

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE



Fuel cell technologies –

**Part 8-101: Energy storage systems using fuel cell modules in reverse mode –
Test procedures for the performance of solid oxide single cells and stacks,
including reversible operation**

Technologies des piles à combustible –

**Partie 8-101: Système de stockage de l'énergie utilisant des modules à piles
à combustible en mode inverse – Procédures d'essai pour la performance
des cellules élémentaires et des piles à oxyde solide, comprenant
le fonctionnement réversible**



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 since 2002. 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 depuis 2002. Plus certaines entrées antérieures extraites des publications des CE 37, 77, 86 et CISPR de l'IEC.

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE



Fuel cell technologies –

**Part 8-101: Energy storage systems using fuel cell modules in reverse mode –
Test procedures for the performance of solid oxide single cells and stacks,
including reversible operation**

Technologies des piles à combustible –

**Partie 8-101: Système de stockage de l'énergie utilisant des modules à piles
à combustible en mode inversé – Procédures d'essai pour la performance
des cellules élémentaires et des piles à oxyde solide, comprenant
le fonctionnement réversible**

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

ICS 27.070

ISBN 978-2-8322-7705-8

Warning! Make sure that you obtained this publication from an authorized distributor.
Attention! Veuillez vous assurer que vous avez obtenu cette publication via un distributeur agréé.

CONTENTS

FOREWORD.....	7
INTRODUCTION.....	9
1 Scope.....	10
2 Normative references	10
3 Terms, definitions, abbreviated terms and symbols.....	11
3.1 Terms and definitions.....	11
3.2 Abbreviated terms and symbols	17
3.2.1 Abbreviated terms	17
3.2.2 Symbols	17
3.3 Flow rates.....	21
4 General safety conditions	21
5 Test environment.....	22
5.1 General.....	22
5.2 Cell.....	23
5.3 Stack	23
5.4 Experimental set-up.....	24
5.4.1 General	24
5.4.2 Electrode gas control equipment.....	25
5.4.3 Thermal management equipment.....	25
5.4.4 Electric power supply/load control equipment	25
5.4.5 Measurement and data acquisition equipment	25
5.4.6 Safety equipment.....	25
5.4.7 Compression force control equipment.....	25
5.4.8 Pressure control equipment	25
5.5 Interface between test object and experimental set-up.....	26
5.6 Parameter control and measurement	27
5.7 Measurement uncertainty of TIPs and TOPs	28
5.8 Mounting of the test object into the experimental set-up.....	28
5.9 Stability criteria.....	29
6 Measurement instruments and methods.....	29
6.1 General.....	29
6.2 Instrument uncertainty	29
6.3 Recommended measurement instruments and methods.....	30
6.3.1 Electrode inlet gas flow rate measurement	30
6.3.2 Electrode gas composition measurement.....	30
6.3.3 Electrode gas temperature measurement.....	31
6.3.4 Electrode gas pressure measurement.....	31
6.3.5 Electrode exhaust gas flow rate measurement.....	31
6.3.6 Cell/stack assembly unit voltage measurement.....	32
6.3.7 Cell/stack assembly unit current measurement	32
6.3.8 Cell/stack assembly unit temperature measurement	32
6.3.9 Compression force measurement.....	32
6.3.10 Total impedance measurement.....	32
6.3.11 Ambient condition measurement.....	32
6.4 Test conditions and manufacturer recommendations.....	33
6.4.1 Start-up and shut-down conditions.....	33

6.4.2	Range of test conditions	33
6.4.3	Stabilization, initialization conditions and stable state	33
6.4.4	Dwell time, equilibration time, acquisition time	33
6.5	Data acquisition method	34
7	Test procedures and computation of results	34
7.1	General	34
7.2	Current-voltage characteristics test	34
7.2.1	Objective of this test	34
7.2.2	Test method	34
7.2.3	Data post-processing	35
7.3	Effective reactant utilization test	35
7.3.1	Objective of this test	35
7.3.2	Test method	35
7.3.3	Data post-processing	36
7.4	Durability test	36
7.4.1	Objective of this test	36
7.4.2	Test method	37
7.4.3	Data post-processing	37
7.5	Temperature sensitivity test	37
7.5.1	Objective of this test	37
7.5.2	Test method	38
7.5.3	Data post-processing	38
7.6	Separation of resistance components test via electrochemical impedance spectroscopy	39
7.6.1	Objective of this test	39
7.6.2	Test method	39
7.6.3	Data post-processing	40
7.7	Current cycling durability test	40
7.7.1	Objective of this test	40
7.7.2	Test method	41
7.7.3	Data post-processing	41
7.8	Thermal cycling test	41
7.8.1	Objective	41
7.8.2	Test method	41
7.8.3	Data post-processing	42
7.9	Pressurized test	42
7.9.1	Objective of this test	42
7.9.2	Test method	42
7.9.3	Data post-processing	43
8	Test report	43
8.1	General	43
8.2	Report items	43
8.3	Test unit data description	43
8.4	Test condition description	44
8.5	Test data description	44
8.6	Uncertainty evaluation	44
Annex A (normative)	Detailed test procedures	45
A.1	Test objective	45
A.2	Test set-up	45

A.3	Current-voltage characteristics test (7.2)	46
A.3.1	Test input parameters (TIPs)	46
A.3.2	Test output parameters (TOPs)	46
A.3.3	Derived quantities	47
A.3.4	Measurement of current-voltage characteristics	47
A.4	Effective reactant utilization test (7.3)	49
A.4.1	Test input parameters (TIPs)	49
A.4.2	Test output parameters (TOPs)	51
A.4.3	Derived quantities	51
A.4.4	Measurement of effective reactant utilization	52
A.5	Durability test (7.4)	53
A.5.1	Test input parameters (TIPs)	53
A.5.2	Test output parameters (TOPs)	53
A.5.3	Derived quantities	54
A.5.4	Measurement of durability	54
A.6	Temperature sensitivity test (7.5)	55
A.6.1	Test input parameters (TIPs)	55
A.6.2	Test output parameters (TOPs)	56
A.6.3	Derived quantities	56
A.6.4	Measurement of temperature sensitivity	57
A.7	Separation of resistance components test via electrochemical impedance spectroscopy (7.6)	58
A.7.1	Test input parameters (TIPs)	58
A.7.2	Test output parameters (TOPs)	58
A.7.3	Derived quantities	59
A.7.4	Measurement of resistance components via EIS	59
A.7.5	Measuring range of frequencies	59
A.8	Current cycling durability test (7.7)	60
A.8.1	Test input parameters (TIPs)	60
A.8.2	Test output parameters (TOPs)	60
A.8.3	Derived quantities	61
A.8.4	Measurement of current cycling durability	61
A.9	Thermal cycling test (7.8)	64
A.9.1	Test input parameters (TIPs)	64
A.9.2	Test output parameters (TOPs)	65
A.9.3	Derived quantities	65
A.9.4	Measurement of thermal cycling	66
A.10	Pressurized test (7.9)	68
A.10.1	Test input parameters (TIPs)	68
A.10.2	Test output parameters (TOPs)	69
A.10.3	Derived quantities	69
A.10.4	Measurement of pressurized test	69
Annex B (informative)	Guidelines for electrochemical impedance spectroscopy (EIS)	71
B.1	General principles	71
B.2	EIS test equipment and set-up	72
B.3	Representation of results	73
B.4	Analysis and simulation of data	75
Annex C (normative)	Formulae for calculation of utilization values	76
C.1	Generic formulae	76

C.2	Degradation	76
C.3	Area-specific resistance (ASR)	77
C.4	Temperatures	77
	Bibliography	78
Figure 1	– Exploded schematic representation of a planar-type single cell test object consisting of a SOC in a cell housing	23
Figure 2	– Schematic representation of a planar-geometry SOC stack test object with N RU including supporting structure (top and bottom plates)	24
Figure 3	– Schematic representation of a test environment for a SOC cell/stack assembly unit	24
Figure 4	– Test environment with interfaces between SOC cell and experimental set-up	26
Figure 5	– Test environment with interfaces between SOC stack and experimental set-up	27
Figure A.1	– Qualitative representation of TIPs when carrying out a current-voltage characteristics test for combined (SOFC and SOEC) operation	48
Figure A.2	– Schematic representation of the current-voltage characteristics test procedure for two consecutive set points k and $k + 1$	48
Figure A.3	– Schematic representation of a J - V curve in both electrolysis and fuel cell modes	49
Figure A.4	– Qualitative representation of TIPs when carrying out an effective reactant utilization test varying the negative electrode reactant flow rate ($q_{V,neg,in}$), consisting of hydrogen and nitrogen	52
Figure A.5	– Qualitative representation of TIPs when carrying out a durability test (in galvanostatic mode)	55
Figure A.6	– Qualitative representation of TIPs when carrying out a temperature sensitivity test	57
Figure A.7	– Qualitative representation of TIPs when carrying out a current cycling durability test	63
Figure A.8	– Current profile of a SOEC system with fast switch on/off at thermoneutral conditions	64
Figure A.9	– Current profile of a SOEC system with fast switch on/off at exothermal conditions	64
Figure A.10	– Current profile of a load-following SOEC system and thermoneutral conditions	64
Figure A.11	– Current profile of a load-following SOEC system and exothermal conditions	64
Figure A.12	– General evolution of TIPs during test: continuous thermal cycling above 600 °C (in this case with zero electric current)	67
Figure A.13	– General evolution of TIPs during test: thermal cycling below 600 °C with gas and current changes (coupling with operation at constant current for instance)	68
Figure B.1	– Input/output signals during electrochemical impedance spectroscopy (EIS) of a solid oxide fuel/electrolysis cell	72
Figure B.2	– Test set-up for electrochemical impedance spectroscopy of a planar solid oxide fuel cell/electrolysis stack with 5 RUs	73
Figure B.3	– Bode plot representing the modulus of impedance and phase angle against excitation frequency	74
Figure B.4	– Nyquist plot, representing conjugate imaginary part against real part of impedance	75

Table 1 – Symbols	18
Table 2 – Stability criteria for TIPs and TOPs as a reference	29
Table 3 – Instrument uncertainty for each quantity to be measured	30
Table A.1 – Test input parameters (TIPs) for current-voltage characteristics test	46
Table A.2 – Test output parameters (TOPs) for current-voltage characteristics test	47
Table A.3 – Derived quantities for current-voltage characteristics test	47
Table A.4 – Test input parameters (TIPs) for negative electrode reactant utilization test	50
Table A.5 – Test input parameters (TIPs) for positive electrode reactant utilization test	50
Table A.6 – Test output parameters (TOPs) for effective reactant utilization test	51
Table A.7 – Derived quantities for effective reactant utilization test	52
Table A.8 – Test input parameters (TIPs) for durability test	53
Table A.9 – Test output parameters (TOPs) for durability test	54
Table A.10 – Derived quantities for constant load durability test	54
Table A.11 – Test input parameters (TIPs) for temperature sensitivity test	55
Table A.12 – Test output parameters (TOPs) for temperature sensitivity test	56
Table A.13 – Derived quantities for temperature sensitivity test	56
Table A.14 – Test input parameters (TIPs) for EIS test	58
Table A.15 – Test output parameters (TOPs) for EIS test	59
Table A.16 – Derived quantities for EIS test	59
Table A.17 – Test input parameters (TIPs) for current cycling durability test within a single operating mode (fuel cell or electrolysis)	60
Table A.18 – Test input parameters (TIPs) for current cycling durability test covering both operating modes (fuel cell and electrolysis)	60
Table A.19 – Test output parameters (TOPs) for current cycling durability test	61
Table A.20 – Derived quantities for current cycling durability test	61
Table A.21 – Test input parameters (TIPs) for thermal cycling	65
Table A.22 – Test output parameters (TOPs) for thermal cycling	65
Table A.23 – Derived quantities for thermal cycling test	66
Table A.24 – Test input parameters (TIPs) for pressurized testing	69
Table A.25 – Test output parameters (TOPs) for pressurized testing	69
Table A.26 – Derived quantities for pressurized test	69
Table C.1 – Generic formulae	76

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

FUEL CELL TECHNOLOGIES –

**Part 8-101: Energy storage systems using fuel cell modules
in reverse mode – Test procedures for the performance of solid oxide
single cells and stacks, including reversible operation**

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 62282-8-101 has been prepared by IEC technical committee 105: Fuel cell technologies.

The text of this International Standard is based on the following documents:

FDIS	Report on voting
105/765/FDIS	105/779/RVD

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

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

A list of all parts in the IEC 62282 series, published under the general title *Fuel cell technologies*, can be found on the IEC website.

The committee has decided that the contents of this document will remain unchanged until the stability date indicated on the IEC website under "<http://webstore.iec.ch>" in the data related to the specific document. At this date, the document will be

- reconfirmed,
- withdrawn,
- replaced by a revised edition, or
- amended.

IMPORTANT – The 'colour inside' logo on the cover page of this publication indicates that it contains colours which are considered to be useful for the correct understanding of its contents. Users should therefore print this document using a colour printer.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62282-8-101:2020

INTRODUCTION

This document describes test methods for a single cell or stack (denoted as "cell/stack" hereafter) that are intended for application to energy storage systems using solid oxide fuel cells (SOFC) in combination with solid oxide electrolysis cells (SOEC), or directly using reversible solid oxide cells (Re-SOC, see Note in Clause 1). The test methods aim to provide guidelines for the characterization of real-time performance and durability of the cell/stack.

SOFC, SOEC and Re-SOC have a broad range of geometries (e.g. planar, tubular and their variations) and size. As such, in general, peripherals like current collectors and gas manifolds are unique to each cell or stack and are often incorporated into a cell or stack to form one integrated unit. In addition, they tend to have a significant effect on the power generation characteristics of the cell or stack. This document therefore introduces as its subject "cell/stack assembly units", which are defined as those units containing not only a cell or a stack but also peripherals.

This document is generally applicable to all types or geometries of SOFC, SOEC and Re-SOC, unless where explicitly mentioned.

IEC 62282-8 (all parts) aims to develop performance test methods for power storage and buffering systems based on electrochemical modules (combining electrolysis and fuel cells, in particular reversible fuel cells), taking into consideration both options of re-electrification and substance (and heat) production for sustainable integration of renewable energy sources.

Under the general title "Energy storage systems using fuel cell modules in reverse mode", the IEC 62282-8 series will consist of the following parts:

- IEC 62282-8-101: *Test procedures for the performance of solid oxide single cells and stacks, including reversible operation*
- IEC 62282-8-102: *Test procedures for the performance of single cells and stacks with proton exchange membranes, including reversible operation*
- IEC 62282-8-103¹: *Alkaline single cell and stack performance including reversible operation*
- IEC 62282-8-201: *Test procedures for the performance of power-to-power systems*
- IEC 62282-8-202²: *Power-to-power systems – Safety*
- IEC 62282-8-300 series³: *Power-to-substance systems*

As a priority dictated by the emerging needs for industry and opportunities for technological development, IEC 62282-8-101, IEC 62282-8-102 and IEC 62282-8-201 have been initiated jointly and as a priority. These documents are presented as a package to highlight the need for an integrated approach as regards the system application (i.e. a solution for energy storage) and its fundamental constituent components (i.e. fuel cells operated in reverse or reversible mode).

IEC 62282-8-103, IEC 62282-8-202 and IEC 62282-8-300 (all parts) are suggested but are left for initiation at a later stage.

¹ Under consideration.

² Under consideration.

³ Under consideration.

FUEL CELL TECHNOLOGIES –

Part 8-101: Energy storage systems using fuel cell modules in reverse mode – Test procedures for the performance of solid oxide single cells and stacks, including reversible operation

1 Scope

This part of IEC 62282 addresses solid oxide cell (SOC) and stack assembly unit(s). It provides for testing systems, instruments and measuring methods to test the performance of SOC cell/stack assembly units for energy storage purposes. It assesses performance in fuel cell mode, in electrolysis mode and/or in reversible operation.

This document is not applicable to small button cells that are designed for SOC material testing and provide no practical means of reactant utilization measurement, or to single-chamber SOC. This document is not intended to be applied to fuel cell/stack assembly units for power generation purposes only, since this is covered in IEC TS 62282-7-2. Therefore, test methods are not included in this document that are applicable to fuel cell mode only and that are already described in IEC TS 62282-7-2.

This document is intended for data exchanges in commercial transactions between cell/stack manufacturers and system developers or for acquiring data on a cell or stack in order to estimate the performance of a system based on it. Users of this document may selectively execute test items suitable for their purposes from those described in this document. Users can also substitute selected test methods of this document with equivalent test methods of IEC TS 62282-7-2 for SOC operation in fuel cell mode only.

NOTE 1 In the context of this document, the term "reversible" does not refer to the thermodynamic meaning of an ideal process. It is common practice in the fuel cell community to call the operation mode of a solid oxide cell that alternates between fuel cell mode and electrolysis mode "reversible".

NOTE 2 This document considers only steam electrolysis. Other reactants in electrolysis mode can be used, provided appropriate measures are taken for handling the specific reactants and products, and the guidelines as regards the measurement, control and post-test analysis of results are adapted accordingly.

2 Normative references

The following documents are referred to in the text in such a way that some or all of their content constitutes requirements of this document. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

IEC 60050-485, *International Electrotechnical Vocabulary – Part 485: Fuel cell technologies* (available at www.electropedia.org)

IEC 61515:2016, *Mineral insulated metal-sheathed thermocouple cables and thermocouples*

IEC 60584-1, *Thermocouples – Part 1: EMF specifications and tolerances*

IEC 60584-3, *Thermocouples – Part 3: Extension and compensating cables – Tolerances and identification system*

ISO 5168, *Measurement of fluid flow – Procedures for the evaluation of uncertainties*

ISO 6141, *Gas analysis – Contents of certificates for calibration gas mixtures*

ISO 6142-1, *Gas analysis – Preparation of calibration gas mixtures – Part 1: Gravimetric method for Class I mixtures*

ISO 6143, *Gas analysis – Comparison methods for determining and checking the composition of calibration gas mixtures*

ISO 6145-7, *Gas analysis – Preparation of calibration gas mixtures using dynamic volumetric methods – Part 7: Thermal mass-flow controllers*

ISO 6974 (all parts), *Natural gas – Determination of composition with defined uncertainty by gas chromatography*

ISO 7066-2, *Assessment of uncertainty in the calibration and use of flow measurement devices – Part 2: Non-linear calibration relationships*

ISO 8756, *Air quality – Handling of temperature, pressure and humidity data*

3 Terms, definitions, abbreviated terms and symbols

3.1 Terms and definitions

For the purposes of this document, the terms and definitions given in IEC 60050-485 and the following apply.

ISO and IEC maintain terminological databases for use in standardization at the following addresses:

- IEC Electropedia available at: <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform available at: <http://www.iso.org/obp>

3.1.1

active electrode area

effective electrode area

geometric area of the electrode where the electrochemical reaction takes place

Note 1 to entry: Usually this corresponds to the smaller of the two areas of negative electrode or positive electrode.

Note 2 to entry: Area perpendicular to the ionic current flow, usually expressed in m^2 or cm^2 .

[SOURCE: IEC TS 62282-7-2:2014, 3.1.2, modified – Definition and Note 1 to entry reworded and Note 2 to entry added.]

3.1.2

area-specific resistance

ASR

R_{ASR}

internal resistivity of any component of a cell or a stack, including the change of potential due to the electrochemical reaction

Note 1 to entry: It is normalized by the active electrode area and is expressed in $\Omega \text{ m}^2$ or $\Omega \text{ cm}^2$.

Note 2 to entry: This note applies to the French language only.

3.1.3

average repeating unit voltage

average RU voltage

cell/stack assembly unit voltage divided by the number of the cells in a series connection in the unit

Note 1 to entry: Average voltage is expressed in V.

[SOURCE: IEC TS 62282-7-2:2014, 3.1.4 modified – In the term, word "cell" replaced by "repeating unit", and Note 1 to entry added.]

3.1.4

interconnector

interconnect

conductive and gas-tight component connecting single cells in a stack

Note 1 to entry: Gas tightness is relevant for planar-type geometries of SOC.

Note 2 to entry: This item is only applicable to planar-type geometries of SOC, as opposed to tubular geometries (see IEC 60050-485:—, 485-06-04).

[SOURCE: IEC 60050-485:—, 485-06-05, modified – Words "fuel cell stack" replaced by "stack", and Notes 1 and 2 to entry added.]

3.1.5

catalyst

substance that accelerates (increases the rate of) a reaction without being consumed itself

Note 1 to entry: The catalyst lowers the activation energy of the reaction, allowing for an increase in the reaction rate.

[SOURCE: IEC 60050-485:—, 485-01-01, modified – Definition reworded, and Note 2 to entry removed.]

3.1.6

single cell

cell

basic unit of a solid oxide cell

3.1.7

axial load

compression force

compressive load applied to the single cell or the end plates of a planar SOC stack to ensure electric contact and/or gas tightness

Note 1 to entry: The compression force is in practice expressed in N.

