ความรู้พื้นฐานตู้จำลองสภาพแวดล้อม
สำหรับงานทดสอบผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม
และ
การบำรุงรักษาเชิงป้องกัน

Fundamental of Simulation Environmental Chamber for

Industries Material Testing

And

Preventive Maintenance

ประยูร แสงงาม
พิชิตพล วนภูติ
17 กรกฎาคม 2556

What does environmental testing mean ?
การทดสอบ จำลองสภาพแวดล้อมหมายถึงอะไร ?

* การทดลองเกี่ยวกับสิ่งมีชีวิต

Biology science

ส่วนใหญ่เป็นการจำลองสภาพแวดล้อมให้เหมาะสมในการทดสอบหรือเจริญเติบโต

+ Plant Growth chamber
+ Tissue Culture chamber
+ Seed Germinator
+ Incubator >>> CO2 Incubator

* การทดลอง-ทดสอบด้านวัสดุศาสตร์

Material science

ส่วนใหญ่เป็นการจำลองสภาพแวดล้อมให้ไม่เหมาะสมหรือเร่งให้เกิดความเสื่อมเร็วขึ้น

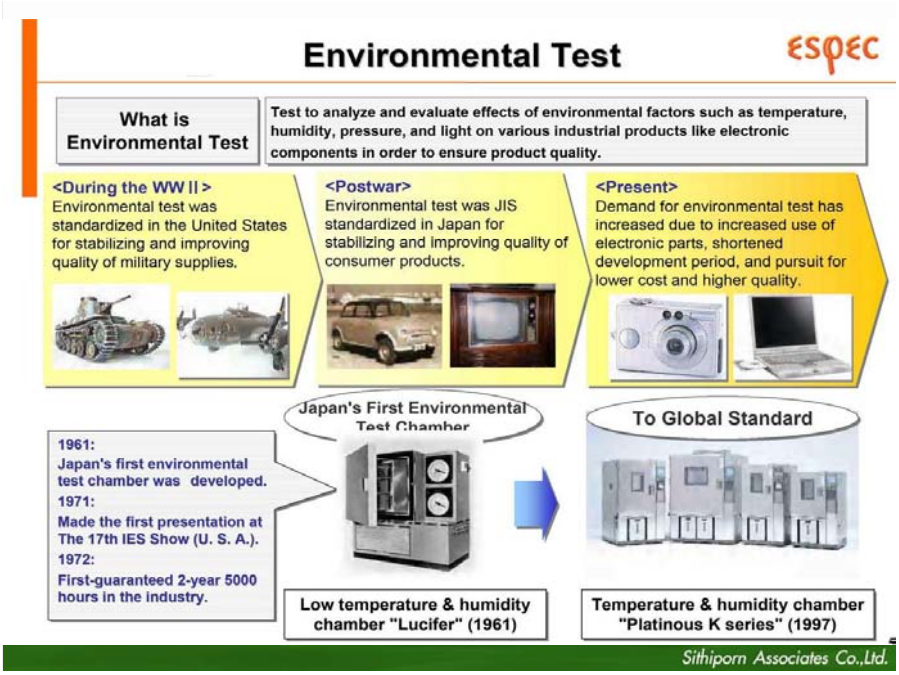
+ Stabilty testing chamber
+ Salt Spray testing chamber
+ Thermal Shock testing chamber
+ Other chamber

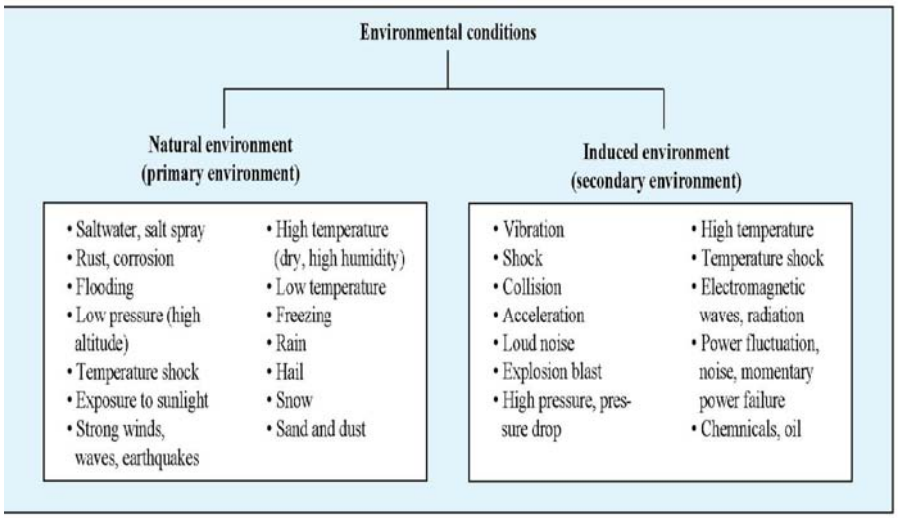
ทำไมต้องทดสอบ ?

ปัจจุบันผลิตภัณฑ์ต่างๆ เช่น เครื่องไฟฟ้าในครัวเรือน อุปกรณ์สำนักงาน และสิ่งอำนวยความสะดวกต่างๆ เช่น คอมพิวเตอร์ โทรศัพท์มือถือ กล้องถ่ายรูป MP4 ฯลฯ มีการพัฒนาให้มีขนาดเล็กลง และมี function ต่างๆ ในการทำงานมากขึ้น

ตลอดจนผลิตภัณฑ์ด้านอื่นๆเช่น ยา อาหาร เคมีภัณฑ์อื่นๆ มีโอกาสนำพาใช้ในสถานที่ต่างๆทั่วโลก ทั้งในสภาพแวดล้อมที่เหมาะสมและไม่เหมาะสม

ดังนั้นการทดสอบจำลองสภาพแวดล้อม เป็นกระบวนการหนึ่งที่มีความสำคัญ เพื่อทดสอบหาความบกพร่อง ความทนทานของสินค้า นำสู่การพัฒนา ปรับปรุงคุณภาพสินค้า ให้ได้ตามมาตรฐานผลิตภัณฑ์ตลอดจนความปลอดภัยในการใช้งาน นำสู่ความพึงพอใจให้กับผู้บริโภค





Factors of environmental conditions in Combined Environmental Testing

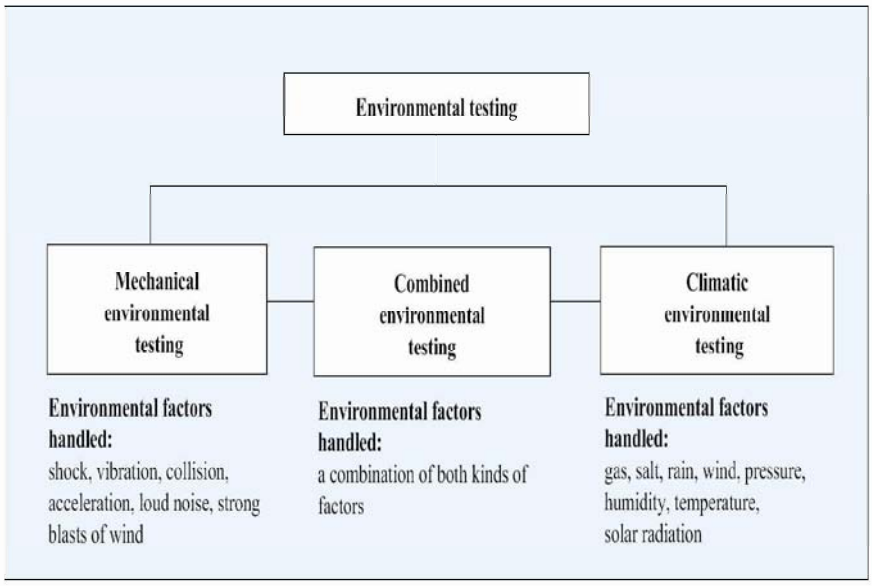


Fig 1 Types of environmental testing

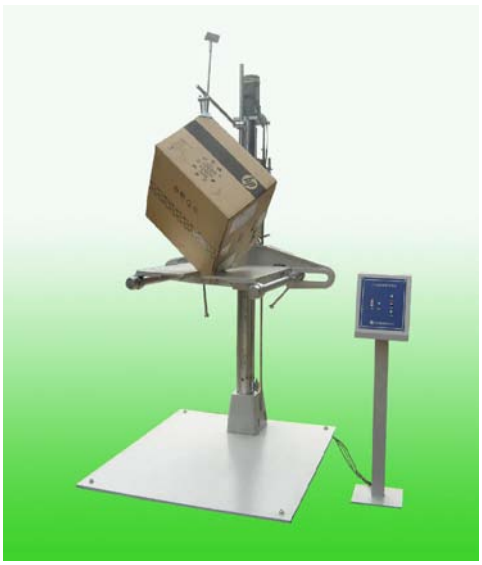
ตัวอย่างเครื่องมือทดสอบด้าน Mechanical Environmental

ตัวอย่างเครื่องจำลอง Vibration testing

10

Impact tester

DROP TESTER



ตารางที่ 1 ปัจจัยสภาพแวดล้อมทางภูมิอากาศ ที่มีผลต่อผลิตภัณฑ์

สภาพแวดล้อม	ผลกระทบต่อผลิตภัณฑ์
1. ลม: แรงปะทะของลม, ลมหมุน , พายุ	ทำให้เกิดความเสื่อมสภาพ ทำลายโครงสร้างต่างๆ เช่น ชิ้นส่วนภายนอกของอากาศยานซึ่งมีผิวสัมผัสปะทะกับลมและอากาศที่มีความเร็วลมแตกต่างกันในแต่ละด้านของผิวสัมผัส ทำให้ความร้อนที่เกิดจากการเสียดสีของอากาศแตกต่างกัน มีผลให้เกิดการบิดงอของชิ้นส่วน เนื่องจากการขยายตัวของวัสดุแต่ละด้านไม่เท่ากัน

12

(ตารางที่ 1, ต่อ)

สภาพแวดล้อม	ผลกระทบต่อผลิตภัณฑ์
2. ความชื้น	ความชื้นสามารถแทรกซึมเข้าไปในช่องว่างของสารและวัสดุต่าง ๆ อันเป็นสาเหตุให้เกิด oxidation ของสารประกอบต่าง ๆ ซึ่งเป็นส่วนประกอบของชิ้นงานหรือวัสดุ เช่น วัสดุที่เป็นยางหรือปะเก็นในเครื่อง เกิดการบวม เสื่อมสภาพได้ หรือในกรณีความชื้นต่ำมาก ๆ อาจทำให้วัสดุเกิดเปราะแตกได้ง่าย

