

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

AMENDMENT 1 AMENDEMENT 1

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

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



THIS PUBLICATION IS COPYRIGHT PROTECTED

Copyright © 2020 IEC, Geneva, Switzerland

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

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

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

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

About the IEC

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

About IEC publications

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

IEC publications search - webstore.iec.ch/advsearchform

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 It also gives information on projects, replaced and withdrawn publications.

IEC Just Published - webstore.iec.ch/justpublished

Stay up to date on all new IEC publications. Just Published details all new publications released. Available online and once a month by email.

IEC Customer Service Centre - webstore.iec.ch/csc

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

Electropedia - www.electropedia.org

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

IEC Glossary - std.iec.ch/glossary

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

A propos de l'IEC

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

A propos des publications IEC

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

Recherche de publications IEC -

webstore.iec.ch/advsearchform

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

IEC Just Published - webstore.iec.ch/justpublished

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

Service Clients - webstore.iec.ch/csc

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

Electropedia - www.electropedia.org

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

Glossaire IEC - std.iec.ch/glossary

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

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

AMENDMENT 1
AMENDEMENT 1

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

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

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

ICS 27.160

ISBN 978-2-8322-8209-0

**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.**

FOREWORD

This amendment has been prepared by IEC technical committee 82:Solar photovoltaic energy systems.

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

FDIS	Report on voting
82/1691/FDIS	82/1720/RVD

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

The committee has decided that the contents of this amendment and the base publication will remain unchanged until the stability date indicated on the IEC website 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.

2 Normative references

Add the following new references:

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

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

3 Terms and definitions

Add the following new term:

3.6 degree of cure

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

Note 1 to entry: Unit: dimensionless.

5.2.1 Sampling and storage

Replace the existing subclause 5.2.1.1 with the following:

5.2.1.1

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

7 Test report

Replace the existing item h) with the following:

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

Replace the existing item i) with the following:

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

Replace the existing item k) with the following:

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

Add the following new clause:

8 Indentation secondary method

8.1 General

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

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

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

where

- C is the characteristic of interest,
 C_t is the test specimen;
 C_m is the reference specimen with the greatest thermal history (“maximum correlated”, e.g., most-cross-linked); and
 C_n is the reference specimen with minimal or no thermal history (“minimum correlated”, i.e., not-laminated or not-cured).

NOTE A suitable apparatus is supplied by LayTec AG¹ in Germany. For this presently available commercial equipment, G_i can range from 0,3 to 2,5..

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

8.2 Principle

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

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

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

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

8.3 Instrument and equipment for the indentation method

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

The instrument consists of:

¹ This information is given for the convenience of users of this International Standard and does not constitute an endorsement by IEC of the product named.

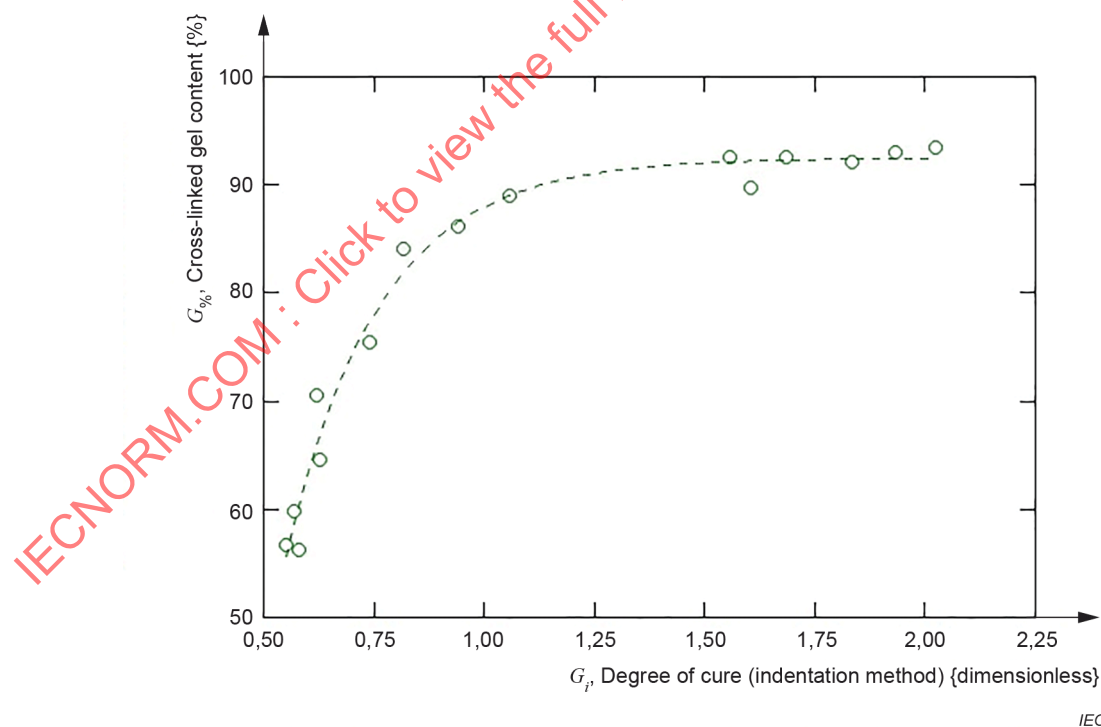
- a rigid probe;
- a force transducer connected to the probe, measuring the reaction force acting on the probe during indentation;
- a temperature regulation system, to maintain the test specimen (module) at a designated temperature;
- a mechanically rigid linear stage that may be used to move the probe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

8.4 Instrument calibration

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

8.5 Correlation of the degree of cure

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



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

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

8.6 Specimen preparation for the indentation method

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

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

8.7 Test procedure for the indentation method

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

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

Bibliography

Add the following new references:

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

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

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

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

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

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

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

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

AVANT-PROPOS

Le présent amendement a été établi par le comité d'études 82 de l'IEC: Systèmes de conversion photovoltaïque de l'énergie solaire.