[SOURCE: IEC 60050-485:—, 485-06-14, modified – Words "end plates of a fuel cell" replaced by "single cell or the end plates of a planar SOC", "electric" added, and Note to entry replaced.]

3.1.8

conditioning

preliminary step of treatment that is required to properly operate a SOC and is usually realized by following a protocol specified by the manufacturer

Note 1 to entry: The conditioning may include reversible and/or irreversible processes depending on the cell technology.

[SOURCE: IEC 60050-485:—, 485-11-08, modified – Words "of treatment" added, "fuel cell" replaced by "SOC", and "to achieve a desired performance" replaced by "and is usually realized by".]

3.1.9**contact layer**

layer applied between the interconnect and the cell to minimize the contact resistance

3.1.10**current collector**

electronically conductive material in a cell/stack assembly unit that collects/conducts electrons from/to the electrodes

[SOURCE: IEC 60050-485:—, 485-06-07, modified – Word "electronically" added, "fuel cell" replaced with "cell/stack assembly unit", and "anode/cathode" replaced with "electrodes".]

3.1.11**current density**

current per unit active area

Note 1 to entry: The current density is expressed in A/m² or A/cm².

[SOURCE: IEC 60050-485:—, 485-12-01, modified – Word "electric" deleted before "current".]

3.1.12**derived quantities**

quantities that can be derived or calculated from test input parameters, and/or test output parameters (e.g. current density, reactant utilization, electric efficiency)

Note 1 to entry: In comparison to test output parameters, derived quantities are not directly measurable.

3.1.13**dwelt time**

time between changes in the setting of operating conditions

3.1.14**electrode gas**

gas present at the positive or negative electrode

Note 1 to entry: Electrode gases can be reactants, products or inert gas.

3.1.15**reactant utilization**

effective reactant utilization

ratio of converted substance flow through a given electrode of the cell/stack assembly unit to the input substance flow of the same electrode

Note 1 to entry: The three types of reactant utilization are:

- fuel utilization (negative electrode in SOFC mode);
- oxygen utilization (positive electrode in SOFC mode);
- steam conversion (negative electrode in SOEC mode).

Note 2 to entry: In SOFC mode, the effective reactant utilization can also be calculated as the ratio of actual output current of the cell/stack assembly unit to the theoretical Faradaic current.

Note 3 to entry: Under the assumption that the electrolyte has neither leak nor electronic conductivity, the reactant utilization is equivalent to the effective reactant utilization and can be calculated according to IEC TS 62282-7-2:2014, Annex B and Annex C.

3.1.16

exhaust gas

gas which is exhausted from the electrodes of the SOC

Note 1 to entry: The exhaust gas is a mixture of the reaction products of the electrochemical reaction, not converted reactant gas and inert gases, which is supplied to the electrodes.

3.1.17

minimum voltage

<in SOFC mode> lowest cell/stack assembly unit voltage specified by the manufacturer

Note 1 to entry: Minimum voltage is expressed in V.

3.1.18

maximum voltage

<in SOEC mode> highest cell/stack assembly unit voltage specified by the manufacturer

Note 1 to entry: Maximum voltage is expressed in V.

3.1.19

negative electrode

electrode at which fuel gas is consumed or produced

Note 1 to entry: It may also be called fuel electrode. In fuel cell mode, it is called the anode, where the fuel is oxidized. In electrolysis mode, it is called the cathode, where steam is reduced producing hydrogen.

Note 2 to entry: In fuel cell mode, the negative electrode gas is usually hydrogen or a mixture which contains hydrogen as a principal component mixed with water vapour and/or inert gas.

Note 3 to entry: In electrolysis mode, the negative electrode gas is usually water vapour mixed with hydrogen and/or inert gas.

3.1.20

open-circuit voltage

OCV

voltage across the terminals of a SOC with positive and negative electrode gases present and in the absence of external current flow

Note 1 to entry: Open-circuit voltage is expressed in V.

Note 2 to entry: This note applies to the French language only.

[SOURCE: IEC 60050-485:—, 485-13-02, modified – Words "fuel cell" replaced by "SOC", and "fuel and oxidant" replaced with "positive and negative electrode gases".]

3.1.21

positive electrode

electrode at which oxygen is consumed or produced

Note 1 to entry: Oxygen and nitrogen are the main components of positive electrode gases.

Note 2 to entry: In the case of a proton-conducting SOC, the mechanisms at electrodes, the ions crossing the electrolyte and the atmosphere at the electrodes will be different.

Note 3 to entry: It may also be called oxidant electrode. In fuel cell mode, it is called cathode where oxygen is reduced producing oxide ions going through the electrolyte. In electrolysis mode, it is called anode where two oxide ions are recombined to form one molecule of oxygen.

3.1.22

power density

ratio of power to the active electrode area of the cell/stack assembly unit electrodes

Note 1 to entry: Power density is calculated from the voltage multiplied by the current density ($P_d = V \times J$, where J is current density). It is expressed in $W \cdot m^{-2}$ or $W \cdot cm^{-2}$.

[SOURCE: IEC TS 62282-7-2:2014, 3.1.16, modified – Word "electrodes" added, and second sentence in the note to entry added.]

3.1.23

protection gas

mixture of hydrogen and inert gas (usually argon or nitrogen)

Note 1 to entry: It is often used to protect transition metal-containing negative electrodes of the SOC from being re-oxidized in the case of abnormal operating conditions (e.g. fuel interruption, emergency stop of the test station).

3.1.24

rated current

recommended continuous electric current as specified by the manufacturer, at which the SOC power system has been designed to operate

Note 1 to entry: The rated current is expressed in A.

[SOURCE: IEC 60050-485:—, 485-12-02, modified – Word "maximum" replaced by "recommended", and "fuel cell" replaced by "SOC".]

3.1.25

reactant gas

gas which is fed to the electrodes of the SOC where it reacts in an electrochemical reaction

Note 1 to entry: The reactant gases are the fuel and the oxidant in fuel cell mode and steam in electrolysis mode.

3.1.26

reversible mode

regenerative mode

operation mode of a solid oxide cell which alternates between fuel cell mode and electrolysis mode (Re-SOC)

Note 1 to entry: The term "reversible" in this context does not refer to the thermodynamic principle of an ideal process.

3.1.27

repeating unit

RU

elementary unit which periodically repeats itself to form a stack

Note 1 to entry: For planar-geometry SOCs, it is composed of one single cell and two half interconnects on both sides of the single cell and usually also of a sealant to ensure gas-tightness and contact layers to minimize contact resistances between cells and interconnects.

Note 2 to entry: This note applies to the French language only.

3.1.28

solid oxide cell

SOC

electrochemical cell composed of three functional elements (negative electrode, electrolyte and positive electrode) based on ceramic oxide materials

Note 1 to entry: A SOC can consist of a single cell or of an assembly unit of multiple cells, called a stack.

Note 2 to entry: The two electrodes are made of electronic and possibly ionic conducting ceramics and are attached to one ionic conducting solid oxide ceramic electrolyte. Furthermore, the cell may contain a support layer which may be a ceramic

Note 3 to entry: SOCs can be used in fuel cell mode (SOFC) or in electrolysis mode (SOEC) with a layer or a non-ceramic layer as is the case for metal-supported cells.

Note 4 to entry: This note applies to the French language only.

3.1.29

solid oxide electrolysis cell

SOEC

SOC operated in electrolysis mode, i.e. reversed fuel cell mode

Note 1 to entry: Electricity is required as energy input. Where possible, heat may be used as additional energy input to reduce the amount of electrical work needed.

Note 2 to entry: It can be used to produce hydrogen from steam and, alternatively, to produce carbon monoxide from carbon dioxide, or syngas, a mixture of hydrogen and carbon monoxide from water vapour and carbon dioxide

Note 3 to entry: This note applies to the French language only.

3.1.30

solid oxide fuel cell

SOFC

SOC operated in fuel cell mode

Note 1 to entry: In this mode, it cogenerates electricity and heat using fuels such as hydrogen.

Note 2 to entry: This note applies to the French language only.

3.1.31

stable state

condition of a cell/stack assembly unit stable enough for any controlling parameter and the output voltage or output current of the unit to remain within its tolerance range of variation

[SOURCE: IEC TS 62282-7-2:2014, 3.1.9]

3.1.32

fuel cell stack

stack

assembly of cells, interconnectors, cooling plates, manifolds and a supporting structure that electrochemically converts, typically hydrogen-rich gas and air reactants to DC power, heat and other reaction products

Note 1 to entry: For planar geometry SOCs, the supporting structure consists of two endplates ("top plate" and "bottom plate") to facilitate applying a compression force to all RUs.

[SOURCE: IEC 60050-485:—, 485-06-01, modified – Word "separators" replaced by "interconnectors", and note to entry added.]

3.1.33

test input parameter

TIP

parameter whose values can be set in order to define the test conditions of the test system including the operating conditions of the test object

Note 1 to entry: TIPs have to be controllable and measurable. Values of TIPs are known before conducting the test. TIPs can be either static or variable. Static TIPs stay constant and variable TIPs are varied during the test.

Note 2 to entry: This note applies to the French language only.

3.1.34

test output parameter

TOP

parameter that indicates the response of the test system/test object as a result of variation of TIPs

Note 1 to entry: Values of TOPs are unknown before conducting the test and will be measured during the test. TOPs need to be measurable.

Note 2 to entry: This note applies to the French language only.

3.1.35**theoretical current**

current when the supplied positive and negative electrode gases are completely consumed in electrochemical reactions divided by the number of cells in a series connection

Note 1 to entry: Theoretical current is expressed in A.

3.1.36**total impedance**

frequency-dependent losses due to ohmic, activation, diffusion, concentration effects, stray (parasitic) capacitance and inductances

Note 1 to entry: Total impedance is expressed in $\Omega \cdot m^2$ or $\Omega \cdot cm^2$.

[SOURCE: IEC TS 62282-7-2:2014, 3.1.17, modified – Words "stray (parasitic) capacitance and inductances" added, and note to entry added.]

3.1.37**total resistance**

real part of low-frequency limit of total impedance

Note 1 to entry: Total resistance is expressed in $\Omega \cdot m^2$ or $\Omega \cdot cm^2$.

[SOURCE: IEC TS 62282-7-2:2014, 3.1.18, modified – Removed reference to slope of I - V curve, and addition of note to entry.]

3.2 Abbreviated terms and symbols**3.2.1 Abbreviated terms**

BOP	balance of plant
EIS	electrochemical impedance spectroscopy
LHV	lower heating value
HHV	higher heating value
OCV	open circuit voltage
SOC	solid oxide cell
SOEC	solid oxide electrolysis cell
SOFC	solid oxide fuel cell
Re-SOC	regenerative solid oxide cell
RU	repeating unit
SPT	standard pressure and temperature
TIP	test input parameter
TOP	test output parameter

3.2.2 Symbols

Table 1 lists the symbols and units that are used in this document.

Table 1 – Symbols

Symbol	Definition	Unit
A_{active}	Active (surface) area of the cell/stack electrode(s)	m ² , cm ²
c	Concentration	
c_i	Molar concentration of component i	mol/m ³
F	Faraday constant, force	
F	Faraday constant (96485,3)	C/mol
F_{comp}	Compression force applied onto the cell/stack	N
f	Frequency	
f	Excitation frequency	Hz
f_{char}	Characteristic frequency	Hz
I, J	Current, current density	
I_{cell}	Cell current	A
I_{n}	Nominal current	A
I_{stack}	Stack current	A
I_{RU}	Repeating unit current	A
$\underline{I}$	Fourier transform of excitation current	A
I_{pk}	Amplitude of alternating current	A
i	Excitation current (galvanostatic mode), current response (potentionstatic mode)	A
J	Current density	A/m ² , A/cm ²
J_{rr}	Current density ramp rate	A/(m ² ·s), A/(cm ² ·s)
$\mathbf{i}$	Imaginary unit	
N, n	Number of items	
N_{cycles}	Number of cycles	
N_{periods}	Number of measuring periods	
N_{points}	Number of measuring points	
n	Number of transferred electrons	
P	Power	
P_{el}	Electric power	W
P_{d}	Electric power density	W/m ² , W/cm ²
p	Pressure	
p_{vessel}	Pressure inside containment vessel	kPa
$p_{\text{neg,in}}$	Pressure of negative electrode gas at cell/stack inlet	kPa
$p_{\text{neg,out}}$	Pressure of negative electrode gas at cell/stack outlet	kPa
$p_{\text{pos,in}}$	Pressure of positive electrode gas at cell/stack inlet	kPa
$p_{\text{pos,out}}$	Pressure of positive electrode gas at cell/stack outlet	kPa
p_0	Standard pressure (101,325)	kPa
q_V	Volumetric flow rate	
$q_{V,\text{neg,in}}$	Total volumetric flow rate at negative electrode inlet (at STP)	m ³ /s, l/min
$q_{V,\text{pos,in}}$	Total volumetric flow rate at positive electrode inlet (at STP)	m ³ /s, l/min

Symbol	Definition	Unit
$q_{V,neg,out}$	Total volumetric flow rate at negative electrode outlet (at STP)	m ³ /s, l/min
$q_{V,pos,out}$	Total volumetric flow rate at positive electrode outlet (at STP)	m ³ /s, l/min
$q_{V,i,neg,in}$	Volumetric flow rate of gas component i at negative electrode inlet (at STP)	m ³ /s, l/min
$q_{V,i,pos,in}$	Volumetric flow rate of gas component i at positive electrode inlet (at STP)	m ³ /s, l/min
$q_{V,i,neg,out}$	Volumetric flow rate of gas component i at negative electrode outlet (at STP)	m ³ /s, l/min
$q_{V,i,pos,out}$	Volumetric flow rate of gas component i at positive electrode outlet (at STP)	m ³ /s, l/min
R	Resistance, universal gas constant	
R	Resistance	Ω
R_{ASR}	Area-specific resistance	$\Omega \cdot m^2$, $\Omega \cdot cm^2$
R_{LF}	Low frequency resistance	Ω
R_{HF}	High frequency resistance	Ω
R_{ohm}	Ohmic resistance	Ω
$R_{non-ohm}$	Non-ohmic resistance	Ω
R_g	Universal gas constant (8,3145)	J/(mol·K)
T	Temperature	
$T_{cell/stack}$	Temperature of the cell or stack	°C, K
$T_{stack,av}$	Average temperature of the stack	°C, K
$T_{stack,intern}$	Internal stack temperature	°C, K
T_{BP}	Temperature of bottom plate	°C, K
T_{TP}	Temperature of top plate	°C, K
$T_{furnace}$	Temperature of the furnace	°C, K
T_{min}	Minimum temperature during cycling	°C, K
$T_{neg,in}$	Temperature of negative electrode gas stream at cell/stack inlet	°C, K
$T_{pos,in}$	Temperature of positive electrode gas stream at cell/stack inlet	°C, K
$T_{neg,out}$	Temperature of negative electrode gas stream at cell/stack outlet	°C, K
$T_{pos,out}$	Temperature of positive electrode gas stream at cell/stack outlet	°C, K
$T_{PH,neg}$	Temperature of the pre-heater for preheating the negative electrode gas stream	°C, K
$T_{PH,pos}$	Temperature of the pre-heater for preheating the positive electrode gas stream	°C, K
T_0	Standard temperature (273,15)	K
ΔT_{max}	Maximum temperature difference between reactants and the stack temperature during start-up	K
t	Time	s, min, h
t_{acq}	Data acquisition time	s, min, h
t_{dwell}	Dwell time	s, min, h
t_{eq}	Equilibration time	s, min, h
t_{op}	Duration time of operation at given conditions	s, min, h
t_0	Initial time	
t_1	End time	

Symbol	Definition	Unit
U	Utilization	
$U_{\text{gas,neg}}$	Reactant utilization at the negative electrode (fuel utilization in fuel cell mode, steam conversion in electrolysis mode)	
$U_{\text{gas,pos}}$	Reactant utilization at the positive electrode (air utilization or oxygen utilization, valid only in fuel cell mode)	
V	Voltage	
V_{cell}	Voltage of the cell	V
V_{stack}	Voltage of the stack	V
$V_{\text{RU},i}$	Voltage of repeating unit (RU) i in the stack	V
$V_{\text{RU,av}}$	Average RU voltage of all RU in the stack	V
$\underline{V}$	Fourier transform of AC part of cell/stack voltage response	V
V_{pk}	Amplitude of alternating voltage	V
v	Excitation voltage (potentiostatic mode), voltage response (galvanostatic mode)	V
x	Fraction	
x_i	Molar fraction of component i	mol/mol
$x_{i,\text{neg,in}}$	Molar fraction of component i in the negative electrode gas stream inlet at cell/stack	mol/mol
$x_{i,\text{neg,out}}$	Molar fraction of component i in the negative electrode gas stream outlet at cell/stack	mol/mol
$x_{i,\text{pos,in}}$	Molar fraction of component i in the positive electrode gas stream inlet at cell/stack	mol/mol
$x_{i,\text{pos,out}}$	Molar fraction of component i in the positive electrode gas stream outlet at cell/stack	mol/mol
$x_{\text{H}_2\text{O}}$	Steam molar fraction	mol/mol
x_{O_2}	Oxygen molar fraction	mol/mol
$\underline{Y}, \underline{Z}$	Admittance, impedance	
$\underline{Y}$	Admittance	S
	Specific admittance	$\text{S}\cdot\text{m}^{-2}$, S cm^{-2}
$\underline{Y}'$	Real part of admittance (conductance)	S
	Real part of specific admittance	$\text{S}\cdot\text{m}^{-2}$, S cm^{-2}
$\underline{Y}''$	Imaginary part of admittance (susceptance)	S
	Imaginary part of specific admittance	$\text{S}\cdot\text{m}^{-2}$, S cm^{-2}
$\underline{Z}$	Impedance	Ω
	Specific impedance	$\Omega\cdot\text{cm}^2$, $\Omega\cdot\text{m}^2$
$ \underline{Z} $	Modulus of impedance	Ω
	Modulus of specific impedance	$\Omega\cdot\text{cm}^2$, $\Omega\cdot\text{m}^2$
$\underline{Z}'$	Real part of impedance (resistance)	Ω
	Real part of specific impedance	$\Omega\cdot\text{cm}^2$, $\Omega\cdot\text{m}^2$
$\underline{Z}''$	Imaginary part of impedance (reactance)	Ω
	Imaginary part of specific impedance	$\Omega\cdot\text{cm}^2$, $\Omega\cdot\text{m}^2$
$\Delta\alpha$	Degradation rate	
$\Delta\alpha_{\text{rel}}$	Relative degradation rate	
ω, φ	Angular frequency, phase angle	
ω	Angular perturbation frequency	rad/s

Symbol	Definition	Unit
$\omega_{\min}$	Minimum frequency for EIS spectra	rad/s
$\omega_{\max}$	Maximum frequency for EIS spectra	rad/s
φ	Phase angle	rad, °
NOTE 1 The standard temperature and pressure (STP) values for gas temperature and pressure are specified as follows: $T_0 = 273,15 \text{ K}$ $p_0 = 101,325 \text{ kPa}$ NOTE 2 To express the rate of change of a certain parameter x, a dot above the parameter symbol can be used. For instance, $\dot{T}$ can be used to express the temperature ramp with a unit of K/s, $\dot{q}_v$ used to express the speed of variation of the gas flow rate with a unit of (m³/s)/s. Alternatively, $(\Delta x/\Delta t)$ can be used. For instance, the temperature ramp can be expressed by $(\Delta T/\Delta t)$ and the speed of current density variation can be expressed by $(\Delta j/\Delta t)$. NOTE 3 About the amplitude of alternating current/voltage with a sine waveform for electrochemical impedance spectroscopy (EIS) measurement: it refers here to the peak amplitude. It amounts to half of the peak-to-peak amplitude and $\sqrt{2}$ times the root mean square (RMS) amplitude. NOTE 4 The real part of impedance (resistance) and imaginary part of impedance (reactance) can also be represented by $Re(\underline{Z})$ and $Im(\underline{Z})$, respectively. NOTE 5 The quantity $\Delta\alpha$ chosen for calculating the degradation rate can be the cell or stack voltage, current, power density or ASR, each with their own unit.		

3.3 Flow rates

In this document, volumetric flow rates are used, following common practice. Volumetric flow rate can however be replaced in principle by mass flow rate, taking into consideration the molar mass and density of the species considered.

4 General safety conditions

An operating SOC cell/stack assembly unit uses oxidizing and reducing, combustible gases. Typically, these gases are stored in high-pressure containers. The SOC cell/stack assembly unit itself may be operated at pressure greater than atmospheric pressure.

The solid oxide cell/stack in particular operates at high temperatures, typically above 600 °C, which are higher than the spontaneous ignition temperatures of both hydrogen (565 °C) and methane (537 °C). Those who carry out cell/stack assembly unit testing shall be trained and experienced in the operation of test systems and specifically in safety procedures involving electrical equipment, hot surfaces and fluids (e.g. steam), and (reactive) compressed gases handling.

