined for the temperature correction from the obtained measurements and the melting temperatures given in Table 1.

Table 1 – Metal list for calibration

Metal	Melting temperature °C
In (indium)	156,6
Sn (tin)	231,9
Pb (lead)	327,4

7 Procedure for the measuring method

7.1 Method A: DSC

7.1.1 Test condition

7.1.1.1 Sample mass

The sample mass shall be from 5 mg to 50 mg.

7.1.1.2 Inert gas flow

Inert gas shall be used. Gas flow rate shall be from 10 ml/min to 50 ml/min.

7.1.1.3 Heating rate

Heating rate shall be from 0,5 °C/min to 10 °C/min. Recommended heating rate are 0,5, 1, 2, 5 and 10 °C/min.

7.1.2 Procedure for measuring the DSC curve

7.1.2.1 Instructions

Carry out the measuring DSC curve as follows.

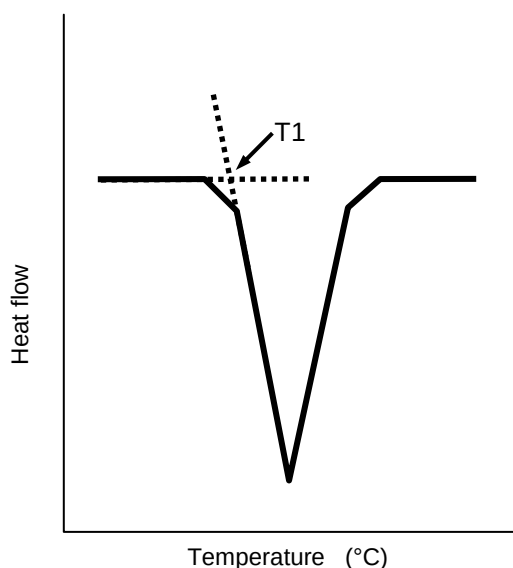
- The sample is placed in the centre part of pans, and the cap of the pans is put and clamped.
- The pan containing the sample is placed on to the pan holder, and the pan with alumina powder is placed on the other pan holder.
- Flow the inert gas (example N₂ or Ar) until the measurement ends.
- Carry out the measuring DSC curve with a heating rate of 0,5 °C/min up to a temperature about 30 °C higher than the heat flow peak.

Repeat procedures a) through d) using a new sample, except heating rate of 1, 2, 5 and 10 °C/min.

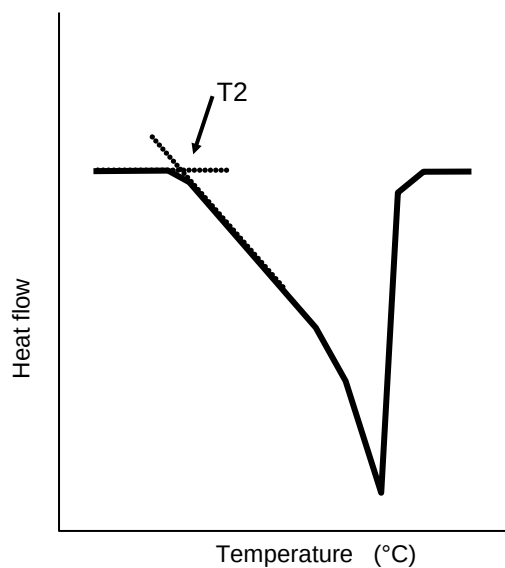
7.1.2.2 Solidus temperature

The data of a heating rate of 2 °C/min are used. A typical DSC curve is shown in Figure 1. T₁ or T₂ represent the solidus temperature.

- If melting occurs abruptly, then the temperature when melting starts shall be the temperature T₁ at the intersection of the extrapolation of the low-temperature side baseline towards the high-temperature side and the tangent drawn from the low-temperature side endothermic peak at the point with the steepest slope, as shown in Figure 1a. In this case, correct the temperature, using T₁ of the pure materials.
- If melting occurs gradually, then determine temperature T₂ at the point at which the curve starts to leave the baseline, as shown in Figure 1b. In this case, correct the temperature, using T₂ of the pure materials. Repeat the measurement several times and then determine the average.



IEC 1070/13



IEC 1071/13

Figure 1a – Abruptly melting alloy

Figure 1b – Gradually melting alloy

Figure 1 – Determination of solidus temperature

7.1.2.3 Liquidus temperature

The data of a heating rate of 0,2, 0,5, 1, 2, 5 and 10 °C/min are used. A typical DSC curve is shown in Figure 2. T3 or T4 indicate the temperature where melting ends.

- If melting occurs with a single peak, the temperature of melting ends shall be the temperature T3 at the intersection of the extrapolation of the high-temperature side baseline towards the low-temperature side and the tangent drawn from the high-temperature side endothermic peak at the point with the steepest slope, as shown in Figure 2a.
- If melting occurs with double or more peaks, the temperature where the melting ends shall be the temperature T4 at the intersection of the extrapolation of the high-temperature side baseline towards the low-temperature side and the tangent drawn from the most highest-temperature side endothermic peak at the point with the steepest slope, as shown in Figure 2b.