13

ตารางที่ 1 ปัจจัยสภาพแวดล้อมทางภูมิอากาศ ที่มีผลต่อผลิตภัณฑ์

สภาพแวดล้อม	ผลกระทบต่อผลิตภัณฑ์
2. **น้ำในบรรยากาศ** : a. Copper migration	สร้างความเสื่อมสภาพและทำลายโครงสร้าง โดยที่ชิ้นส่วนต่างๆ ในขณะที่ใช้งานหากมีความร้อนสะสมอยู่ เมื่อมีน้ำหรือฝนตกถูกชิ้นส่วนเหล่านี้ ทำให้มีการลดความร้อนอย่างรวดเร็ว ซึ่งจะเป็นตัวส่งเสริมให้เกิดการกัดกร่อนของโครงสร้างเหล่านี้ ตลอดจนก่อให้เกิดความบกพร่องทางไฟฟ้า และทำลายพื้นผิวชิ้นงานได้

14

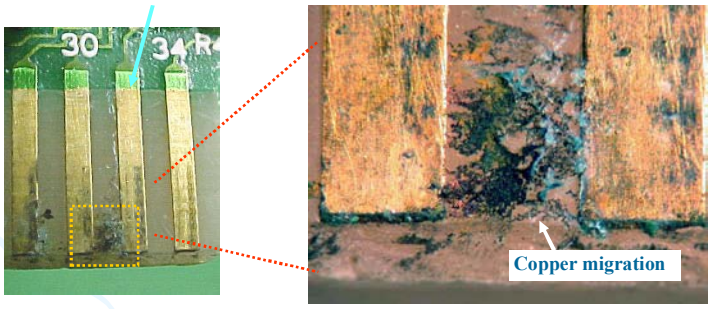
ตัวอย่างเครื่องมือทดสอบด้าน Climatic Environmental

TEMPERATURE (& HUMIDITY) CHAMBER PLATINOUS J SERIES

15

Field failure : Electrochemical migration on Printed-Circuit Board

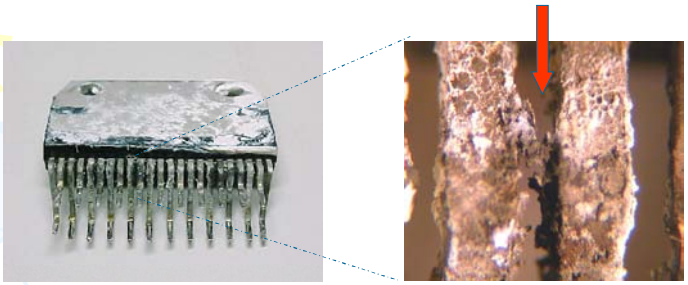
Gold plated terminal (Copper substrate)



Terminal of PCB

1mm

Field failure : Electrochemical migration (Semiconductor package)



Rain water went into electronics equipments, and migration was occurred at lead.

Rain & Spray Test Chambers

ตัวอย่างเครื่อง Rain Tester chamber

ESPEC has looked at the JIS specification D 0203 as a reference point, and we have also considered individual auto maker's tests. The specification from SAE is modeled after the JIS and doesn't differ greatly. Details about the nozzle types and the rotating nature of the spray arms and product table are also included in the specifications. Drip and car wash tests are also specified.

Heavy splash/shower

- S1 Spray room temperature water with 40 nozzles at 14.2 psi (1 kgf/cm2) for 30 minutes. The flow rate of the water shall be 6.5 gallons/min. (24.5 L/m).
- S2 Spray room temperature water with 40 nozzles at 42.7 psi (3 kgf/cm2) for 60 minutes. The flow rate of the water shall be 10.3 gallons/min. (39.2 L/m).

(ตารางที่ 1, ต่อ)

สภาพแวดล้อม	ผลกระทบต่อผลิตภัณฑ์
3. ทรายและฝุ่น	ฝุ่นและทรายทำให้เกิดการขัดสีของพื้นผิว ทำให้เพิ่มแรงต้านของพื้นผิวชิ้นงาน การปนเปื้อนในน้ำมันหล่อลื่น การอุดตันของท่อ และก่อให้เกิดความผิดของกลไก การแตกหักของวัสดุต่าง ๆ ได้
4. ไอเกลือ หรือไอน้ำทะเล	เนื่องจากสารละลายเกลือต่างๆ สามารถนำไฟฟ้า ทำให้ความเป็นฉนวนลดลง และยังเป็นตัวส่งเสริมให้เกิดการกัดกร่อนของ electrolytic และทางเคมีแก่โลหะได้

19

Settling Dust Test Chambers

ตู้ทดสอบจำลองภายใต้สภาพฝุ่น

ESPEC dust chambers provide a ready-made solution to common settling dust test requirements for automotive components and electronics cabinets. Our improved W-shaped bottom provides better collection and dispersion of "Arizona fine dust" and talcum powders.

The chamber has a unique "clamshell" lid for easier front loading compared with competitive top-loading designs. Optional reach-in glove ports allow rotating the test sample without opening the door.

Features

- Stainless steel interior and exterior
- W-shaped bottom for improved dust collection & dispersion
- Easy-access clamshell door with viewing window and optional glove ports
- Mesh product shelf
- Two inch cable port
- Timers for agitation and settling periods

Applicable Test Standards

- SAE J575 Section 3.3
- DIN 40050, Part 9, IP Codes 5K and 6K
- IEC EN 60529 (IEC 529), IP Codes 5 and 6 (with optional under-pressure mode)

Model	Interior Volume	Interior Dimensions
EDC-27	27 cu. ft. (750 L)	36" x 36" x 30" (90 x 90 x 75 cm)
EDC-54	54 cu. ft. (1,500 L)	72" x 36" x 30" (180 x 90 x 75 cm)

Unique 'clamshell' door for easy access

Salt Spray Testing chamber

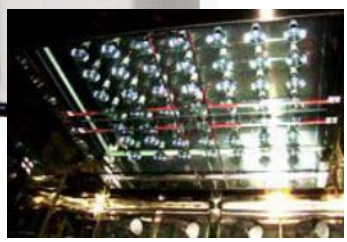
21

(ตารางที่ 1, ต่อ)

สภาพแวดล้อม	ผลกระทบต่อผลิตภัณฑ์
6. แสงแดด	ทำให้สีซีดจาง ในกรณีวัสดุที่เป็นยางหากถูกแสงแดดมาก ๆ ก่อให้เกิดความร้อน ส่งผลให้ยางสูญเสียความยืดหยุ่น

WALK-IN TYPE
TEMPERATURE (& HUMIDITY) CHAMBER E SERIES

Infrared Lamp



(ตารางที่ 1, ต่อ)

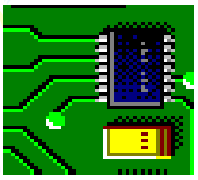
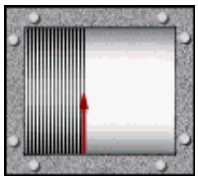
สภาพแวดล้อม	ผลกระทบต่อผลิตภัณฑ์
7. อุณหภูมิสูง	มีผลให้การเปลี่ยนแปลงหลายอย่าง เช่น ความต้านทาน, ความนำและความจุไฟฟ้า ปัจจัยที่เกี่ยวกับกำลัง, ความเป็นฉนวนไฟฟ้าถูกทำลาย ชิ้นส่วนที่มีการเคลื่อนที่อาจมีการขัดสีทำให้เกิดความร้อนส่งผลให้วัสดุมีการขยายตัวหรือบวมได้ นอกจากนี้ความร้อนที่เกิดขึ้นยังส่งเสริมให้เกิด oxidation และปฏิกริยาทางเคมี หรืออาจทำให้ความหนืดของน้ำมันหล่อลื่นลดลงมีผลให้เครื่องจักรเกิดสึกหรอเร็วขึ้น เนื่องจากความหล่อลื่นลดลง

(ตารางที่ 1, ต่อ)

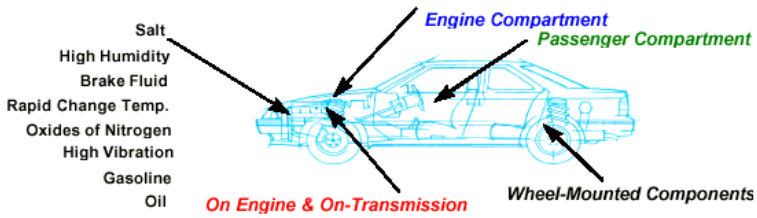
สภาพแวดล้อม	ผลกระทบต่อผลิตภัณฑ์
8.อุณหภูมิต่ำ	วัสดุที่เป็นเรซินหรือยาง จะเปราะและมีความยืดหยุ่นต่ำ ทำให้เกิดน้ำแข็ง และทำให้ความหนืดของน้ำมันหล่อลื่นเพิ่มขึ้น มีผลให้เครื่องจักรทำงานหนักขึ้น ทำให้สูญเสียความร้อน, ทำให้พื้นผิวแตกร้าว

25

(ตารางที่ 1, ต่อ)

สภาพแวดล้อม	**ผลกระทบต่อผลิตภัณฑ์**
9. การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลัน 	การแตกหักของวัสดุ และกลไกเกิดความบกพร่อง ทำให้ความสามารถทางไฟฟ้ามีการเปลี่ยนแปลงอย่างถาวร  23

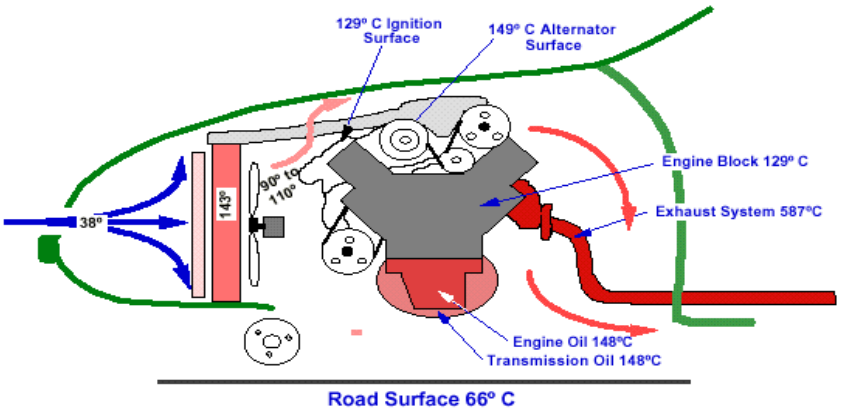
26



Component Location	Operating Temperature (Baseplate)
Passenger Compartment	-40 °C to 85 °C
Engine Compartment	-40 °C to 125 °C
On-Engine and On-Transmission	-40 °C to 140 °C
Wheel-Mounted Components	-40 °C to 250 °C

NEMI Technology Roadmaps 2002

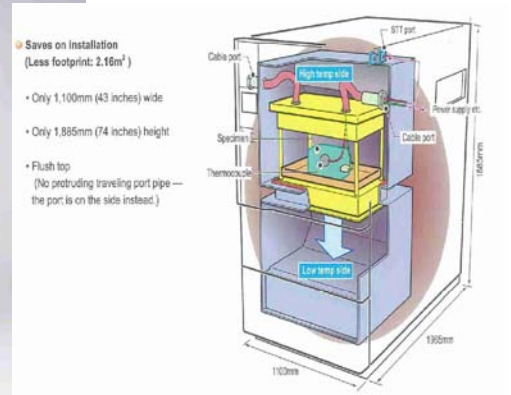
Current Air Flow Dynamics



Temperature condition requirement for automotive

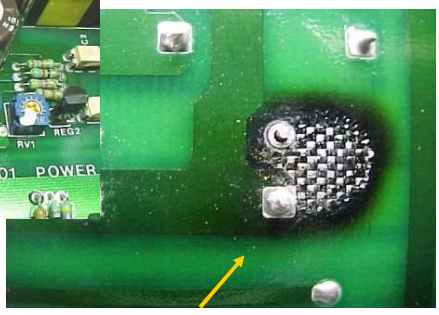
Sithiporn Associates Co.,Ltd.