The test personnel are responsible for obtaining and following all applicable safety codes and generally accepted engineering practices related to their test system, facility, fuels (with particular attention to compressed gases), and exhaust products.

Materials which are compatible with the use and storage of the reactant gases shall be used during testing. Local safety codes and standards for working with hydrogen, hydrocarbons and carbon monoxide, shall be followed.

In summary, safely operating a test station requires appropriate technical training and experience as well as safe facilities and equipment, all of which are outside the scope of this document.

Nevertheless, a number of empirical guidelines can be given for good practice while carrying out the experimental tests, which can help identify potentially hazardous situations. Operating conditions of the SOC cell/stack assembly unit have to be carefully monitored as a means of securing safety through an appropriate emergency shutdown system.

- Gas sensors: It is recommended to have gas sensors in close proximity to the test station (in particular for H_2), which are connected to an automated emergency shutdown system that cuts off negative electrode gas feed to the test station if hazardous concentrations of said gases are measured.
- Protection gas supply: In the case of emergency shutdown, it is recommended that a line containing an inert, reducing gas ("protection gas") be employed for the flushing of the negative electrode side of the SOC cell/stack assembly unit. The hydrogen fraction in the protection gas shall be low enough (usually 3 % to 5 %) to avoid the formation of an explosive atmosphere. It shall be high enough to keep a reducing atmosphere at the negative electrode of the SOC cell/stack assembly unit to avoid the re-oxidation of the constituent transition metal. This also helps to expel flammable reactants from the system.
- Care shall be taken that exhausted hydrogen is adequately dealt with. For small hydrogen flow rates (relative to the confined space where testing takes place), it can be sufficient to dilute the exhaust gas from the negative electrode with air or inert gas before venting. If large stacks are used, it is advised to adopt a (catalytic) afterburner before venting.
- Care shall be taken that oxygen produced in electrolysis mode is adequately dealt with. This shall be ventilated to the exterior in order to avoid accumulation of oxygen-enriched air especially in confined spaces.
- In fuel cell mode, care shall be taken that the positive electrode exhaust gas will be air depleted in oxygen, and therefore shall be adequately dealt with.
- In all cases, an adequate risk assessment considering the place of testing and operating conditions shall be conducted and appropriate risk reduction measures taken.

This by no means claims to be an exhaustive or even sufficient list for safe operation during testing. However, it is recommended to consult ISO/TR 15916 and the safety measures have to be mandatorily designed following local legal requirements.

5 Test environment

5.1 General

The test environment consists of the test object (a SOC cell/stack assembly unit) mounted within the experimental set-up. The SOC cell/stack assembly unit consists of a cell or stack, gas supply, current leads and such other peripherals as required for tests in fuel cell and electrolysis modes. It shall be provided with single or multiple measuring points for temperature and voltage and one set of current lead points, all to be specified by the manufacturer.

The boundary of a cell/stack assembly unit goes through the negative electrode gas supply port, positive electrode gas supply port, negative electrode gas exhaust port, positive electrode gas exhaust port, the temperature measuring points, current lead points, voltage measuring points and compression force application points.

Some cell/stack assembly units may have no supply port or exhaust port for the electrode gases because of the configuration of their cell(s). In such cases, the gas flow field pattern and its material shall be determined by the method recommended by the manufacturer. The compression force application method shall be also based on the recommendation of the manufacturer.

If the components of a cell/stack assembly unit other than a cell/stack are not specified by the manufacturer, the following shall be described in the test report:

- a) materials and geometry of the peripheral components to be used for testing;

- b) flow patterns and directions of negative electrode and positive electrode gas;
- c) locations of temperature measurement, compression force application, voltage measurement and current extraction;
- d) magnitude of the compression force;
- e) configuration of assembly unit and its assembling method.

5.2 Cell

Figure 1 shows a single cell test object (for explanatory purposes, planar geometry is shown, but the principle applies to tubular geometries as well), as an assembly of two electrodes (with contact layers) and the electrolyte which is integrated in a cell housing. For testing a cell ideally, the cell housing design and materials are optimized in such a way so as not to have an influence on cell performance measurement. Therefore, usually the electrical contact resistances of the electrodes in the cell housing are negligible and the supply of the electrodes with gases in the cell housing is presumed ideal.

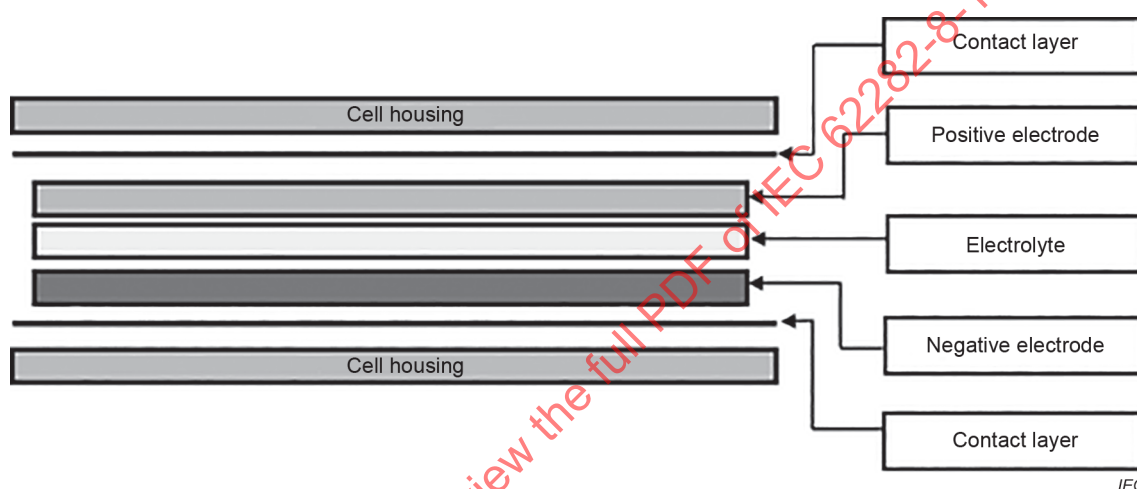


Figure 1 – Exploded schematic representation of a planar-type single cell test object consisting of a SOC in a cell housing

5.3 Stack

Figure 2 shows the schematic representation of a SOC stack test object, consisting of multiple repeating units (RUs) which are assembled in series (for explanatory purposes, planar geometry is shown, but the principle applies as well to tubular geometries). Electrical contacts and the gas distribution are provided by interconnects and the top/bottom plates. The stack results are generated by the repeating units, which can be influenced by electrical contact and gas flow conditions.

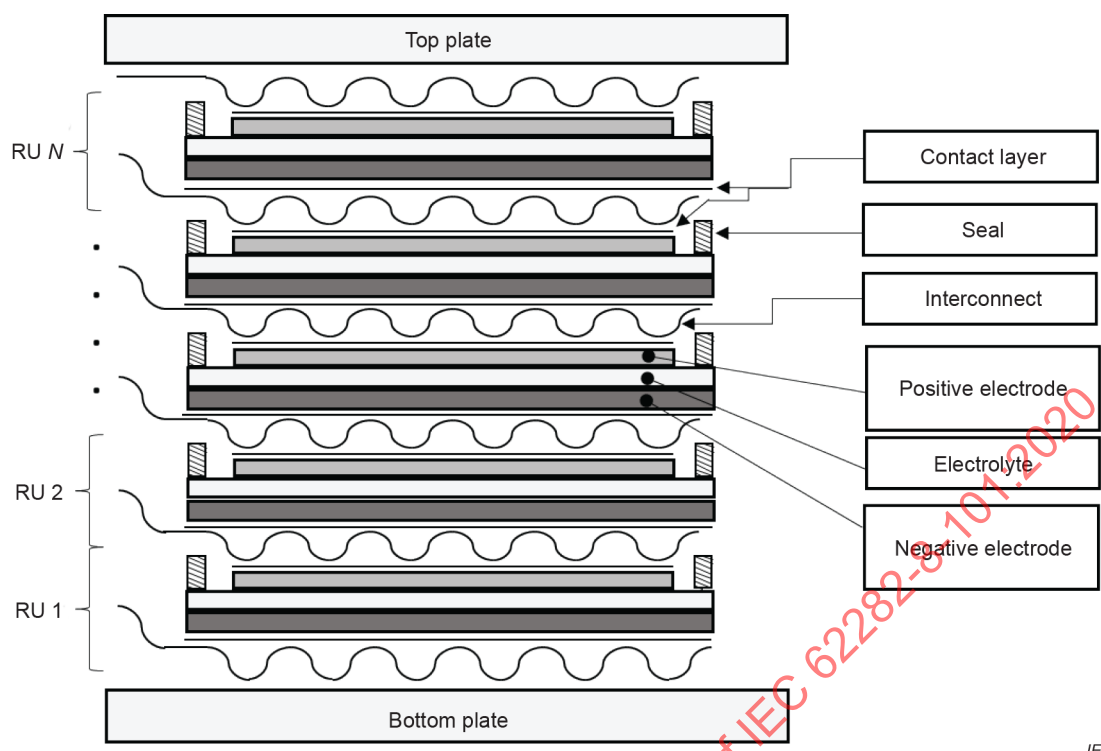


Figure 2 – Schematic representation of a planar-geometry SOC stack test object with N RU including supporting structure (top and bottom plates)

5.4 Experimental set-up

5.4.1 General

Figure 3 shows a schematic representation of a test environment which consists of the SOC cell/stack assembly unit (test object) and the corresponding test and control equipment, divided into different subsystems. All equipment is considered mandatory in Figure 3. In the case of pressurized operation, the equipment in dashed lines is required in addition. The test object is exposed to test inputs or operational conditions and delivers test outputs or object test results.

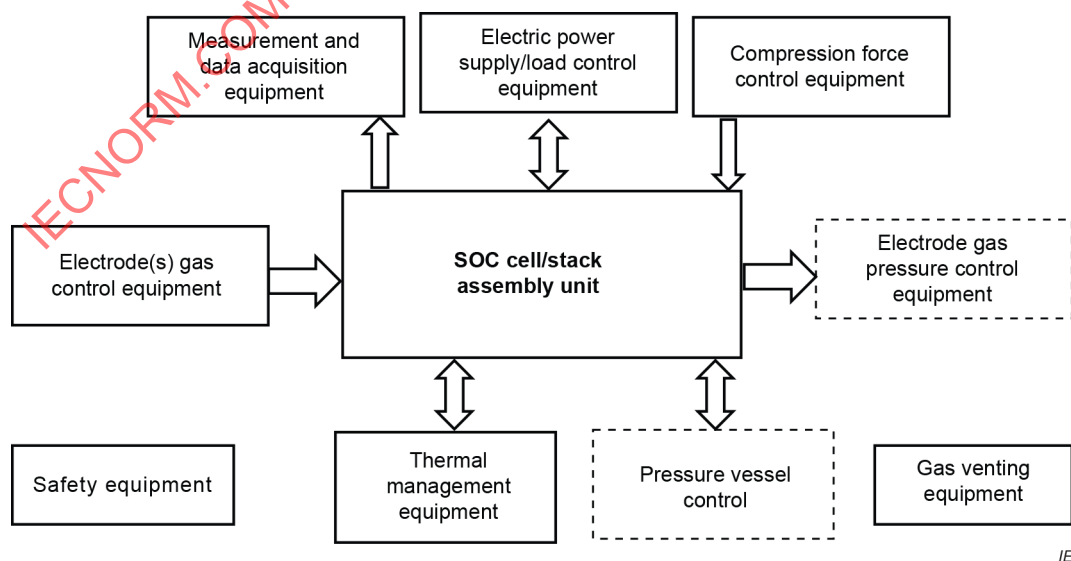


Figure 3 – Schematic representation of a test environment for a SOC cell/stack assembly unit

The equipment can be classified according to the physical properties controlled, which are of media, electrical, thermal, mechanical and data type. Especially for high temperature solid oxide systems, the temperature control equipment and the gas control equipment (flow rate, pressure) play an important role for the test output results. Moreover, the complexity of the test environment is significantly increased when the operation mode is changed from steady state operation to dynamic operating conditions.

5.4.2 Electrode gas control equipment

The electrode gas control equipment controls the flow rate, composition, and temperature of reactant gas supplied to the cell/stack assembly unit. If the gas composition is to be maintained throughout the piping, then attention shall be paid to the materials, temperature, inner diameter and length of the piping. Where necessary, the piping shall be heated and/or thermally insulated in order to prevent condensation of water vapour.

5.4.3 Thermal management equipment

The thermal management equipment controls at least the electric furnace and, usually indirectly, additional temperature control can be carried out on reactant gas preheating. Its objective is to set the unit temperature at the operating temperature. The electric furnace shall be selected to maintain the temperature distribution within the specified tolerance level. Efforts shall be made to minimize the electrical noise that the electric furnace generates while providing heat. It is assumed that all the test systems will use an electric furnace for simplicity and safety reasons.

5.4.4 Electric power supply/load control equipment

The electric power supply/demand control equipment subsystem controls the output/input current or output/input voltage of the cell/stack assembly unit.

5.4.5 Measurement and data acquisition equipment

The measurement and data acquisition equipment acquires and records the cell/stack assembly unit temperature, current, voltage, electrode gas flow rate, reactant gas composition, electrode gas temperature and pressure, and optionally environmental conditions (ambient temperature, relative humidity and atmospheric pressure) by the specified methods. If necessary, it also acquires and records the compression force applied to the cell/stack assembly unit, impedance data etc., by the specified method. The gas composition shall be recorded, but does not have to be measured in real time.

5.4.6 Safety equipment

The safety equipment shall consist of detectors, actuators and an alarm system for alerting malfunctioning of the test system based on predefined parameters and criteria. If it detects a serious fault, then it shall automatically establish a safe state in the test system. The electrode compartments should be purged with an inert gas, such as nitrogen which, in the negative electrode compartment, could also contain hydrogen below the lower flammability limit, to avoid oxidation of the negative electrode.

5.4.7 Compression force control equipment

The optional, compression force control equipment regulates the compression force that is applied to increase the contact among components and to obtain gas-tightness in the cell/stack assembly unit. The equipment shall be strong enough to apply the required compression force under the test condition and to maintain the load for long term operation.

5.4.8 Pressure control equipment

The optional, gas pressure control equipment for electrode gases regulates the pressure of these gases by the use of a backpressure control valve, etc.

If the SOC cell/stack assembly unit is operated at an elevated pressure, adequate control equipment controls the pressure in the pressurized vessel.

5.5 Interface between test object and experimental set-up

Figure 4 and Figure 5 show the physical interfaces between the SOC cell/stack test object and the experimental set-up (for explanatory purposes, planar geometry is shown, but the principle applies to tubular geometries as well). The physical interfaces between the experimental set-up (test station) and the SOC cell/stack test object can be separated in media, electric, heat and mechanic interfaces. Media interfaces are the reactants inlet and outlet; electric interfaces are the load and power supply and voltage wiring; heat interface is the furnace and the mechanic interface is to mount the cell/stack on the test station which may supply compression force to the cell/stack. These interfaces will be defined by different physical parameters. Depending on the test objective these physical parameters can be either of input nature (test input parameter, or TIP) or of output nature (test output parameter, or TOP).

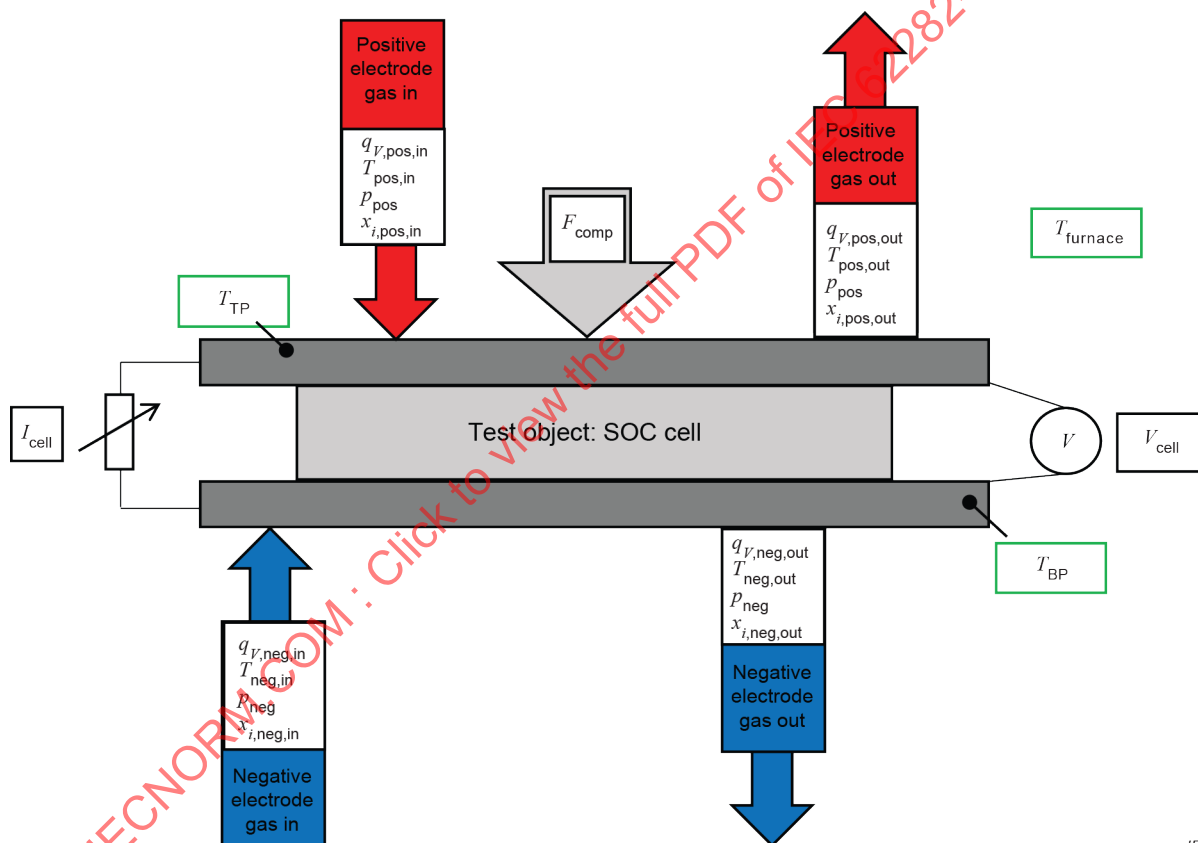
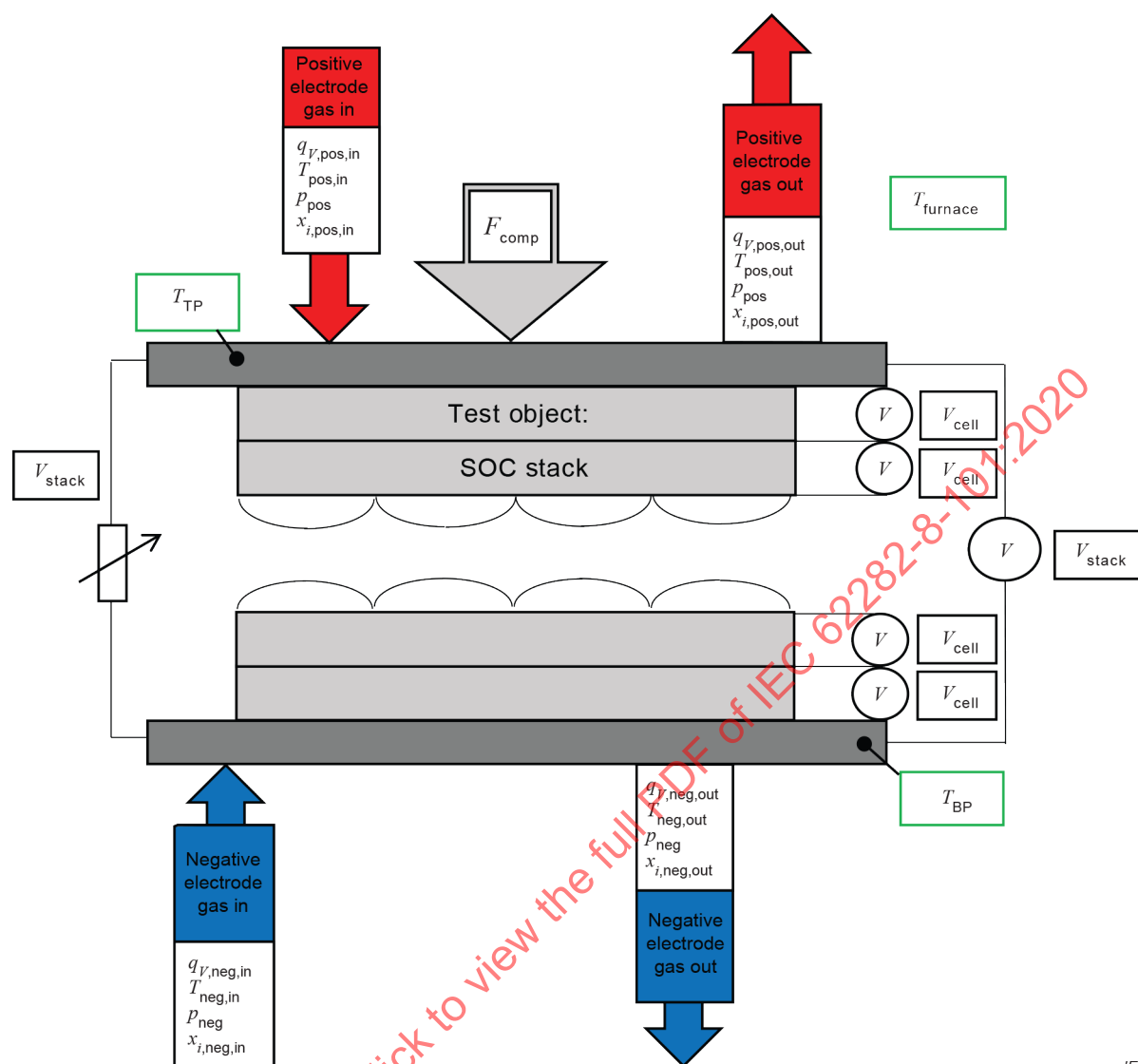


Figure 4 – Test environment with interfaces between SOC cell and experimental set-up



IEC

Figure 5 – Test environment with interfaces between SOC stack and experimental set-up

5.6 Parameter control and measurement

For the fluids at cell/stack inlet and/or outlet the relevant parameters are:

- Temperature, $T_{neg,in}$, $T_{pos,in}$, $T_{neg,out}$ and $T_{pos,out}$
- Volumetric flow, $q_{V,neg,in}$, $q_{V,pos,in}$, $q_{V,neg,out}$, $q_{V,pos,out}$
- Pressure, $p_{neg,in}$, $p_{pos,in}$, $p_{neg,out}$ and $p_{pos,out}$
- Molar fraction of component i , $x_{i,neg,in}$, $x_{i,pos,in}$, $x_{i,neg,out}$ and $x_{i,pos,out}$

The electric interface parameters are:

- Cell/stack current (a common synonym is stack load), I
- Stack voltage, V_{stack}
- Voltage of cell or the individual repeating units, V_{cell} or $V_{RU,i}$

As regards the current, if necessary, for example when operating in reversible mode, by convention, the current is taken to be negative in electrolysis mode, and positive in fuel cell mode.