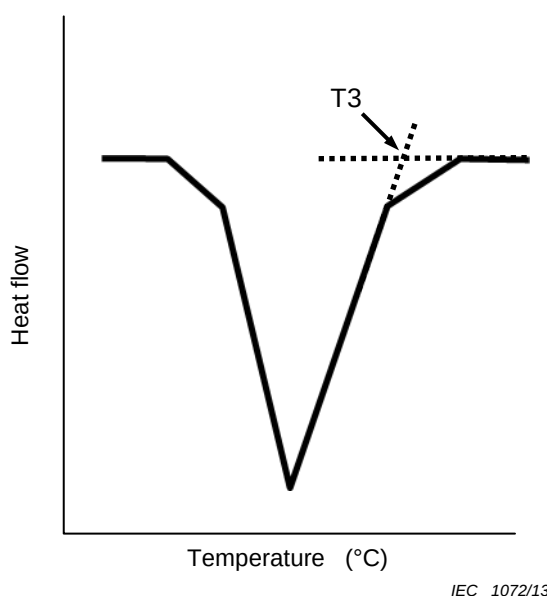


Figure 2a – Single melting peak

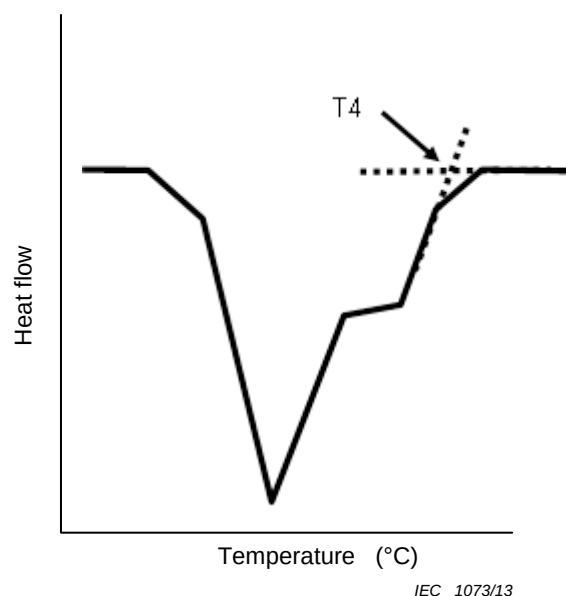
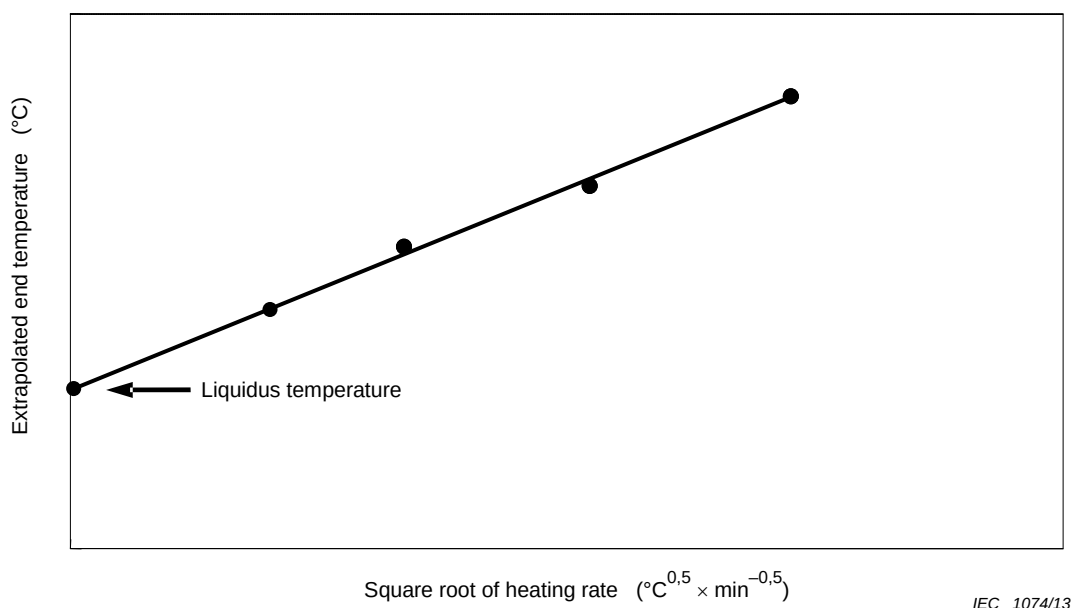


Figure 2b – Double or more melting peaks

Figure 2 – Determination of temperature of melting ends

- The extrapolated end temperature of endothermic peak is a linear function of the square root of the heating rate. Therefore, the point of interception on a temperature axis of the linear function is assumed to be the liquidus temperature, as shown in Figure 3.

NOTE Examples of the test results are shown in Annex B.



IEC 1074/13

Figure 3 – Determination of liquidus temperature

7.2 Method B: Cooling curve of molten solder

7.2.1 Test condition

7.2.1.1 Sample mass

The sample mass shall be 500 g or more.

7.2.1.2 Sample melting

Place the sample in the container and then heat it in the electric furnace until it melts.

7.2.1.3 Thermocouple installation

Position the temperature-measuring junction of the thermocouple in the centre of the molten solder.

7.2.1.4 Reference junction

The reference junction shall be of the cryoscopic, thermoelectric cooling, or compensating type.

7.2.2 Procedure for measuring the cooling curve of molten solder

7.2.2.1 Instructions

Melt the entire sample in the crucible, then turn off the power to the electric furnace and measure the temperature as the sample cools down.

Typical cooling curves of molten solder are shown in Figure 4.

7.2.2.2 Solidus temperature

The solidus temperature shall be determined from the parallel portion, (T6, as shown in Figure 4b). If undercooling occurs, as shown in Figure 4c, then the temperature T7 at the intersection of the extrapolation of the parallel portion toward the short-time side and the cooling curve shall be assumed to be the solidus temperature.

7.2.2.3 Liquidus temperature

The liquidus temperature shall be determined from the inflection point (T5) of the cooling curve (time-temperature curve), as shown in Figure 4a. If two or more inflection points or parallel portions appear, then the first one shall be used to determine the liquidus temperature.

In some alloys, for example Sn95,5Ag3Cu,5 and Sn95,8Ag3,5Cu,7, liquidus temperature may not be measured. Annex C shows such examples of cooling curve.

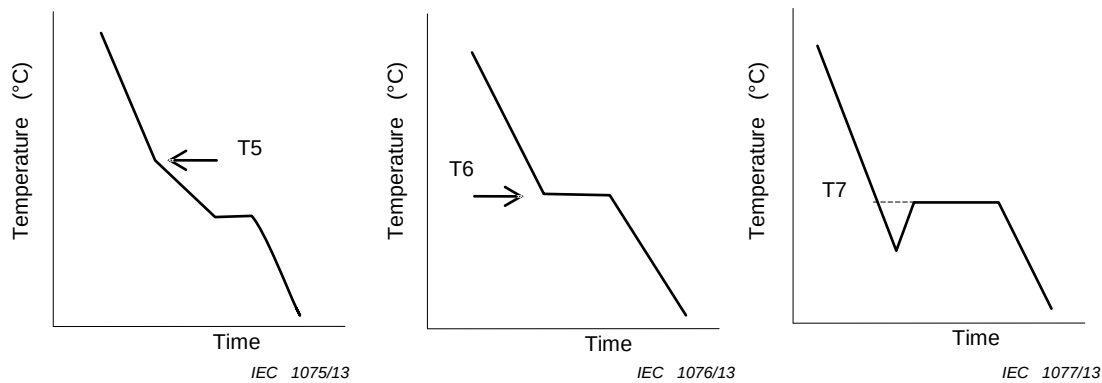


Figure 4a – Inflection point appears

Figure 4b – Parallel portion appears

Figure 4c – Undercooling occurs

Figure 4 – Cooling curves of molten solder

Annex A (normative)

Test report on melting temperatures of solder alloys

Enter the appropriate information in top portion of this report and complete it by entering the test results. Add the measurements, values, pictures, and so on, as an attachment to this report, see Table A.1.

Table A.1 – Report form

Date of measurement	
Measuring equipment	
Sample name	
Sample size	
Inert gas	
Inert gas flow rate	
Heating rate	
Solidus temperature	
Liquidus temperature	

Annex B
(informative)

Examples of test result (Method A)

Figure B.1 and Figure B.2 show examples of test results of liquidus temperature using method A.