ตู้จำลองการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิแบบฉับพลัน



Failure Example of Printed-Circuit Boards

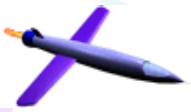
Components Side



Burnout

Solder Side

(ตารางที่ 1, ต่อ)

สภาพแวดล้อม	ผลกระทบต่อผลิตภัณฑ์
10. ความดันสูง -ต่ำ 	เป็นสาเหตุให้เกิดการแตกหัก การขยายตัว และทำลายโครงสร้างของอาคาร ภาชนะบรรจุภัณฑ์ และถังเก็บ ทำให้วัสดุปิดผนึกรั่ว ทำให้เกิดฟองอากาศภายในวัสดุ ทำให้การบิดงอ ชิ้นส่วนของอากาศยาน, จรวด Missiles หรือเครื่องบิน ทำให้เกิดความผิดพลาดของเครื่องมือวัดทางการบินต่างๆ ได้ เช่น เครื่องวัดความระดับสูง ตลอดจนความเปลี่ยนแปลงลักษณะทางไฟฟ้าต่าง ๆ

Altitude Chambers

Temperature testing at altitudes up to 100,000 feet.

ตู้ทดสอบจำลองสภาวะ ที่ระดับความสูงต่างๆ

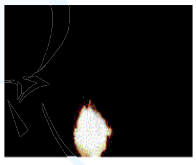
ESPEC can provide custom-built chambers for simultaneous testing of temperature and low-pressure altitude conditions. Two common applications are:

- Testing of avionics or other aerospace equipment to simulate actual conditions it might experience.
- Simulation of high altitude conditions like might be found in mountainous regions.

- Temperature range from -70 to 170°C
- Altitude range from ground to 100,000 feet
- Optional humidity control when altitude system is off
- Chamber interior size specified by customer
- Automatic altitude control, integrated with temperature controller —No manual setting of altitude level!
- Vacuum pump sized for climb/dive rate required by application
- Viewing window and cable ports available

Sithiporn Associates Co.,Ltd.

(ตารางที่ 1, ต่อ)

สภาพแวดล้อม	ผลกระทบต่อผลิตภัณฑ์
11. แก๊สต่าง ๆ 	ส่งเสริมให้เกิดการกัดกร่อนของวัสดุโลหะ ความเป็นฉนวนไฟฟ้าลดลง ทำให้คุณลักษณะของ thermoelectric transfer มีการเปลี่ยนแปลง และก่อให้เกิด oxidation

http://www.sithiphorn.com

Great Expectations for the Combined Environmental Reliability Test (CERT)

For high assembly level or finished products

Hiromichi Fukumoto*

A large number of failures in the field are caused by conditions resulting from how the surrounding environment interacts with the internal characteristics of a product, creating the immense challenge of discovering this interaction as quickly and cheaply as possible. One means of doing so is the Combined Environmental Reliability Test (hereafter, CERT), based on combining accelerated factors. When using this test, both the environmental conditions for product use and product characteristics are considered in advance, and used to hypothesize the types of failure likely to occur. After first contemplating conditions unlikely to produce failure, a CERT profile is drawn up according to a reproducible mechanism for the test failure modes. In this report, I would like to present a brief explanation and introduction that can also serve as a guideline for inaugurating CERT. We shall take a close look at the correlation between failure modes and environmental stress factors and I shall discuss accelerated results, including new failure modes occurring under conditions of both combined and independent stress failure modes being used. We shall also consider application of stress failure modes to reliability testing under combined conditions that are as close as possible to the actual environment.

Sithiporn Associates Co.,Ltd.

http://www.sithiphorn.com

Temperature, humidity, vibration, and exposure to sunlight: CERT profile and environmental effects (exposure to sunlight test)

Evaluating the characteristics and endurance of equipment suffering surface heating under exposure to sunlight in addition to temperature, humidity, and vibration

<Accelerated evaluation of development> ← **Environmental effects of exposure to sunlight** → <Accelerated evaluation of quality>

Effects of extreme heat stress on part surface	Effects of radiant heating on interior and periphery
Strength is evaluated in regard to distortion and breaking due to heat stress from surface exposure to sunlight. (1) Distortion, breaking, softening, and degradation of elasticity in such items as glass, resin, adhesives, case housings, and surface-mounted parts (2) Sticking, looseness, or overheating of rotating or sliding parts	Evaluating changes in the characteristics due to radiant heating from surfaces exposed to sunlight (1) Electrical characteristics, malfunctioning, softening, and degradation of elasticity of sealants, adhesives, substrate board, peripheral parts, and anti-moisture coating (2) Overheating and changes in characteristics of parts generating heat and emitting light

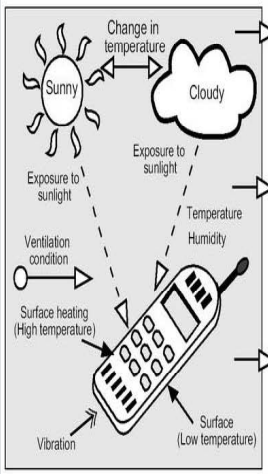
Accelerated failure modes caused by temperature, humidity, and vibration

Sithiporn Associates Co.,Ltd.

http://www.sithiphorn.com

Example of exposure to sunlight and example of equipment subject to testing

<Example of conditions on cellular phones>

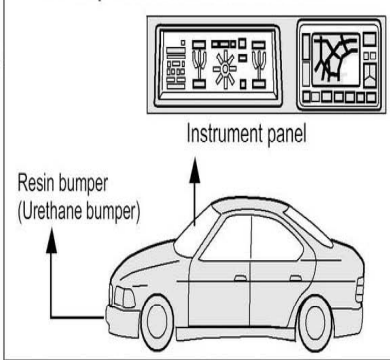


Left outdoors (sea, mountains, four seasons), or inside a sunroom or automobile

Conditions causing other stress (gas, dust, salt, dew condensation)

Sunlight energy (Max. 1000 W/m^2)

<Example of automobile conditions>



<Compact mobile equipment that can be used outdoors>

- Communications equipment
- Instrumentation equipment
- Military mobile equipment
- AV equipment
- Medical equipment
- Cameras, personal computers, and others

Sithiporn Associates Co.,Ltd.

http://www.sithiphorn.com

2-1 CERT effectiveness

The intensity of Environmental Stress Testing (hereafter, EST) and Environmental Stress Screening (hereafter, ESS) depends on such factors as the range of stress, the ratio of change, and the number of factors and cycles. Even in independent stress testing, increasing the complexity can accelerate the test 3 to 5 times. In CERT testing, 2 or more environmental factors are combined with the aim of accelerating each factor 3 to 5 times, producing an overall acceleration of tens or hundreds of times. Combining stress factors not only accelerates the failure mode for each stress factor, it also raises the possibility of introducing completely new failure modes.

Sithiporn Associates Co.,Ltd.

http://www.sithiphorn.com

Because of this, we have great expectations that CERT will be able to achieve important results by predicting failure modes and testing according to failure mechanisms.

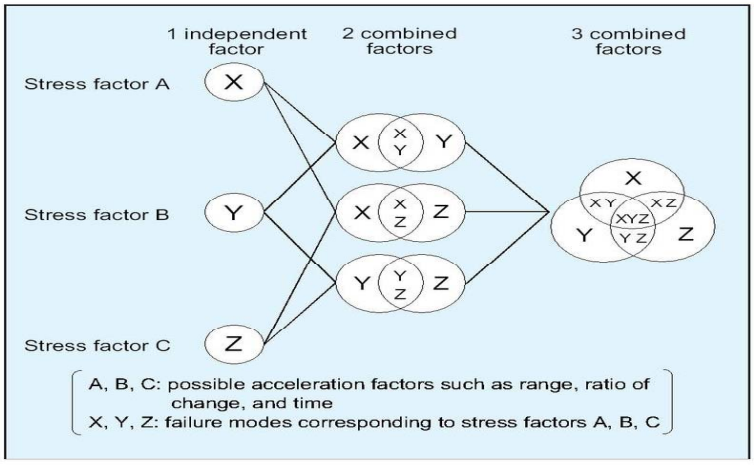


Fig. 1 Types of combined stress results

Sithiporn Associates Co.,Ltd.

http://www.sithiphorn.com

(2) CERT program example

- (1) × (3), (1) × (8) — 10 cycle
- (1) × (3) × (8) — (8) Random (Refer to Fig. 2) (8) Sine (at 5 to 200 Hz, 0.5G, 5 min. sweep)
- (1) × (3) × (10), (1) × (10) — Fixed at product resonance frequency, 1.0G
- (7) × (1) — At constant 95 $^{+5}_{-0}$ % RH, temperature cycle 30C°↔60°C
- (7) × (8), (9), (10) — According to purpose of the test

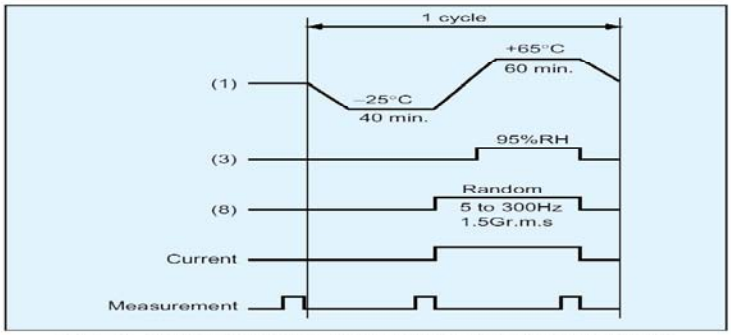


Fig. 2 Temperature-humidity-vibration CERT

Sithiporn Associates Co.,Ltd.