The thermal interface parameters are:

- Furnace temperature, T_{furnace}
- Stack top plate temperature, T_{TP}
- Stack bottom plate temperature, T_{BP}
- Any other temperature measurement points aimed to quantify cell/stack temperature $T_{\text{cell/stack}}$ or $T_{\text{stack,intern}}$

The mechanical interface parameter is:

- Cell or stack compression force, F_{comp}

5.7 Measurement uncertainty of TIPs and TOPs

The process of determining the uncertainty of TIPs and TOPs measurement is an extensive process beyond the scope of this document. Details can be found in ISO/IEC Guide 98-3.

5.8 Mounting of the test object into the experimental set-up

When mounting the test object into the test system some test-related factors shall be considered in addition to the general safety precautions of the test system.

When testing a single solid oxide cell, the cell is mounted within a cell housing system, which provides gas connections and possible sensory connections similar to a stack assembly. When mounting a cell within a cell housing, some general considerations have to be made to ensure that the influence of the test set-up on the results is minimized:

- electrical contact to both the negative and positive electrodes has to be ensured; this is done by ensuring actual mechanical contact of the cell to the contact components, and by having sufficient contact points to avoid current restrictions.
- the cell has to be sufficiently leak-tight to avoid significant mixing of the test gases with other gases, before and after passing the negative or positive electrodes.
- the impact of potential contaminants (sulphur, phosphorous, halides, etc.) from components used in the cell housing shall be limited.
- mechanical stresses transferred to the tested cell from the cell housing components have to be avoided, to prevent any potential cracking of the cell during testing.
- furthermore, flow fields at the electrodes have to distribute the gas evenly, and without a potential turbulent flow, to avoid gas starvation and mass transport limitations at the electrodes.

When the above mentioned considerations are adequately taken care of, the cell test fixture can be handled similar to a stack assembly.

When the cell/stack assembly has to be mounted in the test set-up, it has to be securely positioned, to avoid accidental movement during testing. Electrical connections have to be properly done and gas connections securely tightened, while sharp bends of the gas tubes shall be avoided. Furthermore, the gases fed into the cell test system have to be preheated to the ambient furnace temperature, to avoid a significant temperature difference at the gas inlet. Any additional weight on the cell test fixture/stack assembly has to be levelled off to avoid uneven weight distribution.

5.9 Stability criteria

To evaluate the influence of operating conditions on the cell/stack performance, a certain degree of stability of both TIPs and TOPs is required. One simple option to evaluate stability is to record a parameter with a desired sampling rate for a desired sampling duration. The parameter is considered stable if the maximum variation (difference between the maximum value and the minimum value recorded) does not exceed a pre-defined threshold value.

Nevertheless, the following stability criteria can be taken as recommendations and can be adapted according to the test object, test system and test objective. The judgement criteria for a stable state shall be determined through preliminary testing and shall be described in the test report.

NOTE The voltage stability criterion in SOEC mode is less strict, since it is difficult to maintain stable steam supply at laboratory scale.

Table 2 – Stability criteria for TIPs and TOPs as a reference

Parameter	Sampling rate	Sampling duration	Variation threshold
$V_{\text{cell}}, V_{\text{RU},i}$	1 Hz	3 min	±5 mV (SOFC mode) ±10 mV (SOEC mode)
J	1 Hz	3 min	±5 mA/cm ² (or 1 % of rated current density)
T	1 Hz	3 min	±3 K
$q_{V,\text{neg/pos,in/out}}$	1 Hz	3 min	±3 % full scale
$p_{\text{neg/pos,in/out}}$	1 Hz	3 min	±3 % full scale
x_i	1 Hz	3 min	±0,02 mol/mol for each gas component
$x_{\text{H}_2\text{O}}$	1 Hz	3 min	±0,05 mol/mol for steam

6 Measurement instruments and methods

6.1 General

Measuring instruments shall meet the requirement of 6.2 as a minimum: the flow rate and composition of the electrode gases, cell/stack assembly unit temperature, voltage and current shall be measured. Additional measurements shall be taken based on the test parameters and/or test conditions.

6.2 Instrument uncertainty

The measuring parameters listed in Table 3 shall be recorded and stored with a sampling rate fast enough to ensure that all relevant changes in the parameters are recorded for later data analyses. The sampling rate frequency is recommended to be 1 Hz or higher.

The expanded uncertainty of each measuring instrument (coverage factor $k = 2$) at the time of calibration or that estimated from the class of instrument shall be as specified in Table 3.

NOTE The stated values for instrument uncertainty are derived from the European pre-normative research project SOCTESQA (see Bibliography).

Table 3 – Instrument uncertainty for each quantity to be measured

Symbol	Quantity	Instrument uncertainty
I	Current	± 1 % relative to rated
V	Voltage	$\pm 0,5$ % relative to OCV
T	Temperature	$\pm 2,5$ K or 0,75 % of reading
$q_{V,neg,pos,in/out}$	Volumetric flow rate at STP	± 2 % of rated
x_i	Molar fraction	$\pm 0,02$ mol/mol
x_{O_2}	Oxygen molar fraction	$\pm 0,003$ mol/mol relative to O_2 concentration (balance in N_2)
$p_{neg,pos,in/out}$	Pressure	± 1 % of reading

Each measuring instrument shall be checked for its last calibration, the uncertainty under the calibration conditions, or estimated from the class of the instrument, and its dependency on the environmental conditions in order to estimate the uncertainty of the instrument.

6.3 Recommended measurement instruments and methods

6.3.1 Electrode inlet gas flow rate measurement

The gas flow rate at the positive and negative electrode inlets shall be measured using mass flow meters, volumetric flow meters or turbine-type flow meters. The flow meter shall be selected in consideration of the expected range of flow rates and the allowable uncertainty, and of the species in the supplied gas. The flow rates shall be converted to volumetric flow rate at STP. The flow meter shall be selected considering the expected range of flow rates and the allowable uncertainty of the flow meter. Uncertainty shall be evaluated in accordance with ISO 5168 or ISO 7066-2.

6.3.2 Electrode gas composition measurement

Depending on whether the objective is to measure inlet or outlet composition, the electrode gas composition shall be sampled near the electrode gas supply or exit port, respectively, of the cell/stack assembly unit and analysed using an infrared spectroscopy, mass spectrometer, gas chromatograph or similar device. At the positive electrode specifically, oxidant concentration can be measured using an oxidant concentration meter.

The gas sample shall be transported from its origin to the point of analysis in a manner which minimizes changes in composition. Thus, the material temperature, diameter and the length of the tubing shall be carefully chosen to minimize the compositional change in the sampling tubing. When it is necessary to measure humidity, a dew point meter, water content meter, or gas chromatograph shall be used, while controlling gas temperature to prevent condensation of water vapour. On the other hand, if water vapour may negatively affect measurement, remove water from the gas sample or dilute the gas sample with argon or similar inert gas.

The result of the analysis for gas component i shall be normalized to obtain a normalized concentration of component i , using the following equation:

$$x_i = \frac{c_i}{\sum_i c_i} \quad (1)$$

where

x_i is the molar fraction of component i (mol/mol);

c_i is the concentration (result of the analysis) of gas component i (mol/m³);

$\sum_i c_i$ is the sum of concentrations of all component gases in the analysis.

Considering that the ideal gas law applies for the operating conditions commonly encountered in SOC, the gas analyzer shall be calibrated using a standard gas of known mass ratio.

The measurement uncertainty shall be evaluated in accordance with ISO 6974 (all parts), ISO 6141, ISO 6142-1 or ISO 6143.

The electrode gas composition shall be measured when the performance of the cell/stack assembly unit is measured. If this is not possible, however, the electrode gas composition shall be measured during the preparation of the performance test under the same conditions as those of the cell/stack performance test.

When negative electrode gas is supplied in one of the following methods and if the gas supply line has no reactors (such as a reformer for example) and it is confirmed that insignificant changes in gas composition occur, composition may be calculated based on the composition table published by the gas supplier and values obtained from each flow meter, in accordance with ISO 6145-7:

- a) if a single-constituent gas such as hydrogen is supplied;
- b) if a mixed gas of known composition is supplied;
- c) if electrode gas is supplied by mixing gases in a controlled manner using multiple flow meters;
- d) if gases under b) and c) above are supplied in combination.

6.3.3 Electrode gas temperature measurement

Gas temperature shall be measured at the inlet and outlet of the cell/stack by using thermocouples placed in the gas stream line near the electrode gas supply/exit port of the cell/stack assembly unit by using thermocouples or sheathed thermocouples, and an extension leadwire of the type and class in accordance with IEC 61515, IEC 60584-1, or IEC 60584-3. When there is a reactor in the reactant supply line, such as a reformer, gas temperature at the exit of the reactor shall also be measured. If it is difficult to measure the gas temperature during the cell performance test, the electrode gas temperature shall be measured during the preparation of the performance test under the same conditions as those of the performance test.

6.3.4 Electrode gas pressure measurement

Electrode gas pressure shall be measured upstream of the gas supply port of the cell/stack assembly unit by using a pressure sensor, manometer, Bourdon tube, or similar instrument. The measuring instrument shall be located in such a manner that the uncertainty is minimized in consideration of any pressure loss within the piping, of piping temperature, and other factors. Condensation of water vapour shall be prevented during measurement. A good example may be to measure the pressure by injecting a very small amount of dry nitrogen gas or similar into the pipe close to the measuring instrument.

6.3.5 Electrode exhaust gas flow rate measurement

The electrode product gas flow rate shall be measured using a mass flow meter, volumetric flow meter or turbine-type flow meter after cooling the gas and – specifically for the negative electrode flow – implementing a means to prevent water condensation from affecting the stability of gas flow or after removing water from the gas flow. Alternatively, the product gas flow rate may be calculated from the constituent concentrations of the exhaust gas, tracer concentration, and tracer flow rate by precisely adding a minute amount of a gas that is not contained in the product gas as tracer. The gas analyser shall be calibrated using a standard gas of known mass ratio. The measurement uncertainty shall be evaluated in accordance with ISO 6974 (all parts), ISO 6141, ISO 6142-1, or ISO 6143.

The negative electrode exhaust gas shall be handled with caution for safety and the environment since it may still contain significant amounts of hydrogen, and other hazardous gases.

The flow rates shall be converted to volumetric flow rate at STP. The flow meter shall be selected considering the expected range of flow rates and the allowable uncertainty of the instrument. The uncertainty of the instrument shall be evaluated in accordance with ISO 6974 (all parts), ISO 6141, ISO 6142-1, ISO 6143, or ISO 6145-7.

6.3.6 Cell/stack assembly unit voltage measurement

A voltage meter shall be connected to the voltage measuring points described in Clause 5. The voltage thus measured shall be deemed to be the voltage of the cell/stack assembly unit. In the case of a series connection of repeating units (RUs), this voltage corresponds to the sum of the voltages of all RUs in the stack. The connecting cable shall be durable enough for the test conditions. Attention should be paid to the thermal electromotive force at the connection.

Voltage probes shall be placed as close as possible to the cell/stack terminals to prevent the measure from being affected by losses on the cables. Voltage losses can be relevant at high temperature.

6.3.7 Cell/stack assembly unit current measurement

A galvanostat or electric load connected to the current drawing points, as described in Clause 5, and/or a current sensor, such as a shunt resistor, located within the current circuit shall be used to measure the current by sending its output to a measuring/recording instrument. The connecting cable shall be selected for appropriate materials and geometry considering the test conditions and possible voltage drop within the cable.

Electric current shall be measured directly by the electrical load in fuel cell mode or by the power supply in electrolysis mode. Current can also be measured by using a shunt resistor on the power cables.

6.3.8 Cell/stack assembly unit temperature measurement

A thermocouple or sheathed thermocouple, and an extension leadwire of the type and class that are appropriate shall be selected in accordance with IEC 61515, IEC 60584-1, or IEC 60584-3. They shall be placed at the temperature measuring point as described in Clause 5 and connected with a recorder or similar for measurement. When there is more than one temperature measuring point, the unit temperature and its distribution shall be obtained by the calculation method recommended by the manufacturer.

6.3.9 Compression force measurement

A compression force applied as recommended by the manufacturer shall be measured.

6.3.10 Total impedance measurement

The overall impedance of the cell/stack assembly unit shall be measured by either the electrochemical impedance spectroscopy (EIS) or the current interruption method. An appropriate measuring line shall be used in order to ensure high-quality data over the entire frequency range investigated. Care should be taken in the set-up and execution of the measurement to minimize stray capacitance and/or inductances of the measured impedance not originating in the cell/stack unit assembly.

NOTE For guidelines for the EIS method, see 7.6. For guidelines for the current interruption method, see IEC TS 62282-7-2:2014.

6.3.11 Ambient condition measurement

The ambient temperature, pressure, and relative humidity of the laboratory environment may be measured during testing. Sampling interval shall be the value specified in ISO 8756 or less.

6.4 Test conditions and manufacturer recommendations

6.4.1 Start-up and shut-down conditions

The start-up conditions, such as heating rate and test environment conditions during the heating ramp, the condition of the negative electrode (that is, for example, the extent of reduction of the nickel oxide to nickel), and the shut-down conditions, such as cooling rate and test environment conditions during the cooling ramp, shall be based on those recommended by the manufacturer or the results of preliminary tests.

6.4.2 Range of test conditions

The test conditions and the typical test ranges that are recommended by the cell/stack assembly unit manufacturer shall be reviewed in the following parameters in order to determine the test conditions and ranges:

- a) cell/stack assembly unit temperature;
- b) allowable cell/stack assembly unit temperature distribution (if multiple measuring points);
- c) negative electrode gas flow rate;
- d) negative electrode gas composition;
- e) negative electrode gas pressure;
- f) negative electrode gas temperature;
- g) positive electrode gas flow rate;
- h) positive electrode gas composition;
- i) positive electrode gas pressure;
- j) positive electrode gas temperature;
- k) effective reactant utilization at the negative electrode (also called fuel utilization in fuel cell mode, or steam conversion in electrolysis mode);
- l) effective oxygen utilization;
- m) current or current density;
- n) minimum/maximum cell/stack assembly unit voltage;
- o) compression force.

Within these ranges of test conditions, a reference condition shall be defined which acts as a baseline for the assessment of test results.

6.4.3 Stabilization, initialization conditions and stable state

After start-up, the manufacturer may recommend a period of stabilization, or initialization before the cell/stack assembly unit is ready for characterization. Alternatively, this can be based on preliminary tests, to ensure that the output drift at the time of measurement – due to on-going stabilization or initialization of the cell/stack assembly unit – is insignificant.

Once the cell/stack assembly unit is initialized, the tolerance level shall be determined as variation of the output current or output voltage of the cell/stack assembly unit, and the resulting acceptance criteria for stable state shall be defined.

6.4.4 Dwell time, equilibration time, acquisition time

During a test, the operating conditions are held constant for a specific time t_{dwell} (see Figure A.2), where t_{dwell} comprises the period of equilibration time (t_{eq}) and of data acquisition time (t_{acq}). The equilibration times starts with t_{dwell} and ends with the starting of t_{acq} , as illustrated in Figure A.2, which is when the readings meet the stability requirements as in 5.9.

6.5 Data acquisition method

Preliminary tests shall be conducted while taking into consideration the variation of each test parameter and the sampling rate of each measuring instrument, amongst other things, to determine the sampling interval and the number of samplings and measurements. The sampling interval (e.g. 1 s) shall be short enough to observe the variation for a single measurement parameter with sufficient time resolution. The number of samplings and repetitions for a single measurement shall be decided so that the total measurement period becomes sufficiently longer than the dominant variation cycle of each test parameter.

7 Test procedures and computation of results

7.1 General

Due to the intrinsic functionality of a solid oxide cell (SOC), the following test procedures may address different operation modes: fuel cell mode (SOFC), electrolysis mode (SOEC) and reversible or regenerative mode (Re-SOC). Each of these cases will investigate performance and durability, and can be tailored to fit a specific test objective, reflecting for example a typical application, such as wind power peak shaving or others. In the frame of this document, the objective is to align the following test procedures as much as possible with the requirements of systems for power storage and buffering (see IEC 62282-8-201). Test procedures already described in IEC TS 62282-7-2 and that are directly applicable to SOCs operated in fuel cell or reversible mode are not repeated in this document.

For all the following tests, it is recommended that a benchmark test is carried out at reference conditions (see 6.4.2).

NOTE More details on the following tests are provided in Annex A.

7.2 Current-voltage characteristics test

7.2.1 Objective of this test

The objective of this test is to characterize the response of a SOC while operating at different current densities either in fuel cell mode, in electrolysis mode or in reversible mode. The test aims to measure the voltage of the SOC as a function of the current density (current-voltage characteristics or J - V curve) either at constant flow or at constant reactant utilization. From the J - V curve resulting from this test and the active surface area, the area-specific resistance (ASR) can be computed.

7.2.2 Test method

The main action of the test is to determine the cell/stack assembly unit voltage at specified settings of current. The duration of the test depends on the measurement method (number of steps, current increasing/decreasing rate) and whether a specified current or voltage is obtained. The unit shall be operated until the stable state is reached under open-circuit conditions, after which the current-voltage characteristics can be measured.

The test shall be carried out by changing the current stepwise, and recording the cell/stack assembly unit voltage. Measurements shall be taken when the cell/stack assembly unit reaches the stable state in each step, and at each step measurements are taken over the duration of time at the sampling intervals as specified in 5.9.

Alternatively, the voltage can be controlled and the current recorded (in which case the open circuit voltage shall be recorded, since it cannot be controlled). In both cases, instead of stepwise measurements, a sweep of the controlling parameter can be carried out at a constant speed. When a sweep is used, the sweep speed shall be determined such that the maximum width of the recorded parameter's hysteresis does not exceed the parameter variation in the stable state.

7.2.3 Data post-processing

The raw data post processing consists in calculating the average of the measured values from the data sampled during the respective acquisition time of each step (t_{acq}). The calculated averages of voltage and current at each step constitute the current-voltage characteristics of the cell/stack assembly unit.

Furthermore, the following results shall be computed and presented.

The electric power P_{el} and/or the power density P_{d} will be calculated, according to Annex C.