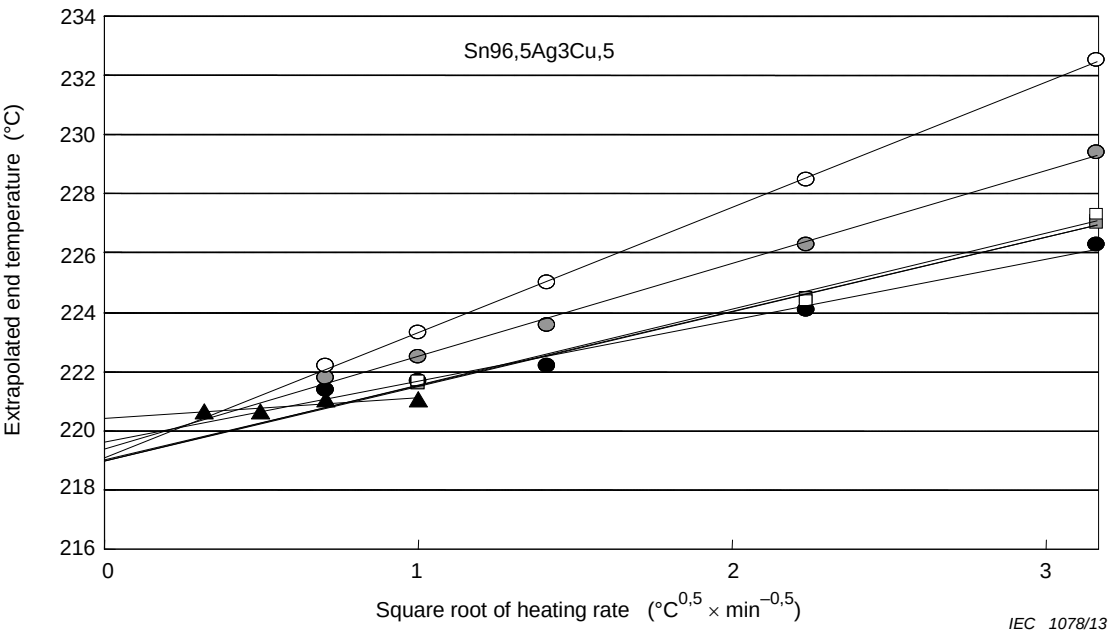


Figure B.1 – Example of test result (Method A: Sn96,5Ag3Cu,5 alloy)

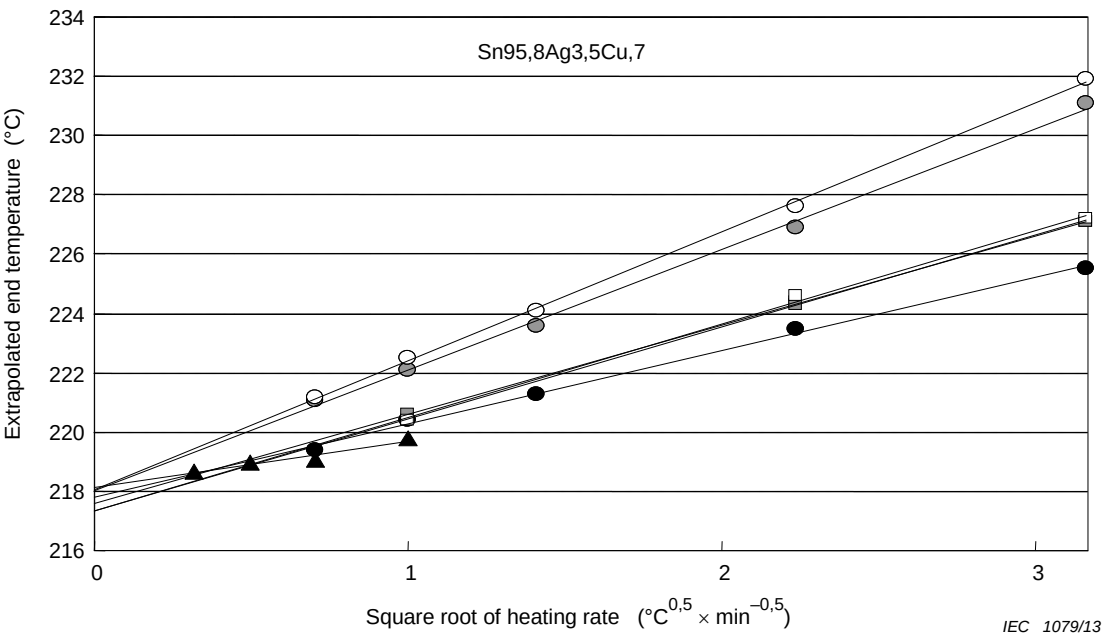


Figure B.2 – Example of test result (Method A: Sn95,8Ag3,5Cu,7 alloy)

Annex C (informative)

Example of test result (Method B)

Figure C.1 and Figure C.2 show examples of test results of liquidus temperature using the cooling curve method where the solidification start could not be detected.

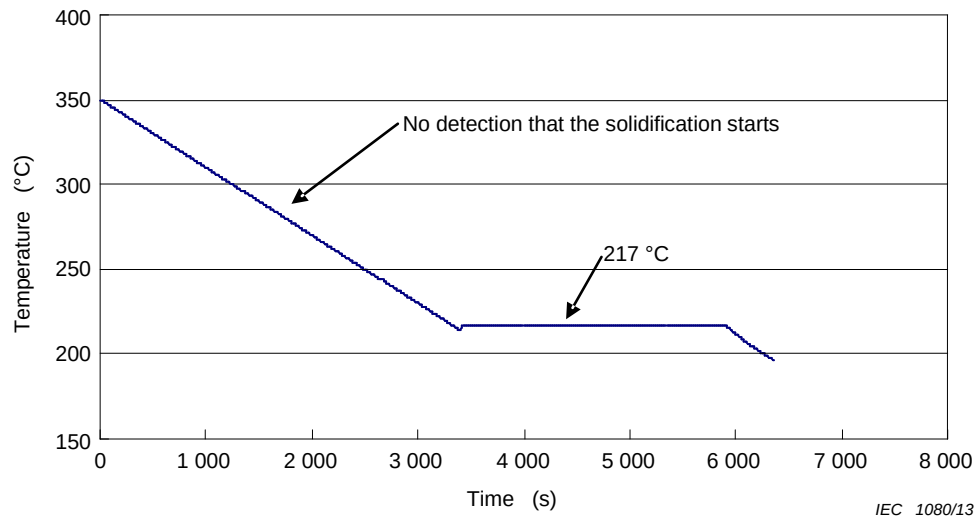


Figure C.1 – Example of test result (Method B: Sn96,5Ag3Cu,5 alloy)