http://www.sithiphorn.com

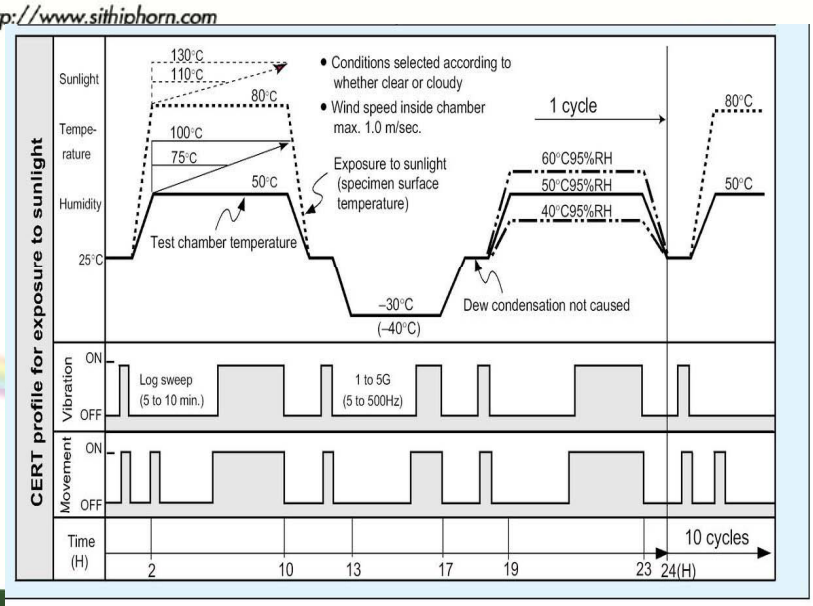


Fig. 6 Example of test conditions and effects (concrete examples of temperature, humidity, vibration, and exposure to sunlight)

Sithiporn Associates Co.,Ltd.

http://www.sithiphorn.com

Fig. 4 gives the TABAI ESPEC "Combined Environment Reliability Test Equipment: CERT Series" as a reference example of equipment.

Specifications

- Temperature: Air temperature, –70 to +150°C, 5°C/min.
  Wall surface temperature, –60 to +180°C (radiant heating and cooling walls)
- Humidity: 20% RH to 98% RH
- Altitude: Atmospheric pressure to 0.14kPa (1 mm Hg)
- Vibration: 5 Hz to 2000 Hz, random or sine
- Options: Dry air, moisture inj., ECA (External Cooling Air)
- Test area inside dimensions/capacity:
  CERT-22 W1500 × H1000 × D1500 mm/2.25 m^3
  CERT-33 W1500 × H1500 × D1500 mm/3.375 m^3

Fig. 4 TABAI ESPEC's Combined Environment Reliability Test Equipment: CERT Series

Sithiporn Associates Co.,Ltd.

ตัวอย่างเครื่องมือทดสอบ Combine Environmental Testing

http://www.sithiphorn.com

The environment that products encounter

At this point we will quote MIL-STD-810E, which introduces actual examples of environmental conditions encountered by products manufactured at the factory.

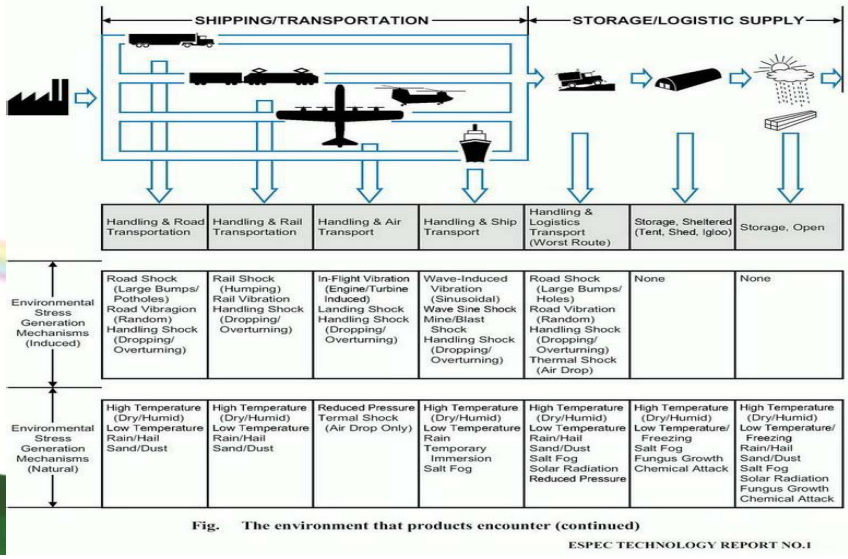


Fig. The environment that products encounter (continued)

ESPEC TECHNOLOGY REPORT NO.1

http://www.sithiphorn.com

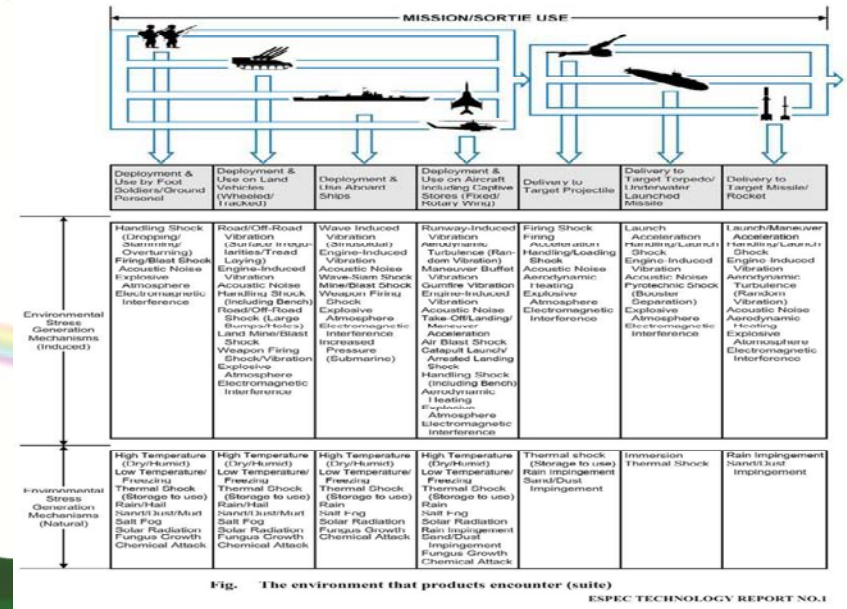


Fig. The environment that products encounter (suite)

ESPEC TECHNOLOGY REPORT NO.1

Sithiporn Associates Co.,Ltd.

2.5 Standards for environmental testing

The IEC standards and MIL standards have been established as representative standards for environmental testing.

The International Electrotechnical Commission established the IEC standards for international standardization of the electrical and electronic fields. Publication 68 of the IEC standards consolidates "Basic environmental testing procedures". European countries form the core of the member nations of IEC, while the MIL (military) standards were originally established to standardize procurement of US military weapons and equipment.

Sithiporn Associates Co.,Ltd.

ตัวอย่าง มาตรฐานการทดสอบ IEC

Table 2 IEC Pub. 68 items on climatic environmental testing

Standard number	Test number and item
68-1 (1988)	Part 1: General and guidance Enumerates a series of environmental tests and appropriate severities, and prescribes various atmospheric conditions for measurements for the ability of specimens to perform under normal conditions of transportation, storage and operational use. Amendment No.1 (1992)
68-2-1 (1990)	Part 2: Tests — Tests A: Cold Concerns cold tests on both non-heat-dissipating and heat-dissipating specimens.
68-2-2 (1974)	Tests B: Dry heat Contains Test Ba: Dry heat for non-heat-dissipating specimen with sudden change of temperature; Test Bb: Dry heat for non-heat dissipating specimen with gradual change of temperature; Test Bc: Dry heat for heat-dissipating specimen with sudden change of temperature; Test Bd: Dry heat for heat-dissipating specimen with gradual change of temperature.
68-2-3 (1969)	Test Ca: Damp heat, steady state Describes a continuous test at a steady temperature of 40°C and a relative humidity of 90-95%.
68-2-5 (1975)	Test Sa: Simulated solar radiation at ground level
68-2-9 (1975)	Guidance for solar radiation testing
68-2-10 (1988)	Part 2: Test — Test J and guidance: Mould growth
68-2-11 (1981)	Test Ka: Salt mist
	Test L: Sand and dust
68-2-13 (1983)	Test M: Low air pressure
68-2-14 (1984)	Test N: Change of temperature
68-2-28 (1990)	Part 2: Tests — Guidance for damp heat tests
68-2-30 (1980)	Test Db and guidance: damp heat, cyclic (12+12-hour cycle) Determines the suitability of components, equipment and other articles for use and/or storage under conditions of high humidity when combined with cyclic temperature changes.
68-2-33 (1971)	Guidance on change of temperature tests
68-2-38 (1974)	Test Z/AD: Composite temperature/humidity cyclic test
68-2-39 (1976)	Test Z/AMD: Combined sequential cold, low air pressure, and damp heat test
68-2-40 (1976)	Test Z/AM: Combined cold/low air pressure tests
68-2-41 (1976)	Test Z/BM: Combined dry heat/low air pressure tests
68-2-42 (1982)	Test Kc: Sulphur dioxide test for contacts and connections
68-2-43 (1976)	Test Kd: Hydrogen sulphide test for contacts and connections
68-3-1 (1974)	Part3: Background information Section One — Cold and dry heat tests
68-3-1A (1978)	First supplement
68-3-2 (1976)	Section Two — Combined temperature/low air pressure tests

MIL-STD-202 establishes testing standards for "electronic and electrical component parts". MIL-STD-750 sets testing standards for "semiconductor devices". MIL-STD-810 presents testing standards for "environmental test methods and engineering guidelines" ("procedure"), and MIL-STD-883 gives testing standards for "microelectronics". Today these standards do not merely apply to procurement of military equipment, but are widely used both in the US and throughout the world as basic standards for dealing with equipment. At this point, we would like to present the organization of the IEC and MIL testing standards that are so widely employed throughout the world.