The area-specific resistance, R_{ASR} , is defined by the slope of the current-voltage characteristic curve (dV/dJ) at a specified SOC voltage or current density, depending on the test objective and test conditions. It is determined by linear regression of at least three data points around the target voltage or current density value, obtained during the current density ascending part of the curve. It is recommended that the selected voltage or current density values should lie within the apparent linear regime of the polarization curve. If they do not, then the selected voltage values should lie in a very small window (typically less than 10 mV) for which the voltage response to the current density change may be considered as linear.

In electrolysis mode, large uncertainty can arise due to fluctuation of voltages (in galvanostatic mode) due to the difficulty of maintaining sufficiently stable steam supply in small-scale systems. See Table 2 for acceptable fluctuations.

NOTE 1 This definition of ASR includes the change of potential due to the electrochemical reaction.

The ASR shall be reported along with the voltage and current density values that were used for the calculation and the polarization curve diagram.

The results shall be plotted as SOC voltage, power density and SOC temperature(s) against current density. In addition, reactant utilization, and/or exhaust gas evolution may be plotted. In general, the reported plots shall be representative of the targeted application/test objective.

All relevant test input parameters (TIPs), test output parameters (TOPs) and derived quantities for this test are provided in Clause A.3.

7.3 Effective reactant utilization test

7.3.1 Objective of this test

The objective of this test is to characterize the influence of the reactant utilization on the performance of a SOC cell/stack assembly unit either in fuel cell mode, in electrolysis mode or in reversible mode. The parameters governing the reactant utilization are the current generated (fuel cell) or consumed (electrolysis) by the cell/stack, the fuel/oxidant stream composition and the flow rate of the latter. As an example, in fuel cell mode the reactants are hydrogen (negative electrode) and oxygen (positive electrode) while the product is steam (negative electrode). In electrolysis mode the reactant is steam (negative electrode) and the products are hydrogen (negative electrode) and oxygen (positive electrode).

7.3.2 Test method

The main action of the test is to determine the cell/stack assembly unit voltage at specified settings of reactant utilization. The duration of the test depends on the number of measurement steps and whether a specified voltage is obtained. The unit shall be operated until the stable state is reached under operating conditions specified by the manufacturer (reference condition), after which the flow rate of the targeted electrode is changed to evaluate the voltage response, keeping the current load constant.

In order to evaluate the effect of the flow rate of the (negative or positive) electrode gas stream at the cell/stack inlet, the molar fraction of the reactant shall be kept constant. Hence, in the case of the negative electrode for example, the gas composition shall be kept constant, i.e. the molar composition shall be kept constant. Measurements shall be taken when the cell/stack assembly unit reaches the stable state in each step, and at each step measurements are taken over the duration of time at the sampling intervals as specified in 5.9.

In order to avoid reactant starvation, the reactant flow has to be increased prior to an increase of the current density while the current density has to be decreased prior to reactant flow reduction. Thereby the test stand dynamics have to be taken into consideration, especially if large dead volumes (e.g. long pipes, vessels in series) are present in the test system.

When operating in fuel cell mode, a modification of the reactant utilization in one electrode when varying the current density implies the modification of reactant utilization in the opposite electrode if the volumetric flow and molar fractions of the latter remain unaltered. Therefore, if throughout a part of the test a particular reactant utilization shall remain constant, for instance the positive reactant utilization ($U_{\text{gas,pos}}$), the individual flow rates of the components of the positive electrode gas stream ($q_{V,i,\text{pos,in}}$) taking part in the reaction need to be modified accordingly. It is essential to not alter significantly the volumetric flow as this can induce significant alterations in the operating conditions as this parameter has a strong influence on the thermal and fluid dynamics of the system.

Finally, it is recommended that the test campaign begin with the most benign operating conditions (low utilization) and shift towards harsher conditions (high utilization).

7.3.3 Data post-processing

The raw data post processing consists in calculating the average of the response values from all data sampled during acquisition time of each step (t_{acq}). Furthermore, the following results shall be computed and presented.

The electric power P_{el} and/or the power density P_{d} will be calculated, and reported together with the utilization values calculated according to Annex C.

All relevant test input parameters (TIPs), test output parameters (TOPs) and derived quantities for this test are provided in Clause A.4.

7.4 Durability test

7.4.1 Objective of this test

The objective of this test is to characterize the response of a SOC under constant current (i.e. galvanostatic conditions) or constant voltage (i.e. potentiostatic conditions) either as a fuel cell or as an electrolyser, or in reversible mode. The test aims to measure the long-term endurance of the cell/stack assembly at a given operating condition. Under constant current, from the voltage profile over time resulting from this test the degradation rate can be computed. Under constant voltage, from the current profile over time resulting from this test the degradation rate can be computed.

7.4.2 Test method

The main action of the test is to record the evolution of the cell/stack assembly unit voltage (under constant current operation) or current (under constant voltage operation) in steady-state operation, at constant operating conditions, for either conditioning/standby treatment or long-term endurance tests. Particular attention should be paid to the stability of the operating conditions (temperature, pressure, gas flows and current density) when constant. Also noise on the voltage or current measurement needs to be below a threshold of 1 % of the voltage or current signal to allow degradation rate determination during long-term operation.

Durability tests shall be long enough (at least above 500 h, preferably above 1 000 h) to allow a valid computation of the degradation rate expressed in %/kh.

For significantly long operation times under constant current, it is recommended to carry out current-voltage characteristics tests (7.2) and/or separation of resistance components tests (see 7.6) at regular intervals to monitor the evolution of the ASR.

7.4.3 Data post-processing

A graph presenting the evolution of the cell/stack assembly voltages (V_{stack} , V_{cell} and $V_{\text{RU},i}$) in galvanostatic mode or current (I_{stack} , I_{cell} or I_{RU}) in potentiostatic mode as a function of time shall be reported. It is highly recommended to also provide a graph with the time-evolution of the unit temperatures ($T_{\text{cell/stack}}$).

For a long-term endurance test, the degradation rate is reported as the change in area-specific resistance (ΔR_{ASR}), power density (ΔP_d) and voltage (ΔV_{cell} , ΔV_{stack} and $\Delta V_{\text{RU},i}$) or current (ΔI_{cell} , ΔI_{stack} and ΔI_{RU}) over a given duration (Δt) which has to be clearly mentioned. For instance, the first hundred hours are generally disregarded because the cell/stack assembly unit goes through a stabilization phase. Degradation rates are expressed in $\text{m}\Omega \cdot \text{cm}^2$, mW/cm^2 and mV per kh (μV per h) respectively and additionally can be expressed in % of the initial value (per kh or h) for each of the parameters. It is necessary to provide at least those three mutually dependent representations of degradation in order to give a comprehensive representation of the cell/stack assembly unit durability.

The degradation rate can be used to measure both recoverable and permanent losses in cell/stack performance. Depending on the operating mode, the degradation rate can be expressed by the rate of evolution of any quantity of interest, which serves as an indicator of cell/stack performance, for instance electric current, fuel production rate, voltage, electrical power or area-specific resistance. It is recommended to use always a sign before the number to indicate univocally the variation direction of the quantity. A positive sign means that the quantity is increasing with time and a negative sign means that the quantity is decreasing with time. Usually the degradation rate of a cell/stack is a function of time. Therefore, the time frame under which degradation rate is evaluated shall always be indicated.

All relevant test input parameters (TIPs), test output parameters (TOPs) and derived quantities for this test are provided in Clause A.5.

7.5 Temperature sensitivity test

7.5.1 Objective of this test

The objective of this test is to investigate the influence of operating temperature on the cell/stack performance. The parameters that have a predominant role in this test are: furnace temperature, reactant preheating temperatures, current and, optionally, the flow rate of the positive electrode gas stream at the cell/stack inlet. The latter is often used in real-life systems for the thermal management of the stack. To have a complete assessment of the cell/stack assembly unit response, it is recommended to carry out the current-voltage characteristics test (7.2) at the different operating temperatures.

7.5.2 Test method

The main action of the test is to record the cell/stack assembly unit voltage in steady-state operation, at specific conditions, as a function of different unit operating temperature levels. It is recommended to measure the cell/stack temperature at a fixed location which shall be as close as possible to the geometric centre of the cell/stack. Since usually it will not be possible to place a thermocouple (or similar temperature sensor) in the core of a stack, it is suggested to measure the temperature in direct contact with the centre of the end plate(s) of the cell/stack assembly. If direct measurement of the cell/stack temperature is not possible, the oxidant outlet temperature shall be taken as reference, measured as close as possible to the cell/stack outlet.

The stability of the cell/stack temperature during the measurement has to be ensured. Minor temperature variations are acceptable as long as the cell/stack voltage is not notably affected. Since the objective of the test is to determine the influence of cell/stack temperature on performance, changes in the cell/stack temperature caused by electric power variation have to be taken into consideration. In electrolysis mode, this determines the change from a net heat deficit to a net heat surplus of the SOC cell/stack assembly unit (which takes place at the theoretical value of the so-called thermoneutral voltage).

7.5.3 Data post-processing

The raw data post processing consists in calculating the average of the response values from all data sampled during the acquisition time of each step (t_{acq}).

Attending to the difficulties of measuring the temperature in the middle of the stack, a mean stack temperature can be approximated by calculating the average temperature between the top and bottom plates, for example the arithmetic average of the top and bottom plate temperatures:

$$T_{stack,av} = \frac{T_{TP} + T_{BP}}{2} \quad (2)$$

where

$T_{stack,av}$ is the average cell/stack assembly unit temperature;

T_{TP} is the top plate temperature;

T_{BP} is the bottom plate temperature.

or the arithmetic average of all temperatures around the cell/stack assembly unit, for example including those of top and bottom plates, inlet and outlet gases at the negative and positive electrode:

$$T_{stack,av} = \frac{T_{TP} + T_{BP} + T_{neg,in} + T_{neg,out} + T_{pos,in} + T_{pos,out}}{6} \quad (3)$$

where

$T_{neg,in}$ is the temperature of negative electrode gas stream at cell/stack inlet;

$T_{neg,out}$ is the temperature of negative electrode gas stream at cell/stack outlet;

$T_{pos,in}$ is the temperature of positive electrode gas stream at cell/stack inlet;

$T_{pos,out}$ is the temperature of positive electrode gas stream at cell/stack outlet.

The main recorded data – temperatures, voltage and current (optionally the positive electrode reactant flow rate) – shall be reported and shall be represented in one single graph as a function of time.

All relevant test input parameters (TIPs), test output parameters (TOPs) and derived quantities for this test are provided in Clause A.6.

7.6 Separation of resistance components test via electrochemical impedance spectroscopy

7.6.1 Objective of this test

The main objective of this test is to identify and evaluate ohmic and non-ohmic components of the total resistance of the cell/stack assembly unit. This test is already partly defined in IEC TS 62282-7-2:2014, 10.7, but in this document remarks on electrolysis operation are added. More details on the basic principles of EIS and interpretation of EIS spectra are given in Annex B.

7.6.2 Test method

The main action of the test is to determine the dynamic response of the cell/stack assembly unit to oscillating electric perturbations at the reference state, allowing to determine the ohmic resistance and the total polarization of the unit. This method is known as electrochemical impedance spectroscopy (EIS).

The following recommendations are given for this test method.

a) Direct current (DC)

EIS can be carried out at open-circuit voltage or under electric load. It is recommended to carry out measurements in direct current to understand the different processes occurring under load. For electrolysis measurements the external current shall be negative (see Clause 5.6). Therefore, a DC source is needed. In electrolysis mode, attention shall be paid to the fact that EIS measurements performed under direct current may require EIS equipment able to apply high DC values (several tens or even hundreds of A), or able to interact with DC loads applying said current.

b) Amplitude of excitation signal

The recommended perturbation amplitude for an AC signal is about 1 % to 3 % depending on the system noise. For example, an AC voltage excitation signal is 10 mV to 30 mV per cell, and an AC current excitation signal is 3 mA/cm² to 30 mA/cm² at a DC current density of 1 A/cm².

c) Sweep mode

It is recommended to start the measurements with high frequencies to get output quickly and see directly if the measurement is giving reasonable results. Afterwards sweep to lower frequencies.

d) Number of measuring points

Four to twenty points per decade of frequencies (to be distributed evenly as logarithms, if possible) are required; they shall be numerous enough to identify clearly the geometry of impedance plots. If possible, avoid the fundamental and harmonics of the electrical grid frequency.

e) Number of measuring periods

The measurement of the input signal is the average over more than one sine period. If the number of periods chosen is very high the measurement needs a lot of time. It is recommended to find a compromise between acceptable measuring time and precision (4 to 20 periods are feasible).

In electrolysis mode, special attention shall be paid to the noise of voltage signals caused by insufficient stability in steam supply, especially in small, low-power test environments. The operation parameters of the steam generator shall be optimized to reduce the noise resulting in the impedance measurement.

7.6.3 Data post-processing

For EIS measurement the directly achieved output parameters are the voltage (galvanostatic mode) or the current (potentiostatic mode). Both are sinusoidal signals. Moreover, the phase shift between the excitation signal and corresponding response signal is measured directly as an output parameter. It is possible to obtain an electrochemical impedance spectrum by calculation of the corresponding impedances (see Equation (B.2)). The most commonly employed method is to divide the total impedance into the imaginary part and the real part. State-of-the-art impedance analysers contain powerful software packages, which directly supply these derived values as output parameters. Therefore, these impedance values can also be treated as direct output parameters.

The electrochemical processes taking place in a fuel/electrolysis cell or stack repeating unit can be modelled as an equivalent electric circuit consisting of elements such as resistors, capacitors, constant phase elements. Individual processes taking place in the cell layers and/or the corresponding stack components may be assigned to these equivalent circuit elements. There are many different circuit models possible, as the scientific literature shows. Each element of the equivalent circuit represents a physicochemical or electrochemical process taking place in the cell/stack layer and is excited at a particular frequency (range).

After choosing a proper (Kramers-Kronig (KK) compliant, see A.7.4) equivalent electric circuit model, initial values may be assigned to the elements in the model. These values can be determined in different ways. The starting values for the model can be read out from the Nyquist or Bode plot. The initial values are provided as input to the simulation model. Using for example a complex nonlinear least squares (CNLS) algorithm, software can generate a curve (which is referred as a "FIT") for simulating the experimental result. At the end of the simulation, the values for the various resistors, capacitors and inductors are identified.

Results from impedance spectra fitting shall be analysed with caution. Firstly, they represent complicated electrochemical phenomena taking place inside the layers of the cell/stack unit, which have not been completely understood. Secondly, the spectra were observed to be very sensitive to measuring conditions especially temperature, current and gas composition. Thirdly, disturbances such as high frequency disturbance from measuring lines influence or handicap the measurement. Fourthly, fitting of the spectra to the model is not error free – the nature of the curve with the overlap between the different impedance arcs (i.e. the frequency overlap between different electrochemical processes) as well as human induced error can give different results even when a single curve is being fitted twice by the same person. Because of these reasons, it is sometimes more advisable to use the direct results from the EIS spectra to analyse the impedance changes in relation to the different cell/stack layers, to different operating conditions or as a function of time.

All relevant test input parameters (TIPs), test output parameters (TOPs) and derived quantities for this test are provided in Clause A.7.

7.7 Current cycling durability test

7.7.1 Objective of this test

The objective of this test is to evaluate the capability of a SOC cell/stack assembly unit to modulate its power according to application-specific load profiles, that can cover either fuel cell or electrolysis operation or both, for example in connection with peak shaving associated to fluctuating renewable electricity generation. The test aims to measure the response of the cell/stack assembly unit under quasi-dynamic operation, i.e. under varying current levels but in locally galvanostatic conditions (at a constant current for a given operating point).

7.7.2 Test method

The main action of the test is to record the evolution of the cell/stack assembly unit voltage at various current levels, that can cover both fuel cell operation (current generated), electrolysis operation (current stored into hydrogen) or reversible operation. A cycle can comprise several plateaus at different current values or continuous current ramps and can be repeated a number of times. The reactant utilization shall be kept constant throughout the test.

For the test, realistic currents, plateau durations and ramp rates for switching from one current to the other shall be defined, reflecting the target application selected for the test though also taking into account manufacturer recommendations.

For cycling tests comprising reversing operation, switching between fuel cell and electrolysis operation shall ensure suitable gas atmosphere at the electrodes at all times.

7.7.3 Data post-processing

A graph presenting the evolution of the cell/stack assembly voltages (V_{stack} , V_{cell} and $V_{\text{RU},i}$) as a function of time and the applied current load shall be reported. A graph with the time-evolution of the unit temperatures ($T_{\text{cell/stack}}$) shall be provided.

Detailed test guidelines and all relevant test input parameters (TIPs), test output parameters (TOPs) and derived quantities for this test are provided in Clause A.8.

7.8 Thermal cycling test

7.8.1 Objective

SOC assembly units, whether in fuel cell, electrolysis reversible or regenerative modes, are expected to bear thermal cycling during service, which implies sequential start-ups and shut-downs of varying periods, depending on the application. The objective of this test is to evaluate the stability of a SOC cell/stack assembly unit when thermally cycled. This test is carried out by cooling the cell/stack from the operating temperature ($T_{\text{cell/stack}}$), to a lower value T_{min} at a constant rate of temperature change during a number of cycles n . The dwell times at the operating and minimum temperatures respectively shall be defined beforehand.

7.8.2 Test method

Thermal cycling may lead to increasing leakage rates, therefore particular attention shall be paid to the measurement of gas-tightness. The main action of the test is to record the parameters related to SOC cell/stack assembly unit gas-tightness, like temperature, OCV and outlet flow rates. Also performance parameters like voltages at operating current shall be recorded, which allow the evaluation of the SOC cell/stack assembly unit thermal stability and the calculation of its degradation rates. It is recommended to record current-voltage characteristics (see 7.2) before and after a defined cycling programme. Particular attention shall be paid to the accuracy of the temperature read-outs and their rate of change in order to follow the thermal response of the system as closely as possible. The voltage has to be continuously measured, whether at open circuit or under current, in order to monitor SOC cell/stack assembly unit tightness during thermal cycling. The compression force on the cell/stack assembly shall be kept constant during thermal cycling to maintain reproducible parameters as regards electrical contact and gas-tightness. For safety reasons, when the cell/stack assembly is shut down, hydrogen composition on the negative electrode side has to be kept below 4 % to avoid the coming about of a potentially explosive atmosphere.

7.8.3 Data post-processing

Data post-processing consists in the analysis of the evolution of output parameters during the test. A graph presenting the evolution of the cell/stack assembly voltages (V_{stack} , V_{cell} and $V_{\text{RU},i}$) and the applied temperature variation as a function of time shall be reported. If a reference current is applied during operation at the operating cell/stack temperature, this shall also be plotted.

The cell/stack voltages V_{stack} , V_{cell} and/or $V_{\text{RU},i}$ at zero current load shall be recorded and indicated after each thermal cycle in order to determine possible degradation of the OCV as a result of the cycling periods. This gives an indication of the change of gas-tightness of the cell/stack assembly unit during thermal cycling.

All relevant test input parameters (TIPs), test output parameters (TOPs) and derived quantities for this test are provided in Clause A.9.

7.9 Pressurized test

7.9.1 Objective of this test

The objective of this test is to evaluate the capability of a SOC cell/stack assembly unit to operate in pressurized conditions, either in electrolysis mode, or in fuel cell mode, or in reversible mode. The test aims to measure the response of the cell/stack assembly unit under pressurized operation, i.e. under varying pressure from the atmospheric pressure up to a defined value (which can be several times the atmospheric pressure). To have a complete assessment of the cell/stack assembly unit response, it is recommended to carry out the current-voltage characteristics test (7.2) at the different operating pressures. Other measurements such as the durability test (7.4) also apply to this test mode.

7.9.2 Test method

The main action of this test is to pressurize the SOC cell/stack assembly unit for subsequent evaluation of its properties in electrolysis mode, in fuel cell mode or in reversible mode, according to procedures defined in all previous sub-clauses of Clause 7 (7.2 to 7.8). In most cases, the pressure is controlled by pressure valves.

If pressurized testing starts with electrolysis mode, pressurization of the SOC cell/stack assembly unit is performed at zero current, with gas composition defined at the negative and the positive electrode.

If pressurized test starts with fuel cell mode, pressurization of the SOC cell/stack assembly unit is performed at zero current, with gas composition defined at the negative and the positive electrode.

Starting from atmospheric pressure (1 bar), pressure is increased gradually. The pressure ramp rate shall be between 1 bar/h and 30 bar/h. The value shall be adjusted depending on the installation (valves capacities and volume to be pressurized).

The pressure difference between the pressure vessel and each electrode compartment shall be controlled by a pressure control system and kept in a range specified by the stack manufacturer to protect the sealing and the stack itself. For cell tests, it shall be consistent with the sealing solution selected.

The pressure difference between the negative and positive electrode compartments shall be kept in a range specified by the stack manufacturer to protect the sealing. For cell tests, it shall be consistent with the sealing solution selected.