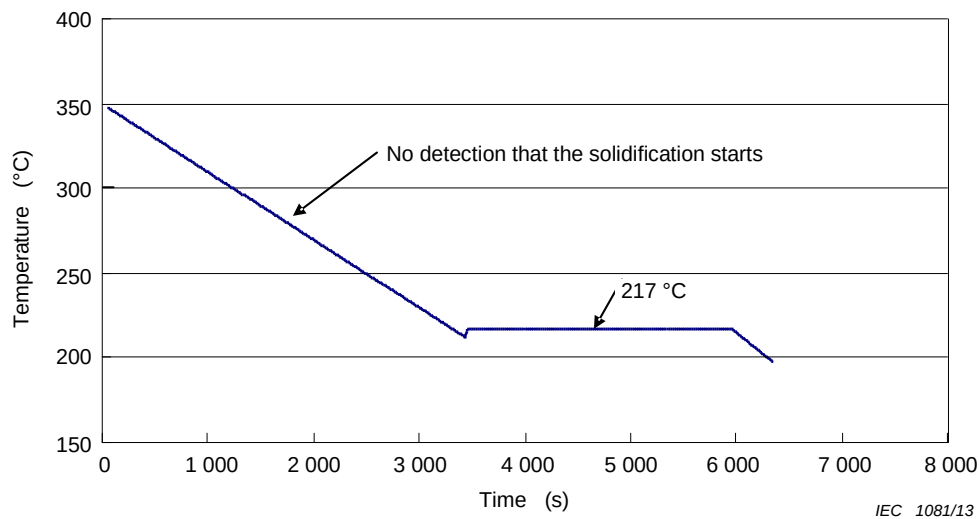


Figure C.2 – Example of test result (Method B: Sn95,8Ag3,5Cu,7 alloy)

Bibliography

IEC 61189-1, *Test methods for electrical materials, interconnection structures and assemblies*
– Part 1: *General test methods and methodology*

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS	17
1 Domaine d'application	19
2 Références normatives	19
3 Termes et définitions	19
4 Résumé des méthodes de mesure	20
5 Matériel d'essai	20
5.1 Méthode A:Analyse calorimétrique différentielle (DSC)	20
5.1.1 Analyse calorimétrique différentielle (DSC)	20
5.1.2 Balance	20
5.1.3 Creusets.....	20
5.1.4 Gaz inerte	20
5.1.5 Poudre d'alumine.....	21
5.2 Méthode B:Courbe de refroidissement de l'alliage fondu	21
5.2.1 Four électrique	21
5.2.2 Thermocouple.....	21
5.2.3 Instrument de mesure	21
5.2.4 Enregistreur.....	21
5.2.5 Récipient	21
6 Etalonnage de la température.....	21
7 Procédure relative à la méthode de mesure	21
7.1 Méthode A: Analyse calorimétrique différentielle (DSC)	21
7.1.1 Condition d'essai	21
7.1.2 Procédure de mesure de la courbe DSC	22
7.2 Méthode B:Courbe de refroidissement de l'alliage fondu	25
7.2.1 Condition d'essai	25
7.2.2 Procédure de mesure de la courbe de refroidissement de l'alliage fondu	25
Annexe A (normative) Rapport d'essai sur les températures de fusion des alliages fondus	27
Annexe B (informative) Exemple de résultat d'essai (Méthode A).....	28
Annexe C (informative) Exemple de résultat d'essai (Méthode B)	29
Bibliographie.....	30
Figure 1 – Détermination de la température du solidus	23
Figure 2 – Détermination de la température de fin de fusion	24
Figure 3 – Détermination de la température du liquidus	25
Figure 4 – Courbes de refroidissement de l'alliage fondu	26
Figure B.1 – Exemple de résultat d'essai (méthode A alliage Sn96,5Ag3Cu,5).....	28
Figure B.2 – Exemple de résultat d'essai (méthode A alliage Sn95,8Ag3,5Cu,7).....	28
Figure C.1 – Exemple de résultat d'essai (méthode B: Sn96,5Ag3Cu,5).....	29
Figure C.2 – Exemple de résultat d'essai (méthode B: Sn95,8Ag3,5Cu,7).....	29
Tableau 1 – Liste des métaux utilisés pour l'étalonnage.....	21
Tableau A.1 – Formulaire de rapport.....	27

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

MÉTHODES D'ESSAI POUR LES MATÉRIAUX ÉLECTRIQUES, LES CARTES IMPRIMÉES ET AUTRES STRUCTURES D'INTERCONNEXION ET ENSEMBLES –

Partie 11: Mesure de la température de fusion ou des plages de températures de fusion des alliages à braser

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 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 la CEI. La CEI 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 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 brevet. La CEI 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 CEI 61189-11 a été établie par le comité d'études 91 de la CEI: Techniques d'assemblage des composants électroniques.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
91/1086/FDIS	91/1097/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.

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

Une liste de toutes les parties de la CEI 61189 est disponible sous le titre *Méthodes d'essai pour les matériaux électriques, les cartes imprimées et autres structures d'interconnexion et ensembles* 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 stabilité 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.

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.

MÉTHODES D'ESSAI POUR LES MATÉRIAUX ÉLECTRIQUES, LES CARTES IMPRIMÉES ET AUTRES STRUCTURES D'INTERCONNEXION ET ENSEMBLES –

Partie 11: Mesure de la température de fusion ou des plages de températures de fusion des alliages à braser

1 Domaine d'application

La présente partie de la CEI 61189-11 décrit la méthode de mesure des plages de fusion des alliages à braser utilisés principalement pour les équipements électriques de câblage, les matériels électriques, les équipements de communication, et pour d'autres appareils, ainsi que pour les composants de connexion.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités en référence de manière normative, en intégralité ou en partie, dans le présent document et sont indispensables pour son application. 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).

CEI 60194,— *Conception, fabrication et assemblage des cartes imprimées – Termes et définition*¹

CEI 61189-3, *Méthodes d'essai pour les matériaux électriques, les cartes imprimées et autres structures d'interconnexion et ensembles – Partie 3: Méthodes d'essai des structures d'interconnexion (cartes imprimées)*

CEI 61190-1-3, *Matériaux de fixation pour les assemblages électroniques – Partie 1-3: Exigences relatives aux alliages à braser de catégorie électronique et brasures solides fluxées et non fluxées pour les applications de brasage électronique*

ISO 9453, *Alliages de brasage tendre – Compositions chimiques et formes*

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

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document les termes et définitions de la CEI 60194, CEI 61189-3, la CEI 61190-1-3, l'ISO 9453 et l'ISO 11357-1, ainsi que suivants s'appliquent.

3.1

plages de températures de fusion

les plages de températures de fusion sont définies par la température du solidus et la température du liquidus des alliages à braser

¹ Sixième édition à publier.