Le texte de cet amendement est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
82/1691/FDIS	82/1720/RVD

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

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

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

2 Références normatives

Ajouter les nouvelles références suivantes:

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

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

3 Termes et définitions

Ajouter le nouveau terme suivant:

3.6 degré de durcissement

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

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

5.2.1 Échantillonnage et stockage

Remplacer le paragraphe 5.2.1.1 existant par le suivant:

5.2.1.1

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

7 Rapport d'essai

Remplacer le point h) existant par le suivant:

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

Remplacer le point i) existant par le suivant:

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

Remplacer le point k) existant par le suivant:

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

Ajouter le nouvel article suivant:

8 Méthode secondaire: indentation

8.1 Généralités

Une méthode secondaire alternative, utilisant l'indentation pour caractériser le degré de durcissement de l'EVA, est apparue dans l'industrie photovoltaïque. La méthode est actuellement utilisée par les fabricants de modules et a même été démontrée dans des applications en ligne. Le présent article donne une description générale du principe, de l'appareil associé et de l'utilisation de la méthode.

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

caractéristiques surveillées pendant l'indentation. G_i peut être obtenu à partir d'un ajustement adimensionnel de la réponse de l'échantillon (par exemple

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

où

C est la caractéristique concernée;:

C_t est l'éprouvette d'essai;

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

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

NOTE Un appareil approprié est mis en vente par LayTec AG¹ en Allemagne. G_i peut être compris entre 0,3 et 2,5 pour ces appareils actuellement disponibles sur le marché.

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

8.2 Principe

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

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

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

La méthode et l'instrumentation sont conçues pour un examen non destructif des modules PV avec une couche arrière souple pour le contrôle du processus de fabrication. La méthode peut ne pas être appliquée aux modules construits en verre ou verre feuilleté. La méthode

¹ Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'IEC approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

d'indentation peut être utilisée pour le contrôle de la qualité dans les chaînes de fabrication. La variation de la méthode (un écart-type) est généralement $\leq \pm 3 \%$ (voir Kunath et al).

8.3 Appareil et équipement pour la méthode d'indentation

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

L'appareil comprend:

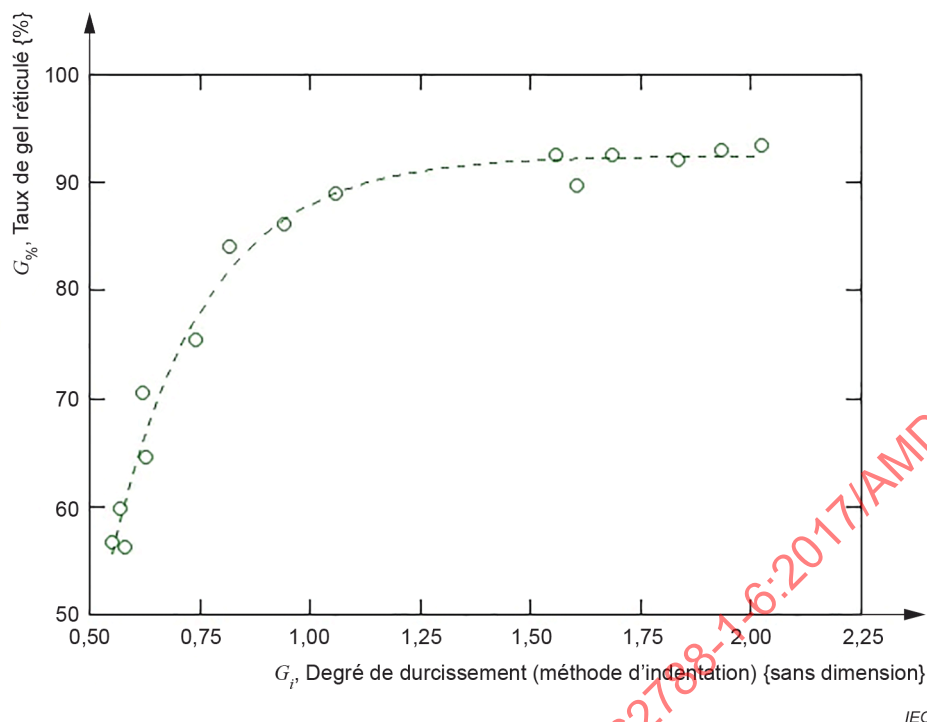
- une sonde rigide;
- un transducteur de force connecté à la sonde, mesurant la force de réaction agissant sur la sonde pendant l'indentation;
- un système de régulation de la température, pour maintenir l'éprouvette d'essai (module) à une température donnée;
- un étage linéaire mécaniquement rigide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

8.4 Étalonnage de l'appareil

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

8.5 Corrélation du degré de durcissement

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



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

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

8.6 Préparation des éprouvettes pour la méthode d'indentation

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

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

8.7 Procédure d'essai pour la méthode d'indentation

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