Compression force on the cell/stack shall be adjusted at each step of pressure increase to compensate the pressure increase inside the cell/stack.

The switch from electrolysis mode to fuel cell mode and the reverse is done at constant pressure. If a different pressure value is targeted in electrolysis and fuel cell mode, the pressure modification can be done either in electrolysis or fuel cell mode.

7.9.3 Data post-processing

A graph presenting the SOC voltage, power density and SOC temperature against current density for the various pressures tested shall be reported in the case of current-voltage characteristics tests.

A graph presenting the evolution of the cell/stack assembly voltages (V_{stack} , V_{cell} and $V_{\text{RU},i}$) as a function of time and the applied current load for the various pressures tested shall be reported in the case of a constant load durability test. It is highly recommended to also provide a graph with the time-evolution of the unit temperatures ($T_{\text{cell/stack}}$).

All relevant test input parameters (TIPs), test output parameters (TOPs) and derived quantities for this test are provided in Clause A.10.

8 Test report

8.1 General

Test reports shall accurately, clearly and objectively present sufficient information to demonstrate whether the objectives of the tests have or have not been achieved.

8.2 Report items

The report shall present the following information, at a minimum:

- title of report;
- authors of the report;
- date of the report;
- test report reference/identification number;
- location and (start) date/time of the test;
- test bench used;
- test unit data (see 8.3 for details);
- test conditions (see 8.4 for details);
- test data (see 8.5 for details).

8.3 Test unit data description

Test unit data shall include the following information, at a minimum:

- product name and brand name of the unit;
- active electrode area;
- number of cells (total, series, parallel);
- cell materials and thicknesses, if known, and cell identification number(s);
- stacking materials, if known;
- geometry of the unit;
- temperature measurement and compression force application positions.

8.4 Test condition description

The test condition description shall include the following information, at a minimum:

- a) name of person(s) conducting the test;
- b) instruments and calibration record;
- c) test procedure;
- d) cell/stack assembly unit history (e.g. operating time in hours and number of cycles carried out) at the time of test;
- e) criteria of stable state;
- f) data acquisition method;
- g) gas purity and impurities;
- h) test bench layout.

8.5 Test data description

Test data shall include the following information:

- a) title of the test(s);
- b) test operating conditions;
- c) test results;
- d) ambient conditions;
- e) uncertainty evaluation (see 8.6 for details).

8.6 Uncertainty evaluation

Uncertainties of instruments shall be reported. If necessary, variation of measurements and/or measurement uncertainties calculated from the variation of measurements and uncertainties of instruments shall be reported.

Annex A (normative)

Detailed test procedures

NOTE The guidelines given in Annex A are taken from, and fully elaborated in the test modules and test programmes developed in the EU project SOCTESQA (see Bibliography).

A.1 Test objective

The determination of the objective of a test is the initial part of planning the procedure for testing a ceramic solid oxide cell/stack. The objectives could be:

- evaluation of the performance;
- stability over time at given (constant) conditions.

With the objective of the test in mind, the test can be planned by first choosing the relevant scope, the relevant test operating conditions (depending on type of application), operation mode, and whether cell or stack testing is most suitable.

A.2 Test set-up

The test set-up procedure shall be as follows.

- a) Check control and measurement equipment for possible leakage. There are many methods for leak-checking, such as pressure hold and helium leak detectors. The choice of method will depend on the equipment in use. The proper operation of the test equipment shall be verified by comparing its performance with the parameters specified in 6.2.
- a) Prepare a cell/stack assembly unit consisting of cell(s), gas passage, interconnectors, current collectors, insulation, and other components in accordance with the assembly method and procedure recommended by the manufacturer. Before connecting the cell/stack to the test bench, measure the resistance between positive electrode and negative electrode current lead points to see if it is not short circuited. Measure the resistance between cell voltage sense lead points to determine if they are electrically insulated. Measure the cell-to-cell resistances. These values shall not indicate a short circuit, but, rather, shall be similar to those specified by the manufacturer.
- b) Set up the cell/stack assembly unit in a temperature-controlled environment and install:
 - the wiring for the voltage measurement line,
 - the electric power connections,
 - the compression force equipment
 - the thermocouples,
 - the piping for the gas supply and exhaust.
- c) Connect items shown in c) with the corresponding subsystems.
- d) Ensure proper insulation between thermocouples and the cell/stack. There shall also be electrical insulation between the compression force equipment and the cell/stack. Check all piping and the test set-up for gas leakage.
- e) Verify the insulation-to-the-earth of wiring and others. It is recommended to check the insulation before the output control equipment or measurement equipment is connected. In addition, proper wiring shall be verified at joint connections.
- f) When the above are all completed, the measurement equipment is checked for its proper operation.

A.3 Current-voltage characteristics test (7.2)

A.3.1 Test input parameters (TIPs)

For this test procedure, there are two types of test input parameters (TIPs or test conditions): variable and static. The variable and static test inputs applied during the test are given in Table A.1. Depending on the test objective, the current set point profile (number of steps, levels and rate of change) is to be specified.

Table A.1 – Test input parameters (TIPs) for current-voltage characteristics test

Static TIPs		Variable TIPs	
Quantity	Symbol	Quantity	Symbol
Total volumetric gas flow rate at negative electrode inlet	$q_{V,neg,in}$	Cell/stack current (in the case of galvanostatic control)	I
Total volumetric gas flow rate at positive electrode inlet	$q_{V,pos,in}$	Dwell time at a given operating point	t_{dwell}
Volumetric flow rate of gas component i at negative electrode inlet	$q_{V,i,neg,in}$	Equilibration time at a given operating point	t_{eq}
Volumetric flow rate of gas component i at positive electrode inlet	$q_{V,i,pos,in}$	Acquisition time at a given operating point	t_{acq}
Molar fraction of component i in the negative electrode gas stream at cell/stack	$x_{i,neg,in}$	Cell/stack voltage (in the case of potentiostatic control)	V
Molar fraction of component i in the positive electrode gas stream at cell/stack	$x_{i,pos,in}$		
Inlet temperature of negative electrode gas	$T_{neg,in}$		
Inlet temperature of positive electrode gas	$T_{pos,in}$		
Furnace temperature	$T_{furnace}$		
Gas pressure at negative electrode inlet	$p_{neg,in}$		
Gas pressure at positive electrode inlet	$p_{pos,in}$		

The J - V curve is performed under galvanostatic control for a given working point. The step starts by bringing the TIPs to their specified values followed by a stabilization or equilibration period during which the specified TIP stability criterion (criteria) is (are) to be met.

A.3.2 Test output parameters (TOPs)

Table A.2 lists the test output parameters (TOPs) that are determined in the application of this test. The most important TOP is the cell/stack voltage. The other TOPs may be measured and recorded as motivated by the test objective.

Table A.2 – Test output parameters (TOPs) for current-voltage characteristics test

Quantity	Symbol
Cell/stack voltage (in the case of galvanostatic control)	V
Cell/stack current (in the case of potentiostatic control)	I
Negative electrode gas temperature	$T_{\text{neg,in}}$
Positive electrode gas temperature	$T_{\text{pos,in}}$
Negative electrode exhaust gas temperature	$T_{\text{neg,out}}$
Positive electrode exhaust gas temperature	$T_{\text{pos,out}}$
Top-plate temperature of the stack	T_{TP}
Bottom-plate temperature of the stack	T_{BP}
Cell temperature	T_{cell}

A.3.3 Derived quantities

Table A.3 below lists the relevant quantities that can be derived or calculated from the test input parameters and/or test output parameters.

Table A.3 – Derived quantities for current-voltage characteristics test

Quantity	Symbol	Formula
Current density	J	$\frac{I}{A_{\text{active}}}$
Area-specific resistance	R_{ASR}	$\frac{\Delta V(J)}{\Delta J}$
Electric power	P_{el}	$V_{\text{stack}} \cdot I$
Average stack temperature	$T_{\text{stack,av}}$	See examples in 7.5.3
Positive electrode reactant utilization	$U_{\text{gas,pos}}$	$\frac{R_g \cdot T_0}{p_0} \cdot \frac{I}{n \cdot F \cdot \sum (x_{i,\text{pos}} \cdot q_{V,\text{pos,in}})}$
Negative electrode reactant utilization	$U_{\text{gas,neg}}$	$\frac{R_g \cdot T_0}{p_0} \cdot \frac{I}{n \cdot F \cdot \sum (x_{i,\text{neg}} \cdot q_{V,\text{neg,in}})}$

The SOC voltage is measured as described either upon TIP stability or when the cell/stack temperature is within a specified limit. During the test, all TIPs and TOPs shall be measured and recorded as described.

A.3.4 Measurement of current-voltage characteristics

The test starts at open circuit voltage (OCV) conditions (zero current) up to the specified current or voltage and back to OCV. The current is changed stepwise or using a ramp with a defined rate. The total number of steps and each step size shall be the same in both the ascending part and the descending part.

A typical measurement profile for combined SOFC and SOEC operating mode is given in Figure A.1.

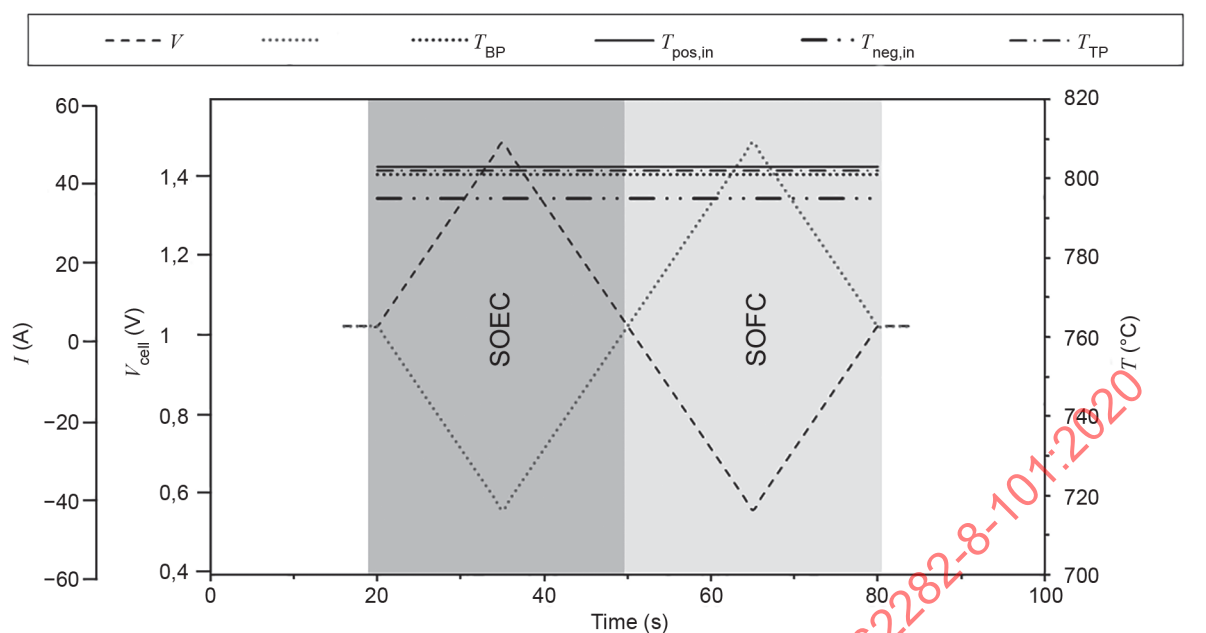


Figure A.1 – Qualitative representation of TIPs when carrying out a current-voltage characteristics test for combined (SOFC and SOEC) operation

At each step, the current is held constant for a specific time t_{dwell} (Figure A.2). For each current step k , t_{dwell} comprises the period of equilibration time (t_{eq}) and of data acquisition time (t_{acq}). The equilibration time starts with t_{dwell} and ends with the starting of t_{acq} .

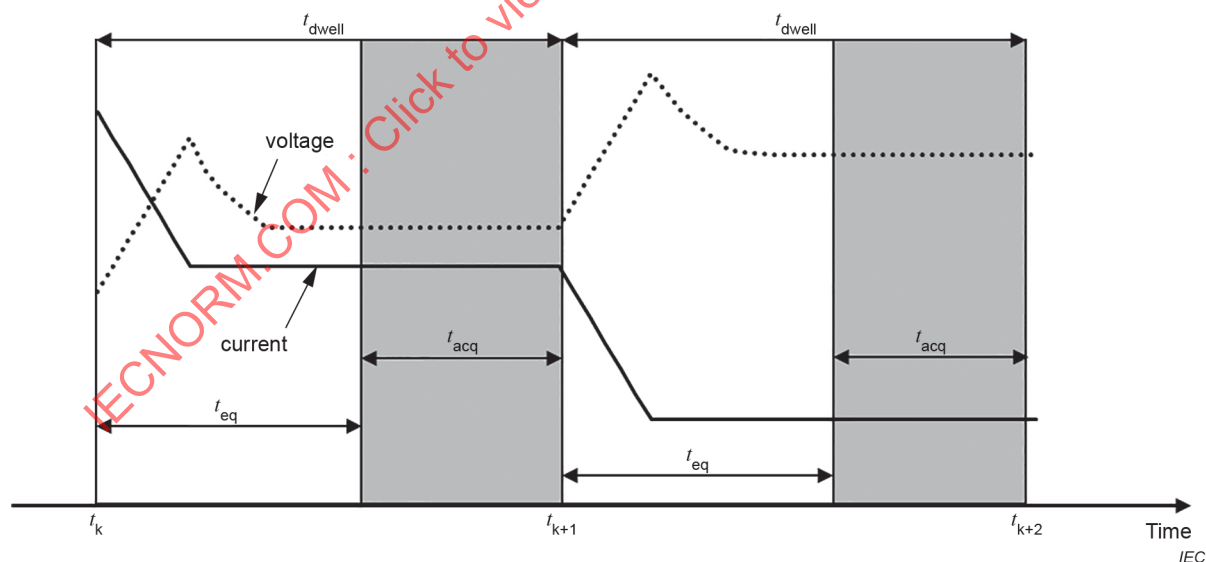


Figure A.2 – Schematic representation of the current-voltage characteristics test procedure for two consecutive set points k and $k + 1$

By convention, the current density J is considered positive in fuel cell mode and negative in electrolysis mode. The fuel utilization is proportional to the current density since the inlet reactant flow rates and compositions remain constant over the duration of the plot of the J - V curve. Therefore, it can be plotted as a secondary x-axis.

The example in Figure A.3 considers the same gas composition for negative and positive electrode gases in both electrolysis and fuel cell modes, leading to the same OCV, but this does not need to be the case.

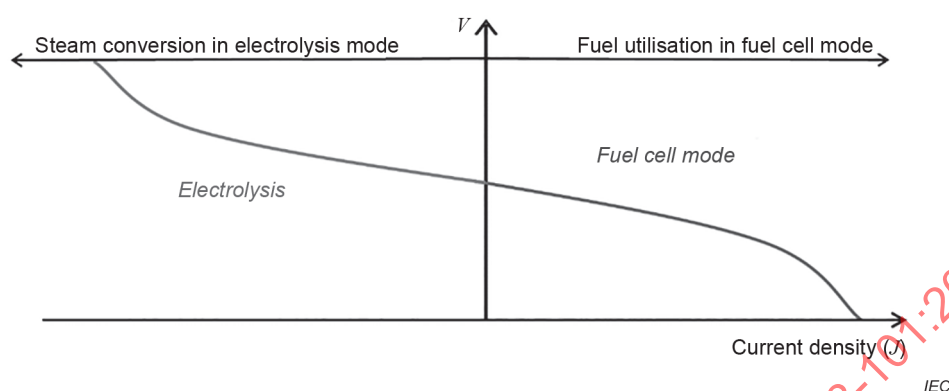


Figure A.3 – Schematic representation of a J - V curve in both electrolysis and fuel cell modes

As a function of the hold or dwell time, it is possible to effectuate two different methods of analysis:

- **Method A – Long hold time data acquisition**
In this method, it is assumed that t_{dwell} is sufficiently long to attain voltage stability during t_{eq} and that the temperature variation at each current step is not too significant to strongly affect voltage or to significantly affect the area-specific resistance (R_{ASR}). The drawback of this method is that it may lead to very long measurement times.
- **Method B – Short hold time data acquisition**
In this method the voltage measurement shall proceed as quickly as possible to prevent the temperature changes to affect the SOC voltage and the area-specific resistance (R_{ASR}). At each current step, t_{dwell} (see Figure A.2) shall be as short as possible to minimize too high temperature excursions but, at the same time, long enough to obtain sufficient measurement data.

A.4 Effective reactant utilization test (7.3)

A.4.1 Test input parameters (TIPs)

This test procedure can be applied either to the negative electrode reactant or to the positive electrode reactant. Table A.4 lists the TIPs for the former case, when the only variable parameter is the flow rate of the negative electrode gas stream at the cell/stack inlet. Table A.5 lists the TIPs for the latter case, when the only variable parameter is the flow rate of the positive electrode gas stream at the cell/stack inlet.

In order to evaluate the effect of the flow rate of the electrode gas stream at the cell/stack inlet, the molar fraction of the reactant in the electrode shall be kept constant, hence the ratio $q_{V,i,\text{neg,in}} / q_{V,\text{neg,in}}$ shall be kept constant (i.e. constant $x_{i,\text{neg,in}}$). In the case of the positive electrode, where (ambient) air is employed, this is usually an inherently constant mixture.

Table A.4 – Test input parameters (TIPs) for negative electrode reactant utilization test

Static TIPs		Variable TIPs	
Quantity	Symbol	Quantity	Symbol
Cell/stack current	I	Total volumetric flow rate at negative electrode inlet	$q_{V,neg,in}$
Total volumetric flow rate at positive electrode inlet	$q_{V,pos,in}$	Volumetric flow rate of gas component i at negative electrode inlet	$q_{V,i,neg,in}$
Volumetric flow rate of gas component i at positive electrode inlet	$q_{V,i,pos,in}$	Dwell time at a given operating point	t_{dwell}
Molar fraction of component i in the negative electrode gas stream inlet at cell/stack	$x_{i,neg,in}$	Equilibration time at a given operating point	t_{eq}
Molar fraction of component i in the positive electrode gas stream inlet at cell/stack	$x_{i,pos,in}$	Acquisition time at a given operating point	t_{acq}
Inlet temperature of negative electrode reactant	$T_{neg,in}$		
Inlet temperature of positive electrode reactant	$T_{pos,in}$		
Furnace temperature	$T_{furnace}$		
Reactant pressure at negative electrode outlet	$p_{neg,out}$		
Reactant pressure at positive electrode inlet	$p_{pos,in}$		

Table A.5 – Test input parameters (TIPs) for positive electrode reactant utilization test

Static TIPs		Variable TIPs	
Quantity	Symbol	Quantity	Symbol
Cell/stack current	I	Total volumetric flow rate at positive electrode inlet	$q_{V,pos,in}$
Total volumetric flow rate at negative electrode inlet	$q_{V,neg,in}$	Volumetric flow rate of gas component i at positive electrode inlet	$q_{V,i,pos,in}$
Volumetric flow rate of gas component i at negative electrode inlet	$q_{V,i,neg,in}$	Dwell time at a given operating point	t_{dwell}
Molar fraction of component i in the negative electrode gas stream inlet at cell/stack	$x_{i,neg,in}$	Equilibration time at a given operating point	t_{eq}
Molar fraction of component i in the positive electrode gas stream inlet at cell/stack	$x_{i,pos,in}$	Acquisition time at a given operating point	t_{acq}
Inlet temperature of negative electrode reactant	$T_{neg,in}$		
Inlet temperature of positive electrode reactant	$T_{pos,in}$		
Furnace temperature	$T_{furnace}$		
Reactant pressure at negative electrode outlet	$p_{neg,out}$		
Reactant pressure at positive electrode outlet	$p_{pos,out}$		

The effective reactant utilization test is performed under galvanostatic control for a given working point (electrode reactant flow rate).

The effective and the theoretical reactant utilization can be different due to leakage.

The step starts by bringing the TIPs to their specified values followed by a stabilization or equilibration time (t_{eq}) during which the specified TIP stability criterion (criteria) is (are) to be met.

A.4.2 Test output parameters (TOPs)

Table A.6 lists the test output parameters (TOPs) that are determined in the application of this test. The main output parameter of the test described above is the voltage, though the inlet pressure shall be monitored of the electrode reactant for which the utilization is being varied, since the inlet flow rates will be controlled, in order that they remain within specified recommendations.