3.2

température du solidus

température du début de fusion des alliages à braser, mesurée par analyse calorimétrique différentielle (DSC) (méthode A)

3.3

température du solidus

température de la fin de solidification des alliages à braser, mesurée par la courbe de refroidissement de l'alliage fondu (méthode B)

3.4

température du liquidus

température de la fin de fusion pour différents niveaux de températures de chauffe, mesurée par analyse calorimétrique différentielle (DSC) (méthode A)

3.5

température du liquidus

température de solidification mesurée par la courbe de refroidissement de l'alliage fondu (méthode B)

3.6

courbe d'analyse calorimétrique différentielle

courbe DSC

courbe obtenue par analyse calorimétrique différentielle

4 Résumé des méthodes de mesure

La plage des températures de fusion d'un alliage à braser est mesurée comme suit:

la méthode A: analyse calorimétrique différentielle (DSC)

la méthode B: courbe de refroidissement de l'alliage fondu

Le rapport d'essai doit être réalisé conformément à l'Annexe A.

5 Matériel d'essai

5.1 Méthode A: Analyse calorimétrique différentielle (DSC)

5.1.1 Analyse calorimétrique différentielle (DSC)

Voir l'ISO11357-1.

5.1.2 Balance

La balance doit avoir une résolution de 0,1 mg ou plus.

5.1.3 Creusets

Les creusets doivent être fabriqués dans un matériau ayant une conductivité thermique élevée et ne subissant pas de corrosion au contact des échantillons. En général, l'aluminium est utilisé.

5.1.4 Gaz inerte

Il convient d'utiliser un gaz inerte (exemple N₂ ou Ar: d'une pureté supérieure à 99,9 %) afin d'éviter l'oxydation des échantillons.

5.1.5 Poudre d'alumine

Il convient d'utiliser la poudre d'alumine comme matériau de référence. Elle est stable pour la plage de températures des mesures. Voir l'ISO 11357-1.

5.2 Méthode B: Courbe de refroidissement de l'alliage fondu

5.2.1 Four électrique

Il doit pouvoir chauffer son contenu jusqu'à une température de 400 °C ou plus et fournir une isolation thermique satisfaisante.

5.2.2 Thermocouple

On doit sélectionner un thermocouple adapté à la température utilisée. Le câble de compensation choisi doit être adapté au thermocouple utilisé.

5.2.3 Instrument de mesure

L'instrument de mesure du flux de chaleur doit pouvoir fournir des intervalles de mesure d'une seconde ou moins.

5.2.4 Enregistreur

L'enregistreur doit pouvoir enregistrer une courbe de refroidissement et permettre une lecture en unités de 0,1 °C.

5.2.5 Récipient

On doit utiliser un creuset en graphite ou en céramique.

6 Etalonnage de la température

L'étalonnage de température doit être effectué en utilisant les matériaux purs répertoriés au Tableau 1, dont la pureté doit être au moins égale à 99,99 %. Les points de fusion de deux matériaux purs ou plus, proches de la température à mesurer, doivent être mesurés dans les mêmes conditions que celles appliquées à l'échantillon, et une formule de compensation avec une fonction linéaire doit être déterminée pour la correction de température à partir des mesures obtenues et des températures de fusions données au Tableau 1.

Tableau 1 – Liste des métaux utilisés pour l'étalonnage

Métal	Température de fusion °C
In (indium)	156,6
Sn (étain)	231,9
Pb (plomb)	327,4

7 Procédure relative à la méthode de mesure

7.1 Méthode A: Analyse calorimétrique différentielle (DSC)

7.1.1 Condition d'essai

7.1.1.1 Masse de l'échantillon

La masse de l'échantillon doit être comprise entre 5 mg et 50 mg.

7.1.1.2 Flux de gaz inerte

Un gaz inerte doit être utilisé. Le débit de gaz doit être compris entre 10 ml/min et 50 ml/min.

7.1.1.3 Vitesse de chauffe

La vitesse de chauffe doit être comprise entre 0,5 et 10 °C/min. Les vitesses de chauffe recommandées sont de 0,5, 1, 2, 5 et 10 °C/min.

7.1.2 Procédure de mesure de la courbe DSC

7.1.2.1 Instructions

Réaliser la courbe de mesure de l'analyse calorimétrique (DSC) différentielle comme suit:

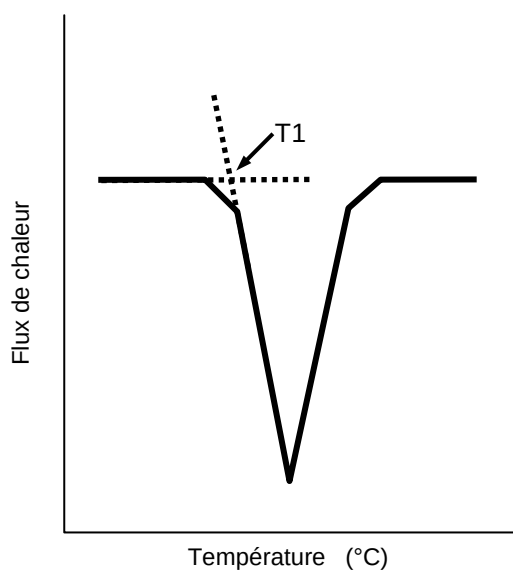
- L'échantillon est placé dans la partie centrale des creusets, et le couvercle des creusets est fixé.
- Le creuset contenant l'échantillon est placé sur le support du creuset, et le creuset contenant la poudre d'alumine est placé sur l'autre support du creuset.
- Entretenir un flux de gaz inerte (ex. N₂ ou Ar) jusqu'à la fin de la mesure.
- Obtenir la courbe de mesure de DSC avec une vitesse de chauffe de 0,5 °C/min en élevant la température à un niveau supérieur d'environ 30 °C par rapport à la valeur crête du flux de chaleur.

Répéter la procédure du a) au d) en utilisant un nouvel échantillon, sans vitesse de chauffe de 1, 2, 5 et 10 °C/min.

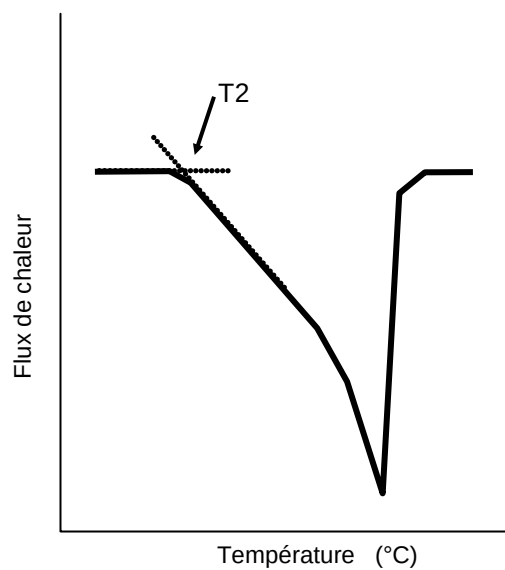
7.1.2.2 Température du solidus

On utilise les données correspondant à une vitesse de chauffe 2 °C/min. La Figure 1 présente un exemple d'une courbe DSC type. T1 ou T2 représente la température du solidus.