ตัวอย่างมาตรฐานทดสอบ MIL-Standard

MIL-STD-202F	
Method No.	**Title**
	Environmental tests (100 class)
101D	Salt spray (corrosion)
102A	Temperature cycling ...Cancel effective 31 Dec. 1973
103B	Humidity (steady state)
104A	Immersion
105C	Barometric pressure (reduced)
106F	Moisture resistance
107G	Thermal shock
108A	Life (at elevated ambient temperature)
109B	Explosion
110A	Sand and dust
111A	Flammability (external flame)
112E	Seal

(Physical characteristics testing omitted)

ตัวอย่างมาตรฐานทดสอบ MIL-Standard

MIL-STD-810E	
Method No.	**Title**
500.3	Low pressure (altitude)
501.3	High temperature
502.3	Low temperature
503.3	Temperature shock
505.3	Solar radiation (sunshine)
506.3	Rain
507.3	Humidity
508.4	Fungus
509.3	Salt fog
510.3	Sand and dust
511.3	Explosive atmosphere
512.3	Leakage (immersion)
513.4	Acceleration
514.4	Vibration
515.4	Acoustic noise
516.4	Shock
519.4	Gunfire
520.1	Temperature, humidity, vibration, altitude
521.1	Icing/freezing rain
523.1	Vibro-acoustic, temperature

50

During world war II

United States Military Report

High failure of some military equipment

When sent electronic equipment for aircraft from USA to S/E Asia .

- **>60 % was unusable on arrival.**
- **>After delivery 50% of spare electronic equipment stored in warehouse already failed after they were stored.**

51

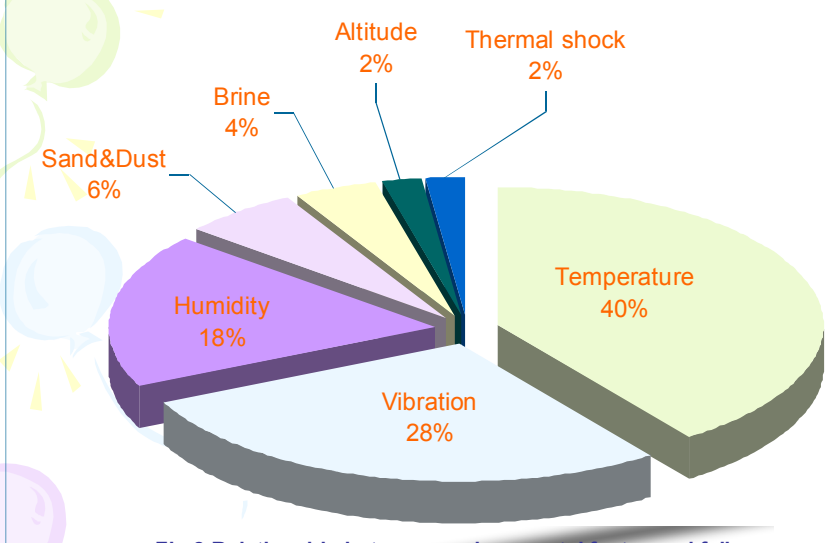


Fig.2 Relationship between environmental factor and failure (by Hughes Aircraft Co.Ltd , USA)

52

Effect of temperature&humudity.

Products such as eletronics products or other products.

Failure cause from **Physical distortion** & **Chemical reaction**.

Ex. Heat & Cold

Difference in amount of thermal expansion between material used

to construct the product. >>Cracks occurred.>>Then product failure

Moisture penetrate through these cracks.

If product case did not crack.>>> Moisture penetrate through surface of material

*Then chemical reaction occurred,>>> Product failure***

53

แนวทางการทดสอบความคงสภาพของยา และผลิตภัณฑ์ยา

ผลิตภัณฑ์ยาที่มีคุณภาพ หมายถึงผลิตภัณฑ์ยาที่ได้มาตรฐานด้านคุณภาพ ความปลอดภัย และมีประสิทธิภาพในการบำบัดรักษา ตั้งแต่แรกผลิตจนถึงมือผู้ใช้ แต่การที่ผลิตภัณฑ์ยาต่างๆ ถูกเก็บรักษาในสภาวะที่ไม่เหมาะสมและผ่านระบบการกระจายผลิตภัณฑ์ยา (Distribution chain) ในสภาวะภูมิอากาศต่างๆ สามารถส่งผลให้เกิดการเสื่อมสลายทั้งทางฟิสิกส์และทางเคมี ทำให้ประสิทธิภาพการรักษาลดลง และอาจเกิดสารเสื่อมสลายที่เป็นพิษต่อร่างกาย ปัญหาความคงสภาพของผลิตภัณฑ์ยาจึงมีความสำคัญ และถูกกำหนดให้เป็นหน้าที่โดยตรงของผู้ผลิตยาในการดำเนินการศึกษาความคงสภาพตามหลักเกณฑ์และวิธีการที่ดีในการผลิตยาแผนปัจจุบัน ซึ่งกระทรวงสาธารณสุขโดยสำนักงานคณะกรรมการอาหารและยาได้ออกกฎกระทรวงกำหนดหลักเกณฑ์วิธีการและเงื่อนไขการผลิตยาแผนปัจจุบัน พ.ศ. 2546

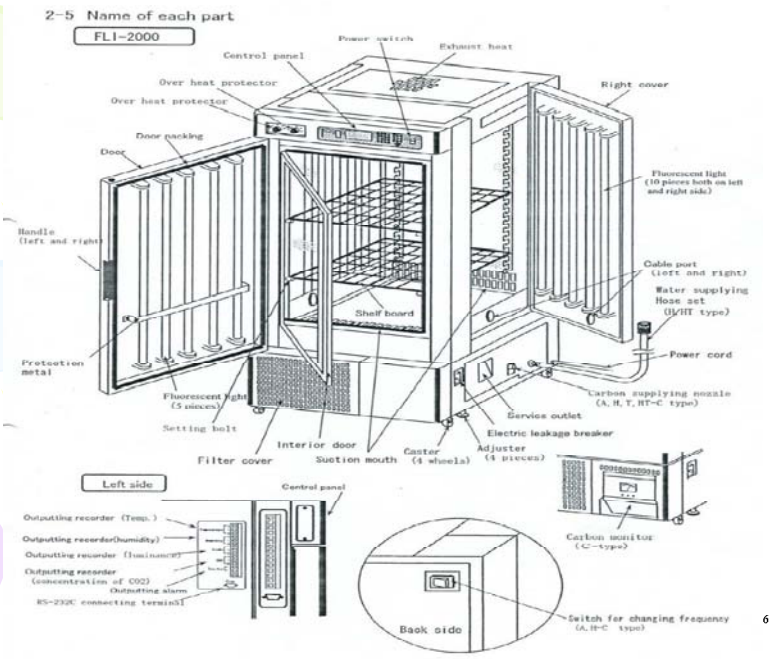
Sithiporn Associates Co.,Ltd.

ICH GUIDELINES STABILITY TESTING OF NEW DRUG SUBSTANCES AND DRUG PRODUCTS

Type	Study	Storage Condition		Min.Time
		Temperature	Humidity	
General Case	Long Term	25℃ ±2℃ or 30℃ ±2℃	60%RH±5%RH 65%RH±5%RH	12 months
	Intermediate	30℃ ±2℃	65%RH±5%RH	6 months
	Accelerated	40℃ ±2℃	75%RH±5%RH	6 months
Intended for Storage in a Refrigerator	Long Term	5℃ ±3℃	—	12 months
	Accelerated	25℃ ±2℃	60%RH±5%RH	6 months
Intended for Storage in a Freezer	Long Term	-20℃ ±5℃	—	12 months
Aqueous-Based Products in Semi-Permeable containers	Long Term	25℃ ±2℃ or 30℃ ±2℃	40%RH±5%RH 35%RH±5%RH	12 months
	Intermediate	30℃ ±2℃	65%RH±5%RH	6 months
	Accelerated	40℃ ±2℃	Not more than 25%RH	6 months
Photo stability Testing	Light exposure providing an overall illumination of not less than 1,200,000 Lux hours and an integrated near-UVA energy of not less than 200 watt hours/m2			

ICH- International Conference on Harmonisation of Technical Requirements for Registration of Pharmaceuticals for Human Use.

The purpose of stability testing is to provide evidence on how the quality of a drug substance or drug product varies with time under the influence of a variety of environmental factors such as temperature, humidity, and light ,and to establish a re-test period for the drug substance or a shelf life for the drug product and recommended storage conditions.



4.5 **สภาวะการทดสอบ** ในการยื่นขอขึ้นทะเบียนตำรับยาในขั้นแรกอย่างน้อยต้องมีผลการทดสอบทั้ง Long Term Testing และ Accelerated Testing ควบคู่กัน

ชนิดการทดสอบ	สภาวะการทดสอบ	ช่วงเวลาการทดสอบเพื่อการขึ้นทะเบียนตำรับยา
Long Term Testing	30°c ± 2°c/ 75% RH ± 5% RH หรือ 25°c ± 2°c/ 60% RH ± 5% RH	6 เดือน (ก) 12 เดือน (ข)
Accelerated Testing*	40°c ± 2°c/ 75% RH ± 5% RH	6 เดือน
	45°c ± 2°c/ 75% RH ± 5% RH	4 เดือน
	45-50°c ± 2°c/ 75% RH ± 5% RH	3 เดือน

หมายเหตุ: ประเภท ก. หมายถึง ยารูปแบบทั่วไป

ประเภท ข. หมายถึง ยาใหม่ หรือ ยารูปแบบพิเศษ

* บางกรณีที่ยาประเภท ก.ไม่สามารถทดสอบสภาวะเร่ง เช่น ยาครีม แคปซูลชนิดนิ่ม ช่วงเวลาการทดสอบแบบระยะยาวต้องเพิ่มเป็น 12 เดือน

แนวทางการทดสอบความคงสภาพของยา และผลิตภัณฑ์ยา

ข้อมูลสำคัญจากผลการทดสอบในสภาวะเร่งที่แสดงถึงความไม่คงสภาพของผลิตภัณฑ์ยา คือ คุณภาพไม่เป็นไปตามข้อกำหนดของผู้ผลิต ได้แก่

- ปริมาณตัวยาสำคัญหรือ potency ลดลงมากกว่า 5% จากจุดเริ่มต้นการทดสอบ
- ปริมาณสารเสื่อมสลายเกินค่าที่กำหนดไว้
- ลักษณะทางฟิสิกส์อื่นๆไม่เป็นไปตามที่กำหนดเช่น ลักษณะภายนอก สี การแยกชั้น resuspendability, delivery per actuation, caking, hardness
- ค่า pH เกินช่วงที่กำหนด
- การละลายของตัวยา 12 เม็ด/แคปซูล ไม่เป็นไปตามที่กำหนด