Table A.6 – Test output parameters (TOPs) for effective reactant utilization test

Quantity	Symbol
Cell/stack voltage	V
Inlet temperature of negative electrode reactant	$T_{neg,in}$
Inlet temperature of positive electrode reactant	$T_{pos,in}$
Outlet temperature of negative electrode reactant	$T_{neg,out}$
Outlet temperature of positive electrode reactant	$T_{pos,out}$
Top-plate temperature	T_{TP}
Bottom-plate temperature	T_{BP}
Internal stack temperature	$T_{stack,intern}$
Cell temperature	T_{cell}
Inlet pressure of negative electrode reactant	$p_{neg,in}$
Inlet pressure of positive electrode reactant	$p_{pos,in}$

The SOC voltage is measured as described either upon TIP stability or when the cell/stack temperature is within a specified limit. During the test, all TIPs and TOPs shall be measured and recorded as described.

A.4.3 Derived quantities

Table A.7 lists the relevant quantities that can be derived or calculated from the test input parameters and/or test output parameters.

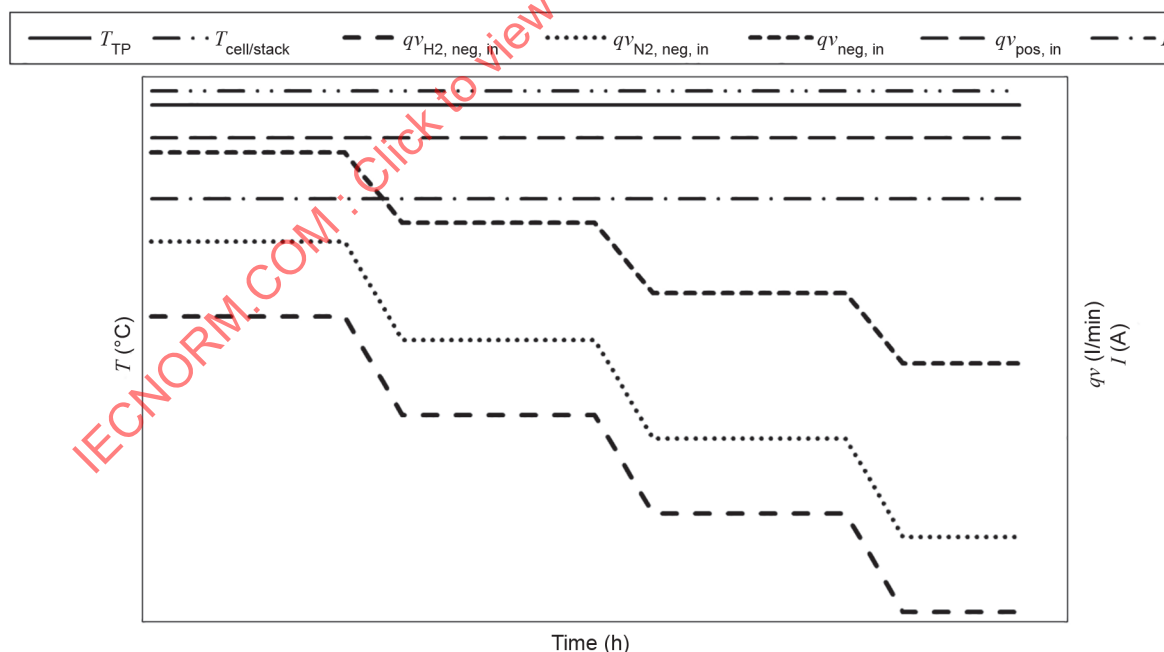
Table A.7 – Derived quantities for effective reactant utilization test

Quantity	Symbol	Formula
Current density	J	$\frac{I}{A_{\text{active}}}$
Area-specific resistance	R_{ASR}	$\frac{\Delta V(J)}{\Delta J}$
Electric power	P_{el}	$V_{\text{stack}} \cdot I$
Positive electrode reactant utilization	$U_{\text{gas,pos}}$	$\frac{R_g \cdot T_0}{p_0} \cdot \frac{I}{n \cdot F \cdot \sum (x_{i,\text{pos}} \cdot q_{V,\text{pos,in}})}$
Negative electrode reactant utilization	$U_{\text{gas,neg}}$	$\frac{R_g \cdot T_0}{p_0} \cdot \frac{I}{n \cdot F \cdot \sum (x_{i,\text{neg}} \cdot q_{V,\text{neg,in}})}$

A.4.4 Measurement of effective reactant utilization

The test starts at reference conditions (under operation), after which the flow rate of the reactant of either the negative or positive electrode is changed in steps. For all test conditions, care shall be taken not to incur reactant starvation. Furthermore, the test campaign shall begin with the most benign operating conditions (low utilizations) and shift towards harsher conditions (high utilizations).

A typical measurement profile for a negative reactant gas utilization test is given in Figure A.4.



IEC

Figure A.4 – Qualitative representation of TIPs when carrying out an effective reactant utilization test varying the negative electrode reactant flow rate ($q_{V,\text{neg,in}}$), consisting of hydrogen and nitrogen

A.5 Durability test (7.4)

A.5.1 Test input parameters (TIPs)

In this test procedure, only static test input parameters (TIPs) are specified, see Table A.8.

Table A.8 – Test input parameters (TIPs) for durability test

Static TIPs	
Quantity	Symbol
Current / voltage	I / V
Total volumetric flow rate at negative electrode inlet	$q_{V,neg,in}$
Total volumetric flow rate at positive electrode inlet	$q_{V,pos,in}$
Volumetric flow rate of gas component i at negative electrode inlet	$q_{V,i,neg,in}$
Volumetric flow rate of gas component i at positive electrode inlet	$q_{V,i,pos,in}$
Pre-heater temperature of negative electrode reactant	$T_{PH,neg}$
Pre-heater temperature of positive electrode reactant	$T_{PH,pos}$
Furnace temperature	$T_{furnace}$
Gas pressure at negative electrode outlet	$p_{neg,out}$
Gas pressure at positive electrode outlet	$p_{pos,out}$

The target values of the TIPs at which to perform the durability test should be chosen according to relevant operating conditions, i.e. in relation to relevant initial voltages in galvanostatic mode and currents in potentiostatic mode and gas utilizations at the negative and positive electrodes: fuel utilization or steam conversion rate at the negative electrode and air/oxygen utilization or oxygen evolution at the positive electrode. After setting the other TIPs, the absolute current density $|J|$ in galvanostatic mode, or the voltage in potentiostatic mode, is progressively increased to its targeted value (with a rate $\Delta J/\Delta t$ to be defined for each application or considering manufacturer recommendations) and then maintained at this value for a certain operating time t_{op} .

The constant load durability test is performed either under galvanostatic control or under potentiostatic control for a given operating time. The step starts by bringing the TIPs to their specified values followed by a stabilization or equilibration period during which the specified TIP stability criterion (criteria) is (are) to be met.

A.5.2 Test output parameters (TOPs)

Table A.9 lists the test output parameters (TOPs) that are determined in the application of this test. The main output parameter of this test is the cell/stack assembly unit voltage response (in galvanostatic mode) or current response (in potentiostatic mode), which in association with the current density J allows the calculation of the SOC cell/stack performance degradation rates on voltage, area-specific resistance (R_{ASR}) and power.

Table A.9 – Test output parameters (TOPs) for durability test

Quantity	Symbol
Cell/stack current or voltage	I / V
Inlet temperature of negative electrode reactant	$T_{\text{neg,in}}$
Inlet temperature of positive electrode reactant	$T_{\text{pos,in}}$
Outlet temperature of negative electrode reactant	$T_{\text{neg,out}}$
Outlet temperature of positive electrode reactant	$T_{\text{pos,out}}$
Top-plate temperature	T_{TP}
Bottom-plate temperature	T_{BP}
Internal stack temperature	$T_{\text{stack,intern}}$
Cell temperature	T_{cell}

The SOC voltage is measured upon TIP stability. During the test, all TIPs and TOPs shall be measured and recorded as described.

A.5.3 Derived quantities

Table A.10 lists the relevant quantities that can be derived or calculated from the test input parameters and/or test output parameters.

Table A.10 – Derived quantities for constant load durability test

Quantity	Symbol	Formula
Current density	J	$\frac{I}{A_{\text{active}}}$
Area-specific resistance	R_{ASR}	$\frac{\Delta V(J)}{\Delta J}$
Electric power	P_{el}	$V_{\text{stack}} \cdot I$
Positive electrode reactant utilization	$U_{\text{gas,pos}}$	$\frac{R_g \cdot T_0}{p_0} \cdot \frac{I}{n \cdot F \cdot \sum (x_{i,\text{pos}} \cdot q_{V,\text{pos,in}})}$
Negative electrode reactant utilization	$U_{\text{gas,neg}}$	$\frac{R_g \cdot T_0}{p_0} \cdot \frac{I}{n \cdot F \cdot \sum (x_{i,\text{neg}} \cdot q_{V,\text{neg,in}})}$
Degradation rate ^a	$\Delta Y / \Delta t$	$\Delta Y / \Delta t$
^a The quantity Y chosen for calculating the degradation rate can be the cell or stack voltage, the power density or the ASR.		

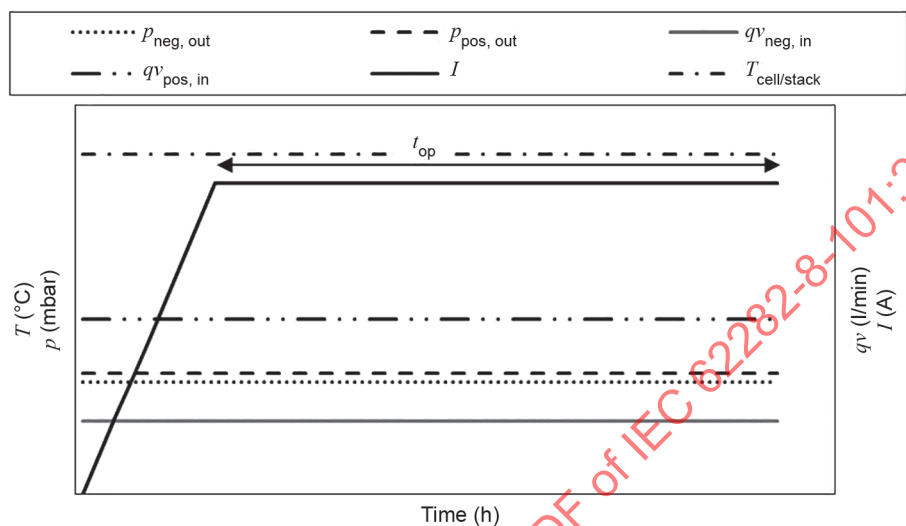
A.5.4 Measurement of durability

The cell/stack assembly shall be in stable state before this test begins. The operating history of the cell/stack assembly at the point of initiation of this test shall be reported when known. At this point, the specific TIPs are set and the test can start.

Evolution of the V_{stack} , V_{cell} and $V_{\text{RU},i}$, of the current I and of the $T_{\text{cell/stack}}$ shall be carefully recorded as a function of time during the entire duration of the test. A cut-off voltage may also be set (considering either fuel cell or electrolysis mode) that induces automatic termination of

the test even if the foreseen duration time of operation, t_{op} , is not yet achieved. Alternatively, a value of voltage degradation (decrease in fuel cell mode and increase in electrolysis mode) may be defined to stop the test module automatically even if the foreseen duration t_{op} is not achieved yet. Automatic cut-off criteria may also be chosen for $T_{cell/stack}$.

A typical measurement profile for a durability test is given in Figure A.5.



IEC

Figure A.5 – Qualitative representation of TIPs when carrying out a durability test (in galvanostatic mode)

A.6 Temperature sensitivity test (7.5)

A.6.1 Test input parameters (TIPs)

In this test procedure, both static and variable test input parameters (TIPs) are defined, see Table A.11.

Table A.11 – Test input parameters (TIPs) for temperature sensitivity test

Static TIPs		Variable TIPs	
Quantity	Symbol	Quantity	Symbol
Total volumetric flow rate at positive electrode inlet	$q_{V, pos, in}$	Cell/stack current/voltage	I / V
Volumetric flow rate of gas component i at positive electrode inlet	$q_{V, i, pos, in}$	Furnace temperature	$T_{furnace}$
Total volumetric flow rate at negative electrode inlet	$q_{V, neg, in}$	Pre-heater temperature of negative electrode reactant	$T_{PH, neg}$
Volumetric flow rate of gas component i at negative electrode inlet	$q_{V, i, neg, in}$	Pre-heater temperature of positive electrode reactant	$T_{PH, pos}$
Reactant pressure at negative electrode outlet	$p_{neg, out}$		
Reactant pressure at positive electrode outlet	$p_{pos, out}$		

The temperature sensitivity test is performed under galvanostatic or potentiostatic control for a given working point (cell/stack temperature). The step starts by bringing the TIPs to their specified values followed by a stabilization or equilibration period during which the specified TIP stability criterion (criteria) is (are) to be met.

A.6.2 Test output parameters (TOPs)

Table A.12 lists the test output parameters (TOPs) that are determined in the application of this test. The main output parameter of this test is the cell/stack assembly unit voltage response.

Table A.12 – Test output parameters (TOPs) for temperature sensitivity test

Quantity	Symbol
Cell/stack voltage	V
Inlet temperature of negative electrode reactant	$T_{\text{neg,in}}$
Inlet temperature of positive electrode reactant	$T_{\text{pos,in}}$
Outlet temperature of negative electrode reactant	$T_{\text{neg,out}}$
Outlet temperature of positive electrode reactant	$T_{\text{pos,out}}$
Top-plate temperature	T_{TP}
Bottom-plate temperature	T_{BP}
Internal stack temperature	$T_{\text{stack,intern}}$
Cell temperature	T_{cell}
Reactant pressure at negative electrode inlet	$p_{\text{neg,in}}$
Reactant pressure at positive electrode inlet	$p_{\text{pos,in}}$

The SOC voltage is measured upon TIP stability. During the test, all TIPs and TOPs shall be measured and recorded as described.

A.6.3 Derived quantities

Table A.13 lists the relevant quantities that can be derived or calculated from the test input parameters and/or test output parameters.

Table A.13 – Derived quantities for temperature sensitivity test

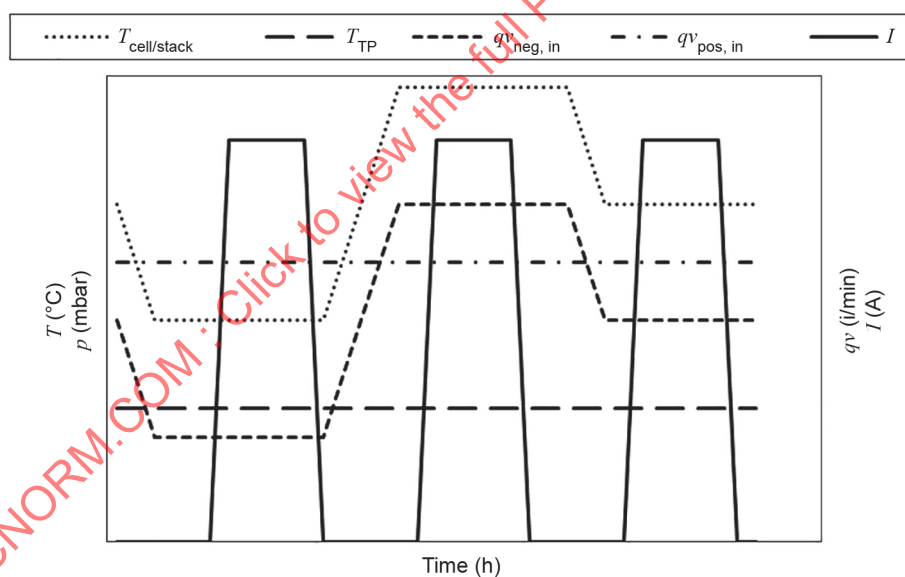
Quantity	Symbol	Formula
Current density	J	$\frac{I}{A_{\text{active}}}$
Electric power density	P_d	$V_{\text{stack}} \cdot J$
Positive electrode reactant utilization	$U_{\text{gas,pos}}$	$\frac{R_g \cdot T_0}{p_0} \cdot \frac{I}{n \cdot F \cdot \sum (x_{i,\text{pos}} \cdot q_{V,\text{pos,in}})}$
Negative electrode reactant utilization	$U_{\text{gas,neg}}$	$\frac{R_g \cdot T_0}{p_0} \cdot \frac{I}{n \cdot F \cdot \sum (x_{i,\text{neg}} \cdot q_{V,\text{neg,in}})}$

A.6.4 Measurement of temperature sensitivity

The test starts at reference conditions, in OCV and in stable state, after which the reference current is applied to the cell/stack. Once stable state has been reached in these conditions, the outputs are recorded and the cell/stack is subsequently brought back to OCV. The next operating temperature level is then set considering possible restraints on the heating/cooling rate. At each test step, the cell/stack assembly unit shall be operated under the reference current load until it reaches the stable state in terms of temperature and voltage (stabilization time). The dwell-time (stabilization time plus measurement time) for each test point is defined by the stability criteria of TIPs and TOPs, and will depend on the test objective. Once stable state has been reached, the procedure is repeated.

The stability of the cell/stack temperature during the measurement time has to be ensured. Minor temperature variations are acceptable as long as the cell/stack voltage is not noticeably affected. Since the objective of the test is to determine the influence of cell/stack temperature on performance, changes in the cell/stack temperature caused by electrical load variation have to be considered and compensated for by controlling the furnace temperature. Alternatively, if compensating changes in the cell/stack temperature caused by electrical load variation prove unfeasible or too lengthy, the reference cell/stack temperature shall be taken at a given current density (either OCV or nominal current density), after which the effective cell/stack temperature at each test step (i.e. after the defined stabilization time and at which the corresponding cell/stack voltage shall be taken) shall be reported in the test output table.

A typical measurement profile for a constant current temperature sensitivity test is given in Figure A.6.



IEC

Figure A.6 – Qualitative representation of TIPs when carrying out a temperature sensitivity test

A.7 Separation of resistance components test via electrochemical impedance spectroscopy (7.6)

A.7.1 Test input parameters (TIPs)

Electrochemical impedance spectroscopy (EIS) is usually carried out with the cell/stack assembly unit in stable conditions and at OCV: this gives the largest resolution of the response data in the resistance domain. However, it is useful to carry out this test also under a non-zero (constant) current, where the frequency perturbations are applied around a representative, stable operating point. Thus, in this test procedure, the current is considered as a variable test input parameter (TIP) in terms of both the nominal current load as in terms of the excitation current (if perturbation is applied in galvanostatic mode), see Table A.14.

Table A.14 – Test input parameters (TIPs) for EIS test

Static TIPs		Variable TIPs	
Quantity	Symbol	Quantity	Symbol
Furnace temperature	T_{furnace}	Excitation voltage (potentiostatic mode)	v
Pre-heater temperature of negative electrode gas	$T_{\text{PH,neg}}$	Excitation current (galvanostatic mode)	i
Pre-heater temperature of positive electrode gas	$T_{\text{PH,pos}}$	Angular perturbation frequency	ω
Total volumetric flow rate at positive electrode inlet	$q_{V,\text{pos,in}}$	Nominal current	I_n
Volumetric flow rate of gas component i at positive electrode inlet	$q_{V,i,\text{pos,in}}$	Excitation frequency	f
Total volumetric flow rate at negative electrode inlet	$q_{V,\text{neg,in}}$		
Volumetric flow rate of gas component i at negative electrode inlet	$q_{V,i,\text{neg,in}}$		
Gas pressure at negative electrode outlet	$p_{\text{neg,out}}$		
Gas pressure at positive electrode outlet	$p_{\text{pos,out}}$		
Frequency range	$\omega_{\text{min}}, \omega_{\text{max}}$		
Excitation voltage amplitude (potentiostatic mode)	V_{pk}		
Excitation current amplitude (galvanostatic mode)	I_{pk}		
Measuring points	N_{points}		
Measuring periods	N_{periods}		

A.7.2 Test output parameters (TOPs)

Table A.15 lists the test output parameters (TOPs) that are determined in the application of this test. The main output parameter of this test is the cell/stack assembly unit response, either in voltage (galvanostatic mode) or in current (potentiostatic mode).

Table A.15 – Test output parameters (TOPs) for EIS test

Quantity	Symbol
Cell/stack voltage (galvanostatic mode)	V
Cell/stack current (potentiostatic mode)	I
Real part of impedance (resistance)	$\underline{Z}'$
Imaginary part of impedance (reactance)	$\underline{Z}''$
Real part of admittance (conductance)	$\underline{Y}'$
Imaginary part of admittance (susceptance)	$\underline{Y}''$
Phase angle of impedance	φ
NOTE The real and imaginary parts of the impedance are a function of the angular frequency ω and are usually derived from the measured modulus of the impedance directly by the gain/phase analyser that also applies the excitation signal.	

A.7.3 Derived quantities

Table A.16 below lists the relevant quantities that can be derived or calculated from the test input parameters and/or test output parameters.