- Si la fusion se produit brusquement, la température de début de fusion doit être la température T1 au point d'intersection entre l'extrapolation de la ligne de base côté basse température vers le côté haute température et la tangente tirée à partir du pic endothermique côté basse température au niveau du point où la pente de la courbe est la plus importante, comme indiqué à la Figure 1 a). Dans ce cas, corriger la température en utilisant la température T1 des matériaux purs.
- Si la fusion se produit graduellement, déterminer la température T2 au niveau du point où la courbe commence à s'écarter de la ligne de base, comme indiqué à la Figure 1 b). Dans ce cas, corriger la température en utilisant la température T2 des matériaux purs. Répéter la mesure plusieurs fois, puis déterminer la moyenne de ces valeurs.



IEC 1070/13



IEC 1071/13

Figure 1a – Fusion brusque de l'alliage

Figure 1b – Fusion graduelle de l'alliage

Figure 1 – Détermination de la température du solidus

7.1.2.3 Température du liquidus

On utilise les données correspondant à une vitesse de chauffe de 0,2, 0,5, 1, 2, 5 et 10 °C/min. La Figure 2 présente un exemple d'une courbe DSC type. T3 ou T4 représente la température de fin de fusion.

- Si la fusion se produit en pic simple, la température de fin de fusion doit être la température T3 au point d'intersection entre l'extrapolation de la ligne de base côté haute température vers le côté basse température et la tangente tirée à partir du pic endothermique côté haute température au niveau du point où la pente est la plus importante, comme indiqué à la Figure 2 a.
- Si la fusion se produit en double pic ou en pics multiples, la température de fin de fusion doit être la température T4 au point d'intersection entre l'extrapolation de la ligne de base côté haute température vers le côté basse température et la tangente tirée à partir du pic endothermique côté température maximale au niveau du point où la pente est la plus importante, comme indiqué à la Figure 2 b.

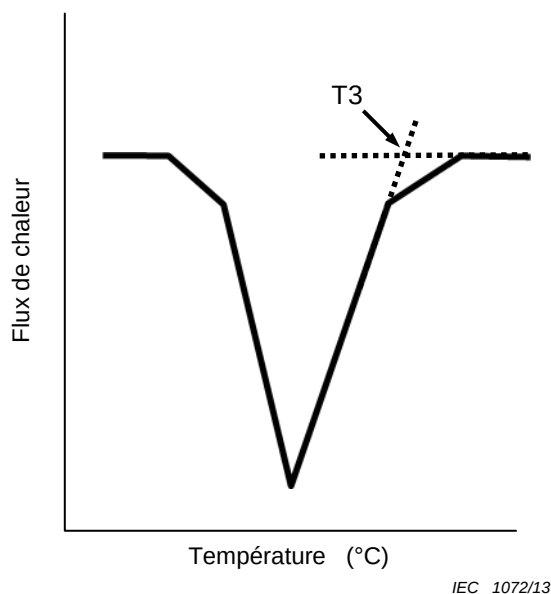


Figure 2a – Pic de fusion simple

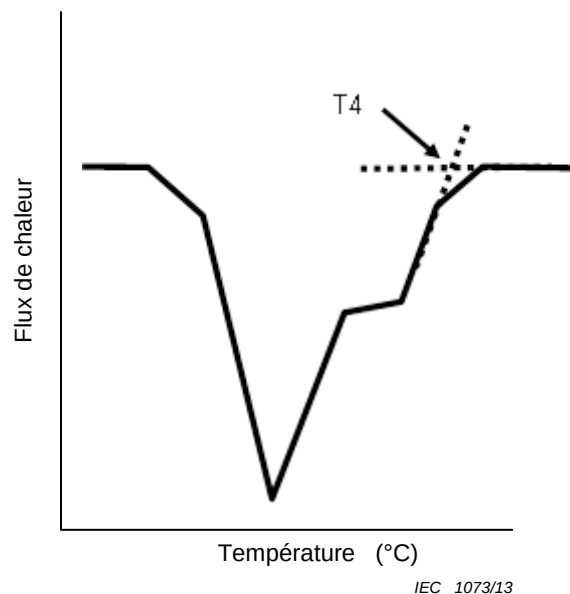
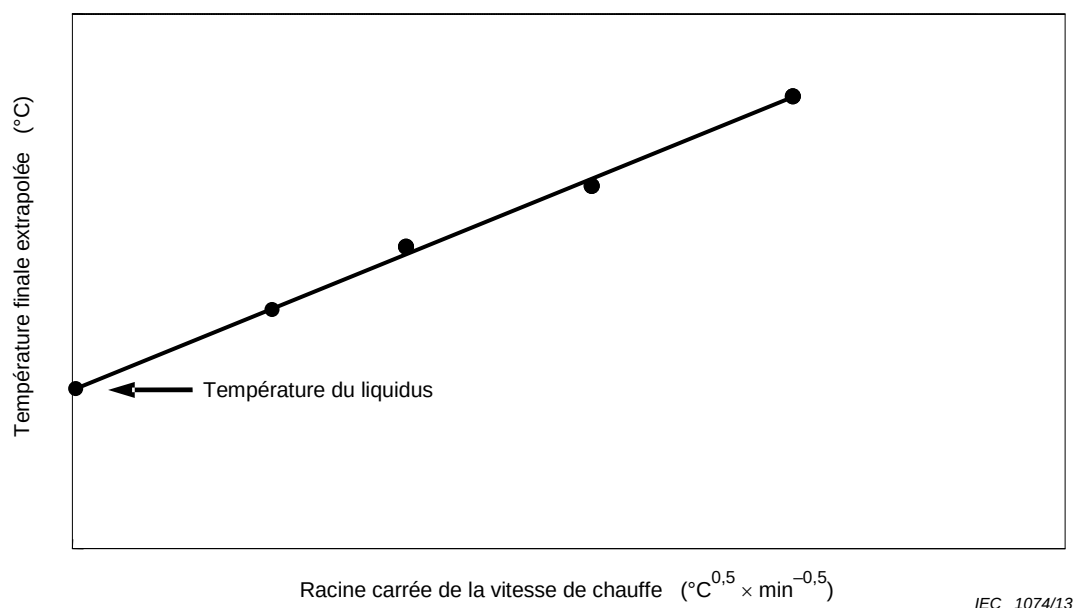


Figure 2b – Double pic ou pics multiples

Figure 2 – Détermination de la température de fin de fusion

- c) La température finale extrapolée du pic endothermique est une fonction linéaire de la racine carrée de la vitesse de chauffe. Par conséquent, on suppose/déduit que le point d'interception sur un axe de température de la fonction linéaire est la température du liquidus, telle que présentée à la Figure 3.