กรณีพบว่าผลิตภัณฑ์ยาไม่คงสภาพเมื่อทดสอบในสภาวะ 30°c ± 2°c / 75 % RH ± 5%RH ตามช่วงเวลาที่กำหนด ผู้ทดสอบอาจแก้ไขได้โดย (1) ลดอายุการใช้ (2) เปลี่ยนภาชนะบรรจุเป็นชนิดที่ป้องกันความชื้นเพิ่มขึ้น (3) แจ้งข้อควรระวังในการเก็บยาในฉลาก ทั้งนี้ต้องพิจารณาจากข้อมูลการทดสอบเพิ่มเติม

ยาที่มีน้ำเป็นส่วนประกอบ

*ถ้าพบการสูญเสียน้ำเกิน 5 % จากจุดเริ่มต้นในการทดสอบที่ 40 °c ± 2 °c ความชื้นไม่เกิน 25% RH นาน 3 เดือน สำหรับผลิตภัณฑ์ที่บรรจุในภาชนะชนิด semi-permeable ถือว่าเป็นการเปลี่ยนแปลงที่มีนัยสำคัญ ส่วนผลิตภัณฑ์ขนาดเล็ก เช่น 1 ml หรือน้อยกว่านั้นหรือ unit dose product ต้องแล้วแต่พิจารณา

59

การที่อาหารที่เก็บมีการเปลี่ยนแปลงคุณภาพจนถึงจุดที่เราไม่ต้องการ (undersirable state) เนื่องจากมีการเปลี่ยนแปลงที่ทำให้อาหารเกิดการเสื่อมเสีย ซึ่งได้แก่

- การเปลี่ยนแปลงทางกายภาพ
- การเปลี่ยนแปลงทางเคมี
- การเปลี่ยนแปลงเนื่องจากจุลินทรีย์

รศ.ดร.รุ่งนภา พงศ์สวัสดิ์มานิต คณะอุตสาหกรรมเกษตร ม.เกษตรศาสตร์ September 14, 2005 10

Sithiporn Associates Co.,Ltd.

The role of temperature in reaction rate

In 1889 , the Swedish Physicist "S.T. Arrhenius discovered the Linear relationship between the rate constant (K) and temperature (T)

$\log K \propto 1/T$

T = Absolute temperature = 273+ t °C

In general , the higher temperature the faster reaction .

If temperature rises 10 °C the rate constant becomes 2 to 3 times greater, so expressions as the 10 °C rule are used.

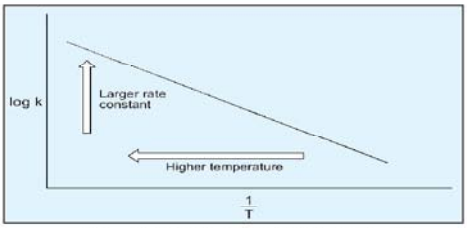


Fig. The relationship between the rate constant and temperature

61

Temperature-related accelerated testing

When discussing the life of manufactured goods generally, the expression "θ°C rule" can be used. This expression can be used as in the "10°C rule" to mean that a 10°C rise in the ambient temperature cuts life in half, a 20°C rise in ambient temperature cuts life in one quarter, etc. This rule indicates how strongly temperature influences life (failure).

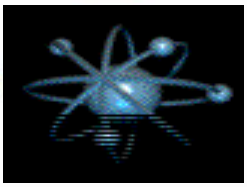
The Arrhenius model is widely used for acceleration of temperature-related stress. In the Arrhenius model, life and the inverse number of absolute temperature are always shown as straight lines on the semilog graph.

For acceleration factor K,

$$K = \frac{L_1}{L_2} = \frac{\exp\left(\frac{Ea}{RTo}\right)}{\exp\left(\frac{Ea}{RTa}\right)} = \exp\left\{\frac{Ea}{R}\left(\frac{1}{To} - \frac{1}{Ta}\right)\right\}$$

K: Constant
Ea: Activation energy (eV)
R: Boltzmann's constant 8.6159×10^{-5} (eV/°K)
T: Absolute temperature (°K)
= 273.15 + Celsius temperature t°C
t: Celsius temperature (°C)
To: Criteria temperature (°K)
Ta: Test temperature (°K)
$L1$: Life (h) at test temperature Ta (°K)
$L2$: Life (h) at criteria temperature To (°K)
Given that $Ta > To$.

Activation state and activation energy



When dealing with the problems of failure analysis and life of electrical and electronic parts, attention repeatedly focuses on activation energy. This is because the degradation of part functions is deeply related to the manner in which the chemical reaction proceeds.

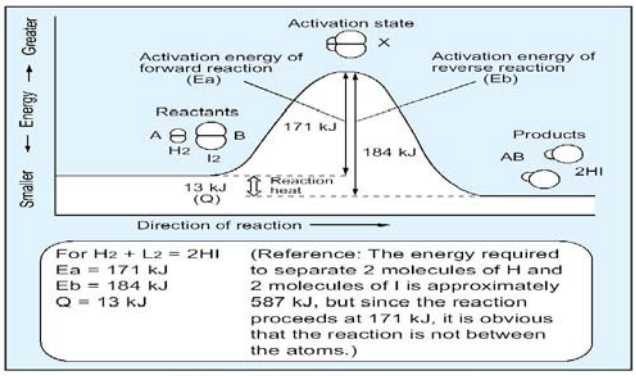


Fig. Activation energy

Sithiporn Associates Co.,Ltd.

Table 5 Semiconductor device failure mechanism and activation energy

Device name	Failure type	Failure mechanism	Activation energy (eV)
IC	Disconnection	Compound forms between the metals Au-Al	1.0
IC	Disconnection	Electromigration of Al	0.6
IC (plastic)	Disconnection	Al corrosion	0.56
MOS IC (memory)	Short circuit	Destruction of oxide film	0.3 - 0.35
Diode	Short circuit	Destruction of PN junction (solid phase reaction of Au-Si)	1.5
Transistor	Short circuit	Electromigration of Au	0.6
MOS device	Variation in threshold voltage	Polarization of phosphorescent glass	1.0
MOS device	Variation in threshold voltage	Na ion drift in Si oxide film	1.2 - 1.4
MOS device	Variation in threshold voltage	Slow trapping of Si-Si oxide film surface	1.0

From the "Mitsubishi Semiconductor Reliability Handbook" (1985) of Mitsubishi Electric Corporation

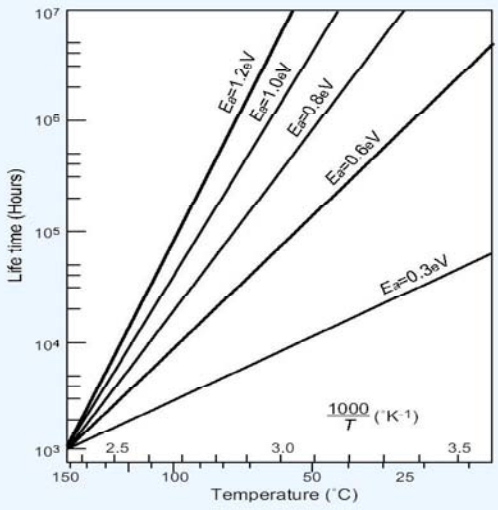


Fig. Relationship between temperature and life
From the "Semiconductor Device Reliability Handbook" (1988) of Matsushita Electronics Corporation

Sithiporn Associates Co.,Ltd.

Accelerate testing of temperature and humidity

Why accelerate testing ?
To shorten testing time.
To endure the product for reliability by testing more severe than the standard testing condition.

Sithiporn Associates Co.,Ltd.

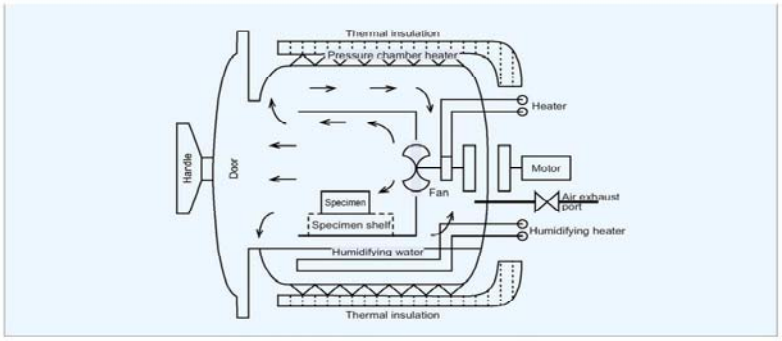


Fig.2 TABAI ESPEC's Unsaturated Pressure Cooker

Table 3 A comparion of the Pressure Cooker and the Unsaturated Pressure Cooker

Pressure Cooker	Unsaturated Pressure Cooker
• Test chamber simple and economical • Strong effects of dew condensation • Poor correlation to failure modes in the field • Poor test reproducibility • Difficult to apply bias	• Test chamber complicated and expensive • Good correlation to failure modes in the field • Good test reproducibility • Easy to apply bias

Kiyoshi Takahisa/Shigeharu Yamamoto/Yoshihumi Shibata/Terunori Saeki/Hideo Iwama:
From the "Reliability Test of Device and Components" (1992) Union of Japanese Scientists and Engineers

Sithiporn Associates Co.,Ltd.

The relationship between accelerated testing and predicting product life.

From the standpoint of environmental conditions, we shall set the following theme. "What levels of acceleration are possible if instead of using a TH (Temperature and Humidity) test with test conditions of 85°C and 85 percent RH, we substitute a HAST (Highly Accelerated Temperature and Humidity Stress Test) with test conditions of 120 to 140°C and 85 percent RH? Also, using those results, to what level of reliability can we predict product life in the field?"

$$Ac = \frac{L_2}{L_1} = \exp\left[\frac{E}{R}\left(\frac{1}{T_2} - \frac{1}{T_1}\right)\right]$$

If we say that $R = 8.615 \times 10^{-5}$ (eV/K), the above formula becomes the following.

E/R = E/8.615x 10^{-5} = E x 10^5 /8.615 = 1.16 x10^4 x E

$$Ac = \exp\left\{1.16 \times 10^4 \times E \times \left(\frac{1}{273 + T_{85}} - \frac{1}{273 + T_{\mathrm{HAST}}}\right)\right\} \quad (3.11)$$

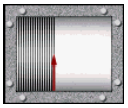
Table Acceleration factors for TH tests in HAST

E (eV)		0.6	0.8	1.0	1.2	1.5
HAST	110°C	3.56	5.43	8.29	12.7	23.9
	120°C	5.65	10.1	17.9	31.9	75.8
	130°C	8.77	18.1	37.3	76.6	228
	140°C	13.3	31.6	74.8	177	647

Note: The values of E, the activation energy, are values obtained from typical failure modes of semiconductor devices, but please regard these numerical values as strictly hypothetical.