NOTE Des exemples de résultats d'essai sont présentés à l'Annexe B.



IEC 1074/13

Figure 3 – Détermination de la température du liquidus

7.2 Méthode B: Courbe de refroidissement de l'alliage fondu

7.2.1 Condition d'essai

7.2.1.1 Masse de l'échantillon

Le poids de l'échantillon doit être égal à 500 g ou plus.

7.2.1.2 Fusion de l'échantillon

Placer l'échantillon dans le récipient, puis le chauffer dans le four électrique jusqu'à la fusion.

7.2.1.3 Installation du thermocouple

Positionner la jonction de mesure de la température du thermocouple au centre de l'alliage fondu.

7.2.1.4 Jonction de référence

La jonction de référence doit être de type cryoscopique, à refroidissement thermoélectrique ou à compensation.

7.2.2 Procédure de mesure de la courbe de refroidissement de l'alliage fondu

7.2.2.1 Instructions

Faire fondre complètement l'échantillon dans le creuset, puis couper l'alimentation électrique du four et mesurer la température au cours du refroidissement de l'échantillon.

Des courbes de refroidissement typiques sont présentées par la Figure 4.

7.2.2.2 Température du solidus

La température de solidus doit être déterminée à partir de la section parallèle, (T6, comme représenté sur la Figure 4b). Si une surfusion se produit comme indiqué à la Figure 4c, on doit supposer que la température T7, à l'intersection de l'extrapolation de la section parallèle

vers le côté court du temps et la courbe de refroidissement, représente la température de solidus.

7.2.2.3 Température du liquidus

La température du liquidus doit être déterminée à partir du point d'inflexion (T5) de la courbe de refroidissement (courbe temps-température), comme indiqué à la Figure 4a. Si deux ou plus de deux points d'inflexion ou sections parallèles apparaissent, on doit utiliser le premier point pour déterminer la température du liquidus.

Pour certains alliages, par exemple Sn95,5Ag3Cu,5 and Sn95,8Ag3,5Cu,7, la température du liquidus peut ne pas être mesurée. L'Annexe C indique de tels exemples de courbe de refroidissement.

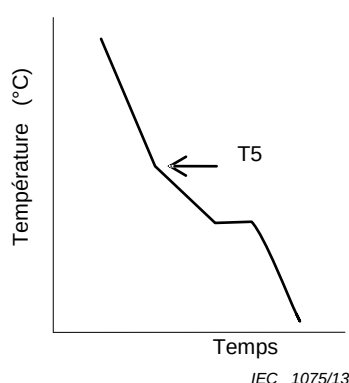


Figure 4a – Le point d'inflexion apparaît

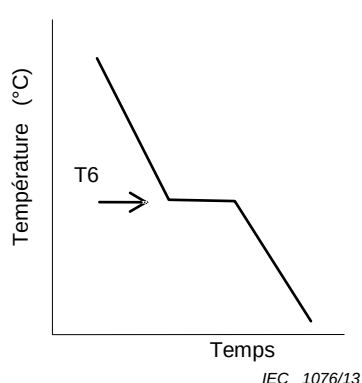


Figure 4b – La section parallèle apparaît

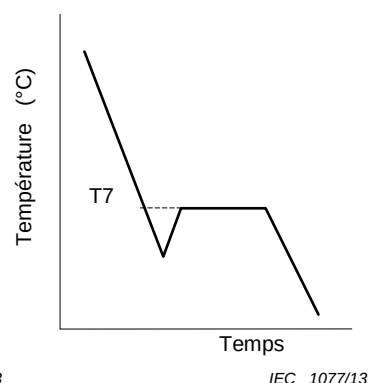


Figure 4c – La surfusion se produit

Figure 4 – Courbes de refroidissement de l'alliage fondu

Annexe A

(normative)

Rapport d'essai sur les températures de fusion des alliages fondus

Entrer les informations appropriées dans la partie supérieure du rapport, puis compléter le formulaire en entrant les résultats d'essai. Ajouter les mesures, valeurs, images, etc. en pièces jointes à ce rapport, voir le Tableau A.1.

Tableau A.1 – Formulaire de rapport

Date de la mesure	
Matériel de mesure	
Nom de l'échantillon	
Taille de l'échantillon	
Gaz inerte	
Débit de gaz inerte	
Vitesse de chauffe	
Température du solidus	
Température du liquidus	

Annexe B (informative)

Exemple de résultat d'essai (Méthode A)

La Figure B.1 et la Figure B.2 présentent des exemples de résultat d'essai relatif à la température du liquidus.

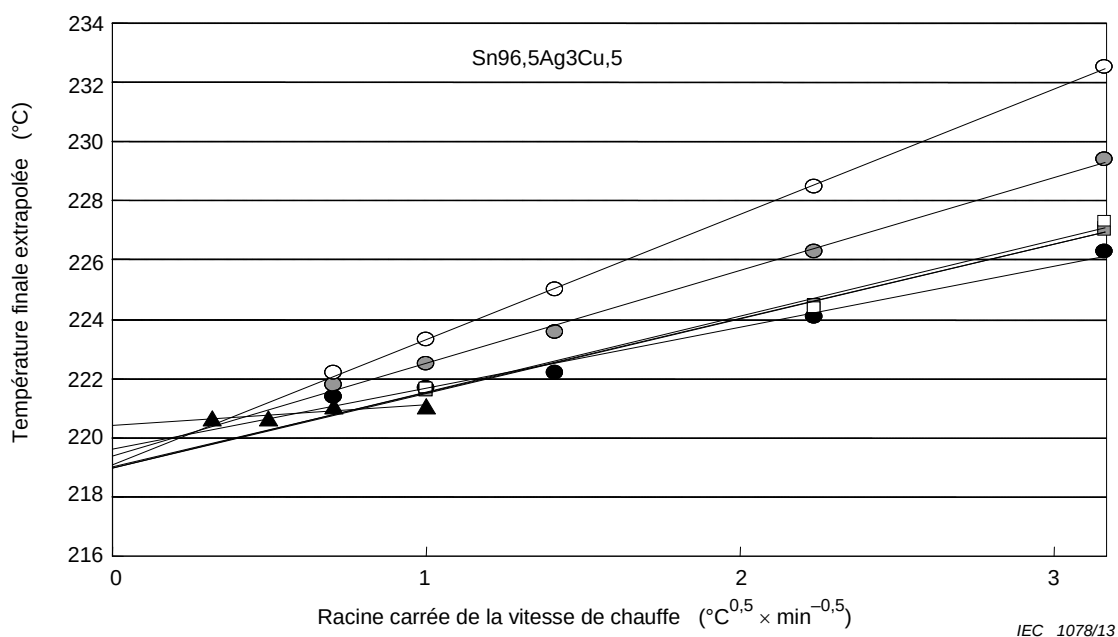


Figure B.1 – Exemple de résultat d'essai (méthode A alliage Sn96,5Ag3Cu,5)

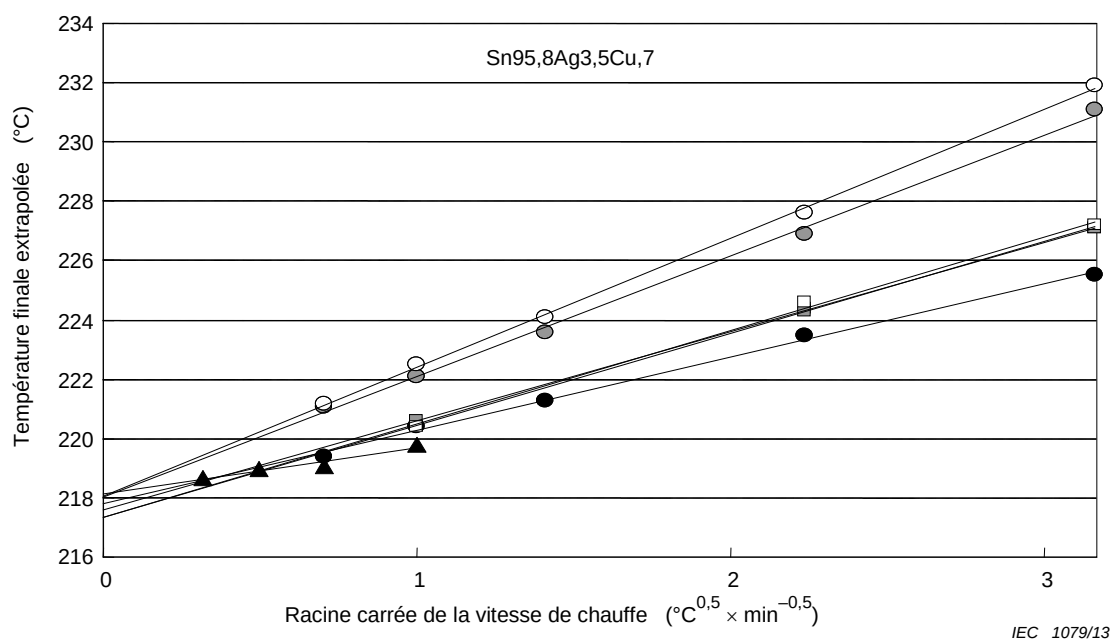


Figure B.2 – Exemple de résultat d'essai (méthode A alliage Sn95,8Ag3,5Cu,7)

Annexe C (informative)

Exemple de résultat d'essai (Méthode B)

La Figure C.1 et la Figure C.2 présentent des exemples de résultat d'essai relatif à la température du liquidus en utilisant la courbe de refroidissement où le début de la solidification n'a pu être détecté.

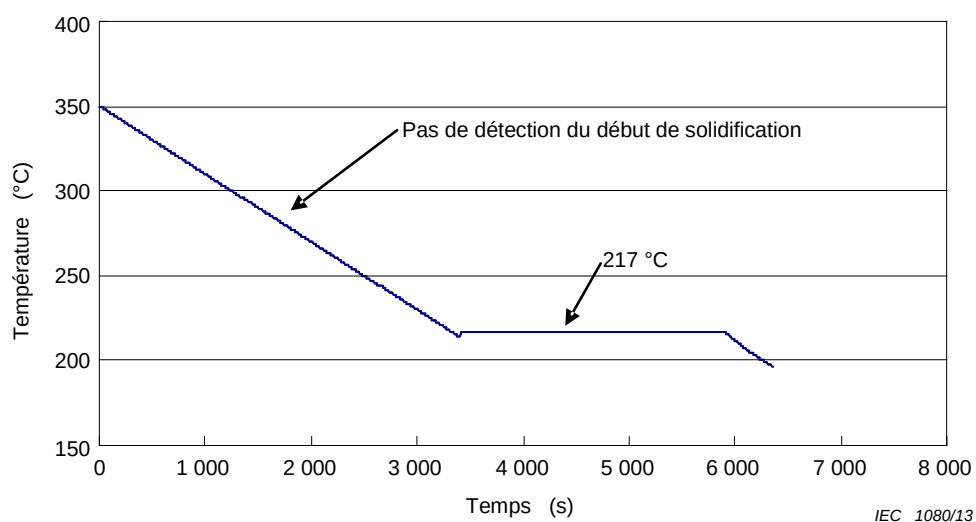


Figure C.1 – Exemple de résultat d'essai (méthode B: Sn96,5Ag3Cu,5)

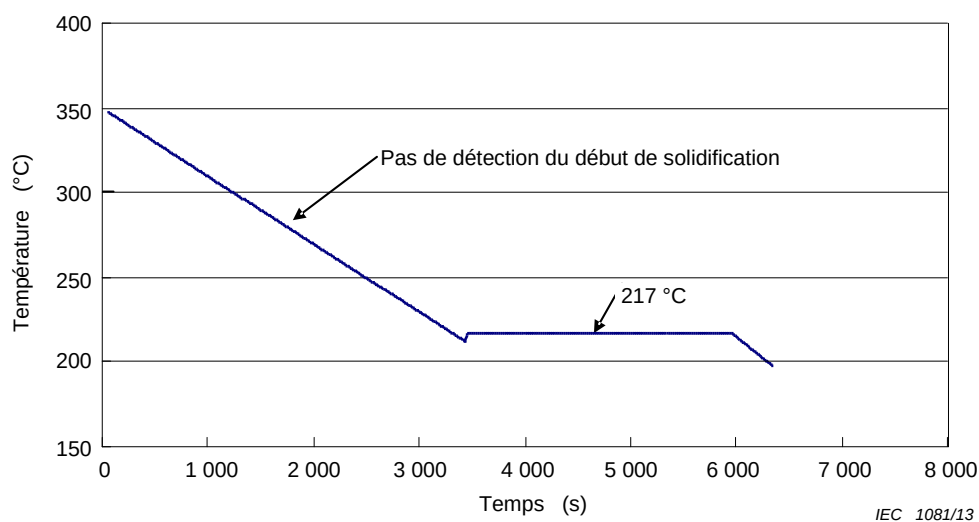


Figure C.2 – Exemple de résultat d'essai (méthode B: Sn95,8Ag3,5Cu,7)

Bibliographie

CEI 61189-1, *Méthodes d'essais pour les matériaux électriques, les structures d'interconnexion et les ensembles – Partie 1: Méthodes d'essai générales et méthodologie*

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

3, rue de Varembé
PO Box 131
CH-1211 Geneva 20
Switzerland

Tel: + 41 22 919 02 11
Fax: + 41 22 919 03 00
info@iec.ch
www.iec.ch