Next, from the results of HAST (130°C and 85 percent RH), let's try to predict the corresponding product life for a product submitted to the test, and let's say that the product will be used in Japan in a typical Japanese summer environment of 35°C and 85 percent RH. Let's take the lower limit for the value of E as 0.8 and the upper limit as 1.0.

Predicted life when $E = 0.8$



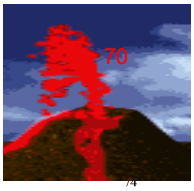
$$L_{E=0.8} = \exp\left\{1.16 \times 10^4 \times 0.8 \times \left(\frac{1}{273+35} - \frac{1}{273+130}\right)\right\}$$

$$= 1268.512 \longrightarrow \text{approximately 1200 times}$$

Predicted life when $E = 1.0$

$$L_{E=1.0} = \exp\left\{1.16 \times 10^4 \times 1.0 \times \left(\frac{1}{273+35} - \frac{1}{273+130}\right)\right\}$$

$$= 7570.39 \longrightarrow \text{approximately 7500 times}$$



74

Therefore, if we perform a 48-hour test using the above test conditions, and we say that failure did not occur, the product life in the field would be:

For $E = 0.8$: $48 \times 1200 = 57{,}600$ hours = 6.5 equivalent years

For $E = 1.0$: $48 \times 7500 = 360{,}000$ hours = 41.0 equivalent years

75

There are three variables (E, T_1, and T_2) in formula (3.10), given earlier for finding the extremely simple acceleration factor. We have nothing to say at this point about T_1 and T_2, but E is crucial. It is the value for activation energy, and as we saw in the previous example, even a slight change in this value can yield a prediction for product life that is about six times longer. Therefore, the actual value of E must be found at all costs from the experimental data itself.

Well, how should we go about finding the value of E?

76

Question

Preliminary testing of a certain product found that the MTTF (mean time to failure) was 310 hours at 150°C, 1000 hours at 125°C, and 4000 hours at 100°C. Let's hypothesize that the failure mechanism for this product does not change at temperatures between 75 and 150°C, and answer the following questions.

(1) Find the activation energy, then find the MTTF at 75°C.

(2) Indicate whether a test should be run to find how many hours MTTF will be at 125°C to prove that MTTF is 5000 hours at 75°C.

Answers

(1)

a) First of all, arrange the preconditions as follows.

L_{150} = 310-hour life at 150°C

L_{125} = 1000-hour life at 125°C

L_{100} = 4000-hour life at 100°C

b) Next, using the second of the two formulas in (3.10), change the formula to find E.

$$\ln\frac{L_2}{L_1} = \left[\frac{E}{R}\left(\frac{1}{T_2} - \frac{1}{T_1}\right)\right]$$

$$\rightarrow E = \frac{R(\ln L_{100} / L_{150})}{\left[\frac{1}{T_{100}} - \frac{1}{T_{150}}\right]} \qquad (3.11)$$

If we substitute the actual values in formula (3.11), we get

$$E = \frac{8.615 \times 10^{-5}(\ln 4000/310)}{\frac{1}{273+100} - \frac{1}{273+150}}$$

$$= 0.68(eV) \text{ ... the activation energy}$$

c) Since we have found the activation energy, let's see what sort of ratio exists between L_{100} ($T = 100°C$) and L_{75} (T = 75°C).

$$\ln\frac{L_{75}}{L_{100}} = \frac{0.68}{8.615 \times 10^{-5}}\left(\frac{1}{273+75} - \frac{1}{273+100}\right)$$

$$= 1.523$$

$\therefore L_{75}/L_{100} = \exp 1.523 = 4.59$ (the acceleration level between L_{75} and L_{100})

Since the MTTF is 4000 hours when $T = 100°C$, we can find the MTTF when $T = 75°C$ by calculating 4000(hr) × 4.59 = 18,360(hr).

(2)

Using the MTTF for $T = 75°C$ found above in part (1), find the acceleration factor between L_{75} and L_{125}.

$$Ac = L_{75}/L_{125} = 18{,}360\text{hr}/1{,}000\text{hr} = 18.36$$

Therefore, to prove that MTTF is 5000 hours at temperature conditions of 75°C, the conditions at 125°C would be 5000(hr)/18.36 = 272.33(hr). In other words, a test of approximately 272 hours would be required.

Evaluation of ion migration

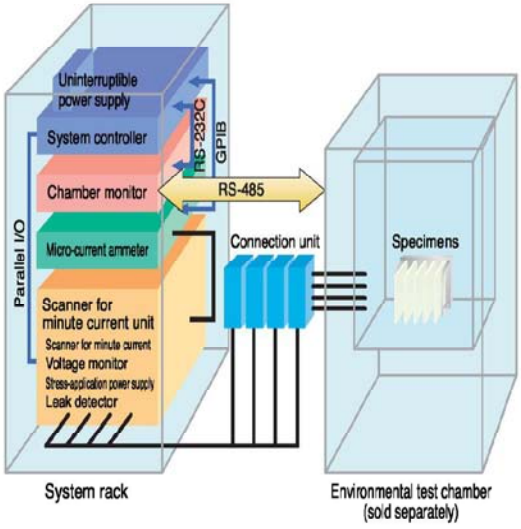
Example of the Highly accelerated stress test system with the Ion migration evaluation system

Specimen signal terminals

Signal terminals inside chamber

Customized sliding rack (example)

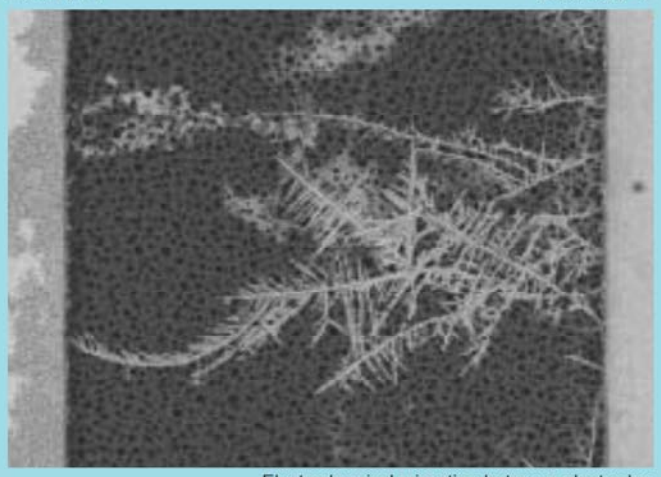
SYSTEM CONFIGURATION DIAGRAM



Test board rack type A

Test board rack for SIR test coupon type IPC-B-24.

anode (+) Cathode (−)



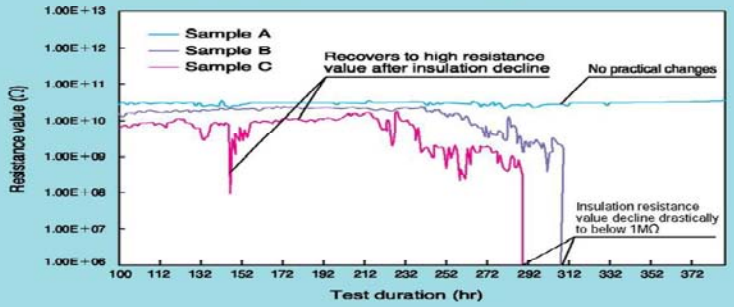
Electrochemical migration between electrodes
(Electro photographic image taken with EPMA produced by JEQL)

Example of results obtained from the Ion Migration Evaluation System (AMI)

Insulation resistance variation characteristics of flux under high-temperature and high-humidity conditions

Test conditions

Temperature and humidity condition	: 40℃, 90%rh
Stress voltage	: 50 V DC
Measurement voltage	: 50 V DC
Measurement intervals	: 0.5h



In the example above, the Leak Touch occurs at 291.2 hours and at 311.8 hours after the measurement starts.

*The above test results were obtained from the Ion Migration Evaluation System, and processed under an excel format (spreadsheet software).

Silthiporn Associates Co.,Ltd.

สามารถหาค่า **Ea** ได้จากเครื่องมือวิเคราะห์ **Thermal Analysis** เช่น

-Differential Scanning Calorimeter (DSC)

วิเคราะห์หาปริมาณพลังงานความร้อน (**Enthalpy**) อุณหภูมิ **Glass transition** อุณหภูมิ / เวลา / เปอร์เซ็นต์การเกิดผลึก อุณหภูมิการหลอมเหลว อัตรา / ระดับการเกิดโซ่เชื่อมโยงโมเลกุล (**Rate** / **Degree of Cure**) ความร้อนจำเพาะ (**Heat capacity**)

- สามารถโปรแกรมอุณหภูมิได้ตั้งแต่อุณหภูมิห้องถึง **725 C**
- **-90** ถึง **550 C** เมื่อใช้งานร่วมกับระบบทำความเย็นเชิงกล
- **-180** ถึง **550 C** เมื่อใช้งานร่วมกับระบบไนโตรเจนเหลว

ฯลฯ

ข้อมูลเพิ่มเติม

ติดต่อแผนกขาย **APD-S**

คุณบุญศรี - คุณสมนวรรณ

87

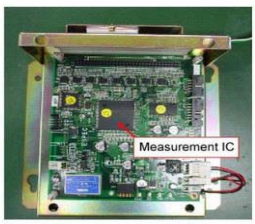
ตัวอย่าง การศึกษาความร้อนที่เกิดใน **PCBA** เมื่อมีการใช้งานจริง

โดยใช้กล้องตรวจจับความร้อน

Measuring PCB temperature

Thermal imaging measurements were performed using a thermal video system (TVS-500, from NEC Avio Infrared Technologies Co., Ltd.) that was set up on a tripod looking down on the PCB.

Thermal images were recorded at one-minute intervals from above.



Visible image of measurement PCB

Table 1 Measurement conditions

Measurement substrate	Substrate: Glass epoxy substrate Size: 120 x 140 x 1.6 mm
Measurement IC	32-bit RISC processor Power consumption (max.): 0.5 W Package: QFP208 pin
Measurement conditions - 1 (thermal image)	Detection element: two-dimensional uncooled microbolometer Thermal image resolution: 320 x 240 pixels Measurement cycle: 1-min. intervals
Measurement conditions - 2 (temp. history)	Detection element: Thermocouple type T (copper/copper-nickel) Measurement cycle: 1-sec. intervals

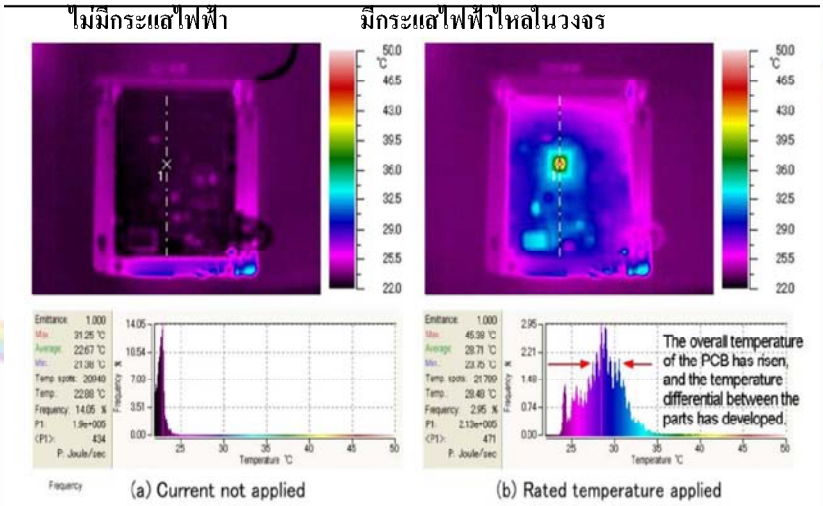


Fig.1 Thermal image and temperature frequency of mounted PCB (unventilated, ambient temp. 22°C)

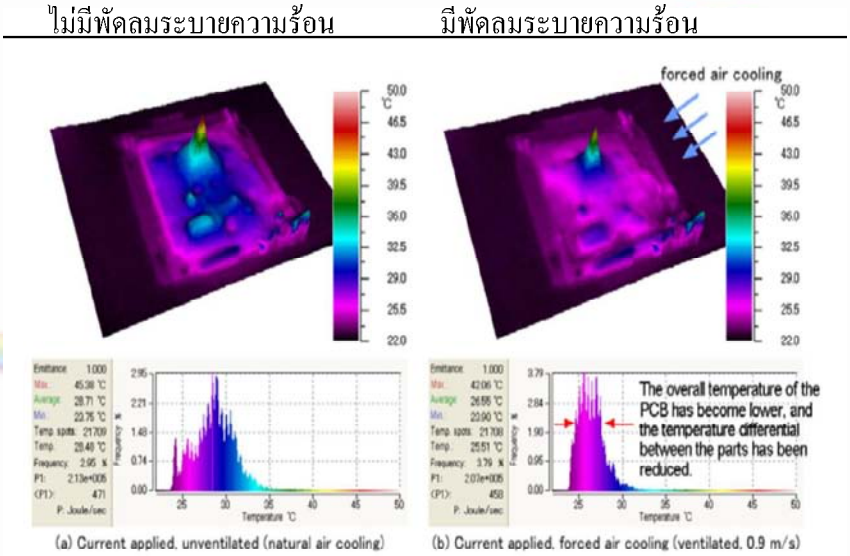


Fig.2 Thermal image analysis with natural and forced cooling

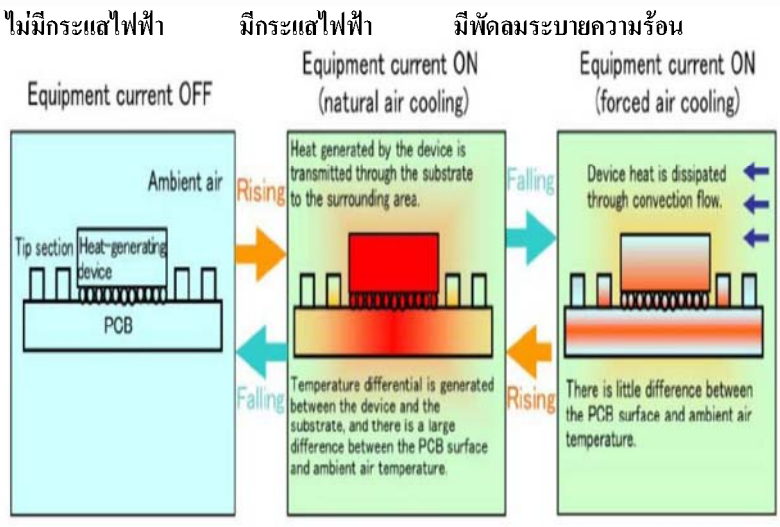


Fig.3 Concept diagram of temperature change from current and cooling

ตัวอย่างการใช้เครื่องบันทึกข้อมูลอุณหภูมิ ความชื้น
ในระหว่างการขนส่งสินค้า เพื่อนำมาปรับปรุงผลิตภัณฑ์

หรือจัดการควบคุม วิธีการขนส่ง

Photo 1 The Thermorecorder

Application examples

- A certain product is transported to the airport by truck, and after being restacked, the temperature is monitored during shipping by airplane from Osaka to Hokkaido. (From Osaka to Sapporo, Hokkaido, takes about 2 hours, covering 667 miles [1200 kilometers].)
- The graph shows when the temperature rose during shipping by truck, when restacking, and during warehouse storage prior to sales.
- For example, if we find a problem due to temperature rise during shipping by truck, we can take countermeasures such as reducing the time the doors are open or installing a curtain.

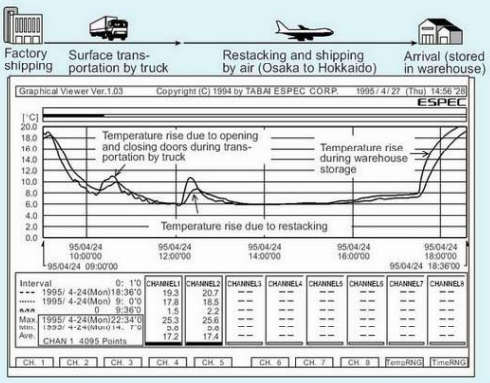


Fig. 1 An example of using the Thermorecorder

การศึกษาอุณหภูมิ ความชื้น ในร้านเบเกอรี ที่ญี่ปุ่น

Photo 2 Dew condensation on the glass showcase

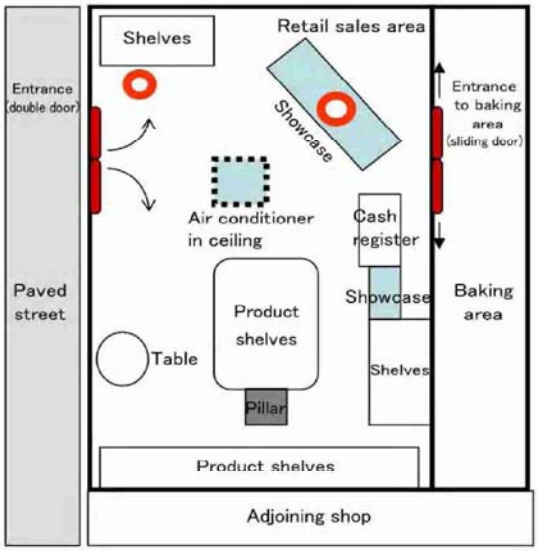


Fig.5 Shop layout (○ Rings indicate temp,/humidity measurement points.)

มีการปรับปรุงทิศทางการไหลเวียนอากาศภายในร้านใหม่โดย จัดให้มีทิศทางลมที่ลดการปะทะโดยตรงจากอากาศนอกร้านเมื่อมีการเปิดประตู

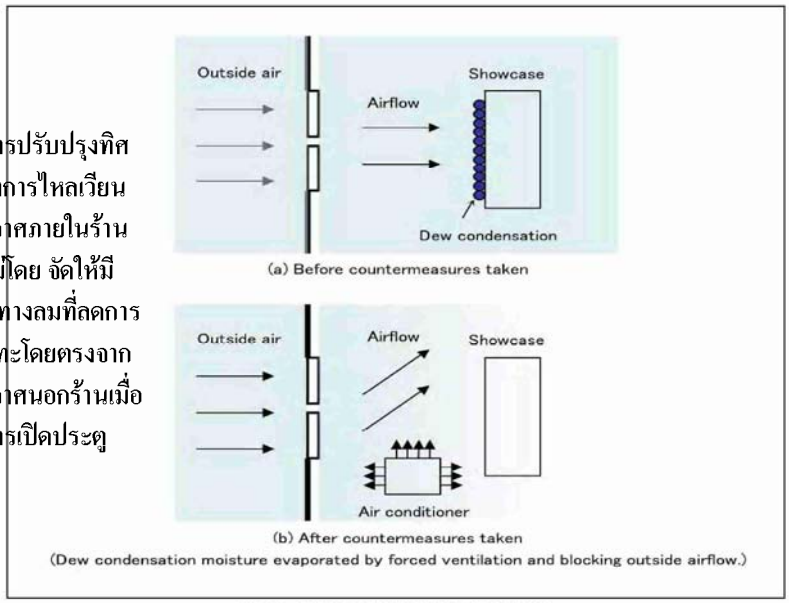


Fig.8 Concept diagram of airflow

ผลการศึกษาพบว่าสามารถลดการเกิดไอน้ำเกาะที่ตู้โชว์เนื่องจากความความชื้นลงได้ 10 -20%RH

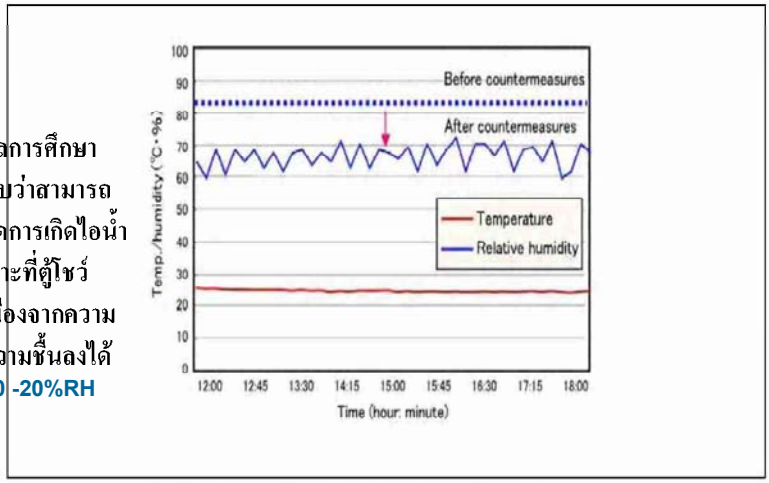


Fig.9 Changes in temperature and humidity following dew condensation countermeasures

Photo 3 Showcase after dew condensation countermeasures taken

Sithiporn Associates Co.,Ltd.

การบำรุงรักษาเชิงป้องกัน

Preventive maintenance for Chamber / Oven

ขอบคุณครับ

ありがとございます。

Thank You Very Much :-))