Table A.16 – Derived quantities for EIS test

Quantity	Symbol	Formula
Ohmic resistance	R_{ohm}	$\underline{Z}'(\underline{Z}'' = 0)$
Non-ohmic resistance	$R_{\text{non-ohm}} = R_{\text{LF}} - R_{\text{ohm}}$	$\lim_{\omega \rightarrow \omega_{\min}} \underline{Z}' - \underline{Z}'(\underline{Z}'' = 0)$
Characteristic frequency	f_{char}	$f\{\max(\underline{Z}'')\}$
Low-frequency resistance	R_{LF}	$\lim_{\omega \rightarrow \omega_{\min}} \underline{Z}''(\omega) = 0$
High-frequency resistance	R_{HF}	$\lim_{\omega \rightarrow \omega_{\max}} \underline{Z}''(\omega) = 0$

A.7.4 Measurement of resistance components via EIS

The test shall be conducted using the following procedure.

- Verify that a stable state of cell/stack in the test environment has been reached. The degree of perturbation on the cell/stack assembly caused by EIS excitation is considered insignificant, so that all operational parameters (such as temperatures, pressures, flow rates and compositions) are presumed to remain constant during the test.
- Superimpose AC sinusoidal waves on direct current or voltage and make sure that a corresponding sinusoidal output signal is generated.
- Start the measurement. Sweep the AC sinusoidal waves within the specified frequency range forth and back and measure the impedance at each frequency.

The validity of the impedance spectrum within acceptable numerical error may be verified by using appropriate validation relations such as the Kramers-Kronig (KK) relationships or Z-hit.

A.7.5 Measuring range of frequencies

The highest frequency shall be high enough to identify the ohmic resistance (about 100 kHz) and the lowest frequency shall be low enough to include the potential effects of gas diffusion and gas conversion in the cell/stack (about 10 mHz to 30 mHz).

A.8 Current cycling durability test (7.7)

A.8.1 Test input parameters (TIPs)

In this test procedure, both static and variable test input parameters (TIPs) are defined, see Tables A.17 and A.18. Depending on whether the current cycles embrace just one operation mode (either fuel cell or electrolysis) or cross into both modes, the reactant flow rates and compositions are to be considered either static (in the former case) or variable TIPs (in the latter case). In fact, when switching from fuel cell mode to electrolysis mode, a distinct step is required (at OCV) where the changes in reactant compositions and flow rates are applied, except if a mixture suitable for both modes is considered (for example 50 % H₂O/50 % H₂).

Table A.17 – Test input parameters (TIPs) for current cycling durability test within a single operating mode (fuel cell or electrolysis)

Static TIPs		Variable TIPs	
Quantity	Symbol	Quantity	Symbol
Furnace temperature	T_{furnace}	Cell/stack current	I
Pre-heater temperature of negative electrode gas	$T_{\text{PH,neg}}$		
Pre-heater temperature of positive electrode gas	$T_{\text{PH,pos}}$		
Total volumetric flow rate at negative electrode inlet	$q_{V,\text{neg,in}}$		
Volumetric flow rate of gas component i at negative electrode inlet	$q_{V,i,\text{neg,in}}$		
Total volumetric flow rate at positive electrode inlet	$q_{V,\text{pos,in}}$		
Volumetric flow rate of gas component i at positive electrode inlet	$q_{V,i,\text{pos,in}}$		
Gas pressure at negative electrode outlet	$p_{\text{neg,out}}$		
Gas pressure at positive electrode outlet	$p_{\text{pos,out}}$		

Table A.18 – Test input parameters (TIPs) for current cycling durability test covering both operating modes (fuel cell and electrolysis)

Static TIPs		Variable TIPs	
Quantity	Symbol	Quantity	Symbol
Furnace temperature	T_{furnace}	Cell/stack current	I
Pre-heater temperature of negative electrode reactant	$T_{\text{PH,neg}}$	Total volumetric flow rate at negative electrode inlet	$q_{V,\text{neg,in}}$
Pre-heater temperature of positive electrode reactant	$T_{\text{PH,pos}}$	Volumetric flow rate of gas component i at negative electrode inlet	$q_{V,i,\text{neg,in}}$
Gas pressure at negative electrode outlet	$p_{\text{neg,out}}$	Total volumetric flow rate at positive electrode inlet	$q_{V,\text{pos,in}}$
Gas pressure at positive electrode outlet	$p_{\text{pos,out}}$	Volumetric flow rate of gas component i at positive electrode inlet	$q_{V,i,\text{pos,in}}$
		Current density ramp rate	$\Delta J/\Delta t$
		Dwell time	t_{dwell}

A.8.2 Test output parameters (TOPs)

Table A.19 lists the test output parameters (TOPs) that are determined in the application of this test. The main output parameter of this test is the cell/stack assembly unit voltage response, but for compound reactants also the molar outlet composition can be significantly dependant on operating current density, all other parameters being constant. This is particularly important in electrolysis mode.

Table A.19 – Test output parameters (TOPs) for current cycling durability test

Quantity	Symbol
Cell/stack voltage	V
Inlet temperature of negative electrode gas	$T_{\text{neg,in}}$
Inlet temperature of positive electrode gas	$T_{\text{pos,in}}$
Outlet temperature of negative electrode gas	$T_{\text{neg,out}}$
Outlet temperature of positive electrode gas	$T_{\text{pos,out}}$
Top-plate temperature	T_{TP}
Bottom-plate temperature	T_{BP}
Internal stack temperature	$T_{\text{stack,intern}}$
Cell temperature	T_{cell}
Gas pressure at negative electrode inlet	$p_{\text{neg,in}}$
Gas pressure at positive electrode inlet	$p_{\text{pos,in}}$

A.8.3 Derived quantities

Table A.20 lists the relevant quantities that can be derived or calculated from the test input parameters and/or test output parameters.

Table A.20 – Derived quantities for current cycling durability test

Quantity	Symbol	Formula
Current density	J	$\frac{I}{A_{\text{active}}}$
Electric power	P_{el}	$V_{\text{stack}} \cdot I$
Positive electrode reactant utilization	$U_{\text{gas,pos}}$	$\frac{R_g \cdot T_0}{p_0} \cdot \frac{I}{n \cdot F \cdot \sum (x_{i,\text{pos}} \cdot q_{V,\text{pos,in}})}$
Negative electrode reactant utilization	$U_{\text{gas,neg}}$	$\frac{R_g \cdot T_0}{p_0} \cdot \frac{I}{n \cdot F \cdot \sum (x_{i,\text{neg}} \cdot q_{V,\text{neg,in}})}$

A.8.4 Measurement of current cycling durability

Realistic current profiles should be defined reflecting combined SOFC/SOEC operation for, for example, electricity storage (power-to-gas-to-power or reversible operation).

At a relevant temperature, inlet gases composition and flow rates for each application, realistic currents I , plateau durations t_{op} and speed rates for switching from one current to the other $\Delta I/\Delta t$ shall be defined based on the targeted application but considering manufacturer recommendations. The number of cycles N_{cycles} to be tested shall be fixed. Fuel/air utilization and steam conversion ($U_{\text{gas,neg}}$, $U_{\text{gas,pos}}$) shall be specified for each tested current. The current $|I|$ (either provided to or drawn from the cell/stack assembly) shall be ramped to its set level in accordance with the chosen rate of current change $\Delta I/\Delta t$.

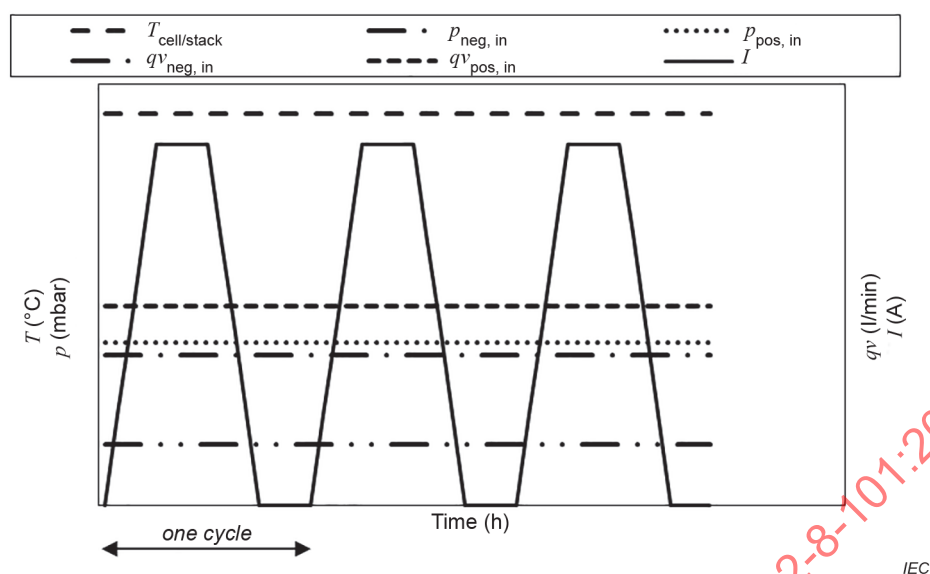
In reversible operation, the composition and flow rates at the negative electrode shall be changed when the cell/stack assembly unit is at zero current, and in such a way that oxidation of the electrode is avoided. This means, when switching from fuel cell mode to electrolysis mode, maintaining a certain quantity of reducing gas at the negative electrode as the flow rate of water vapour is increased to the targeted operating conditions in electrolysis mode. Once the final composition for electrolysis mode is achieved, the current shall be applied according to test specifications.

Let operation at the set current level last for t_{op} then vary from the first to the second target current value with the chosen rate of current change $\Delta I/\Delta t$. When the first cycle is finished, repeat it $N_{cycles} - 1$ times. When cycles last for a sufficiently long time, EIS measurements may be performed and are recommended between each full cycle.

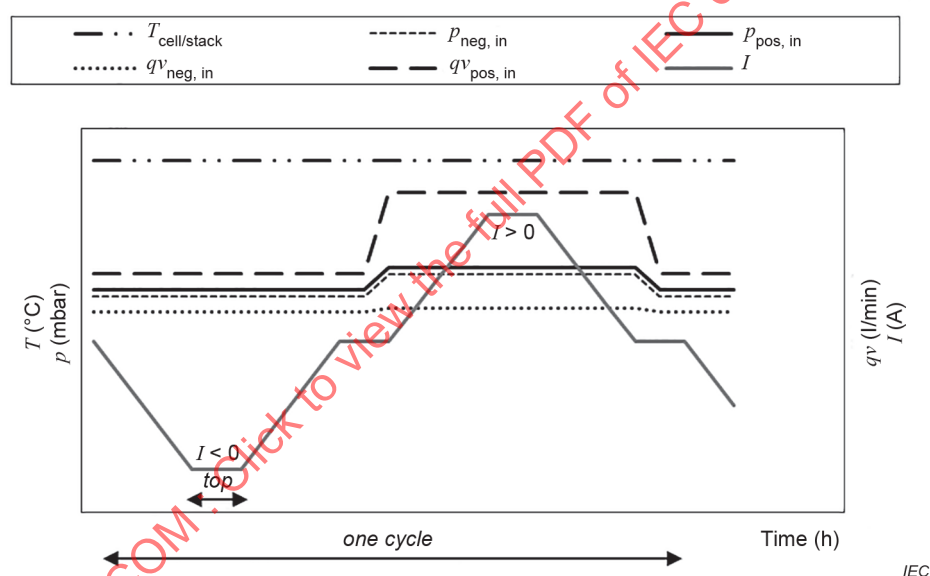
The evolution of V_{stack} , V_{cell} and $V_{RU,i}$ and of $T_{cell/stack}$ shall be carefully recorded as a function of time during the entire duration of the test. A cut-off voltage may also be set (considering either fuel cell or electrolysis mode) that induces automatic termination of the test even if the foreseen duration t_{op} is not yet achieved. Alternatively, a value of voltage degradation (decrease in fuel cell mode and increase in electrolysis mode) may be defined to stop the test automatically even if the foreseen number of cycles N_{cycles} is not achieved yet. Automatic cut-off criteria may also be chosen for $T_{cell/stack}$.

Typical measurement profiles for the current cycling durability test either in single operating mode (negative or positive current) or in combined SOEC/SOFC operation are given in Figure A.7.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62282-8-101:2020



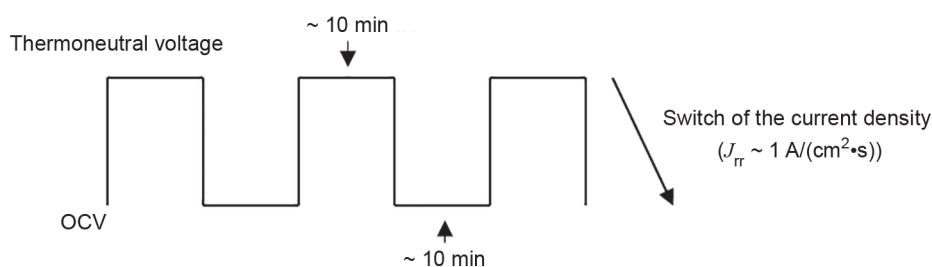
a) Single operating mode (fuel cell or electrolysis)



b) Combined SOEC/SOFC operation

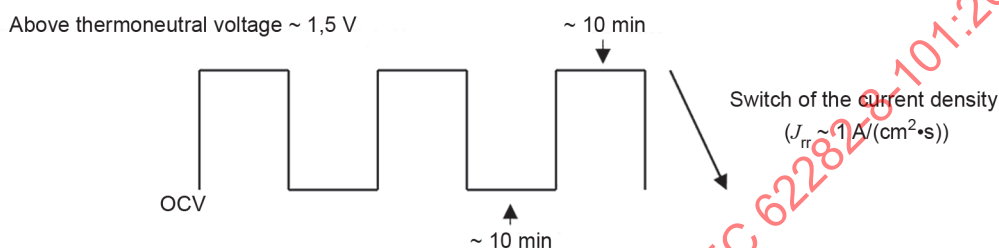
Figure A.7 – Qualitative representation of TIPs when carrying out a current cycling durability test

In order to study the influence of electric and/or thermal effects on degradation, testing of the cell/stack assembly unit is performed with different current densities (galvanostatic mode) corresponding to thermoneutral or exothermal operation: see for example Figures A.8 to A.11. Different rates of current change may be specified, corresponding to on/off operation of the electrolyzer (see Figures A.8 and A.9) and current curves following renewable electricity production (see Figures A.10 and A.11).



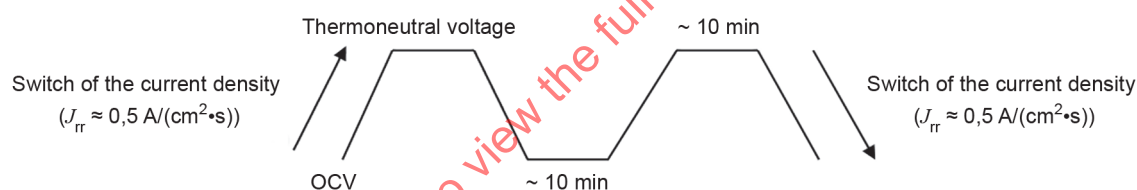
IEC

Figure A.8 – Current profile of a SOEC system with fast switch on/off at thermoneutral conditions



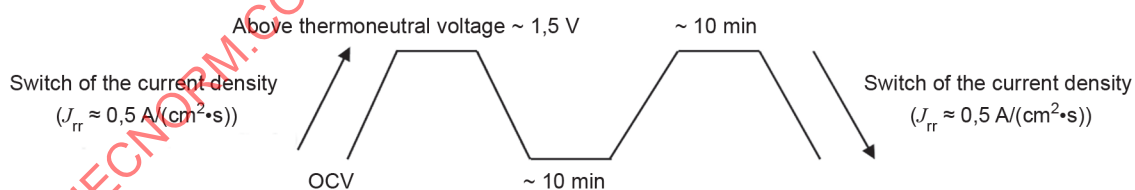
IEC

Figure A.9 – Current profile of a SOEC system with fast switch on/off at exothermal conditions



IEC

Figure A.10 – Current profile of a load-following SOEC system and thermoneutral conditions



IEC

Figure A.11 – Current profile of a load-following SOEC system and exothermal conditions

A.9 Thermal cycling test (7.8)

A.9.1 Test input parameters (TIPs)

In this test procedure both static and variable test input parameters (TIPs) are defined, see Table A.21.

Table A.21 – Test input parameters (TIPs) for thermal cycling

Static TIPs		Variable TIPs	
Quantity	Symbol	Quantity	Symbol
Constant-rate furnace temperature ramp	$\Delta T_{\text{furnace}}/\Delta t$	Cell/stack current	I
Minimum temperature	T_{min}	Furnace temperature	T_{furnace}
Number of cycles	N_{cycles}	Total reactant flow rate at positive electrode inlet	$q_{V,\text{pos,in}}$
Dwell times at the operating and minimum temperatures	t_{dwell}	Volumetric flow rate of gas component i at positive electrode inlet	$q_{V,i,\text{pos,in}}$
		Total reactant flow rate at negative electrode inlet	$q_{V,\text{neg,in}}$
		Volumetric flow rate of gas component i at negative electrode inlet	$q_{V,i,\text{neg,in}}$
		Reactant pressure at negative electrode outlet	$p_{\text{neg,out}}$
		Reactant pressure at positive electrode outlet	$p_{\text{pos,out}}$

A.9.2 Test output parameters (TOPs)

Table A.22 lists the test output parameters (TOPs) that are determined in the application of this test. The main output parameters of this test are all parameters related to SOC tightness like temperatures, OCVs and outlet flow rate but also performance parameters like the cell/stack assembly unit voltage response at operating current density J , which allows the evaluation of the SOC cell/stack thermal stability and the calculation of its leak and degradation rates.

Table A.22 – Test output parameters (TOPs) for thermal cycling

Quantity	Symbol
Cell/stack voltage	V
Inlet temperature of negative electrode reactant	$T_{\text{neg,in}}$
Inlet temperature of positive electrode reactant	$T_{\text{pos,in}}$
Outlet temperature of negative electrode reactant	$T_{\text{neg,out}}$
Outlet temperature of positive electrode reactant	$T_{\text{pos,out}}$
Top-plate temperature	T_{TP}
Bottom-plate temperature	T_{BP}
Internal stack temperature	$T_{\text{stack,intern}}$
Cell temperature	T_{cell}
Total reactant flow rate at positive electrode outlet	$q_{V,\text{pos,out}}$
Volumetric flow rate of gas component i at positive electrode outlet	$q_{V,i,\text{pos,out}}$
Total reactant flow rate at negative electrode outlet	$q_{V,\text{neg,out}}$
Volumetric flow rate of gas component i at negative electrode outlet	$q_{V,i,\text{neg,out}}$

A.9.3 Derived quantities

Table A.23 lists the relevant quantities that can be derived or calculated from the test input parameters and/or test output parameters.

Table A.23 – Derived quantities for thermal cycling test

Quantity	Symbol	Formula
Current density	J	$\frac{I}{A_{\text{active}}}$
Positive electrode reactant utilization	$U_{\text{gas,pos}}$	$\frac{R_g \cdot T_0}{p_0} \cdot \frac{I}{n \cdot F \cdot \sum (x_{i,\text{pos}} \cdot q_{V,\text{pos,in}})}$
Negative electrode reactant utilization	$U_{\text{gas,neg}}$	$\frac{R_g \cdot T_0}{p_0} \cdot \frac{I}{n \cdot F \cdot \sum (x_{i,\text{neg}} \cdot q_{V,\text{neg,in}})}$
Average voltage	$V_{\text{RU,av}}$	$\frac{\sum_{i=1}^N V_{\text{RU},i}}{N}$
Area-specific resistance	R_{ASR}	$\frac{\Delta V(J)}{\Delta J}$
Average stack temperature	$T_{\text{stack,av}}$	See example in 7.5.3
Electric power	P_{el}	$V_{\text{stack}} \cdot I$
Degradation rate	$\Delta Y/\Delta t$	$\Delta Y/\Delta t$

A.9.4 Measurement of thermal cycling

Realistic thermal profiles have to be defined reflecting the target application selected for the test.

Two typical thermal cycling profiles are shown and taken as examples to develop a simplified and practical test (as shown in Figures A.12 and A.13).

- 1) During thermal cycling the inlet positive and negative electrode gas flows ($q_{\text{neg,in}}$ and $q_{\text{pos,in}}$), the inlet negative and positive electrode gas compositions ($x_{i,\text{neg,in}}$ and $x_{i,\text{pos,in}}$) and the outlet absolute pressure of the negative and positive electrode ($p_{\text{neg,out}}$ and $p_{\text{pos,out}}$) are kept constant. This operating mode is only possible if the temperature during thermal cycling does not drop below 600 °C for safety reasons. The electric current is usually kept at zero. Without electrical current load, it is not possible to determine any performance data but only the OCV of the cell/stack assembly unit. It is recommended to apply the current-voltage characteristics test (see 7.2) and separation of resistance components test via electrochemical impedance spectroscopy (see 7.6) after several thermal cycles N_{cycles} .

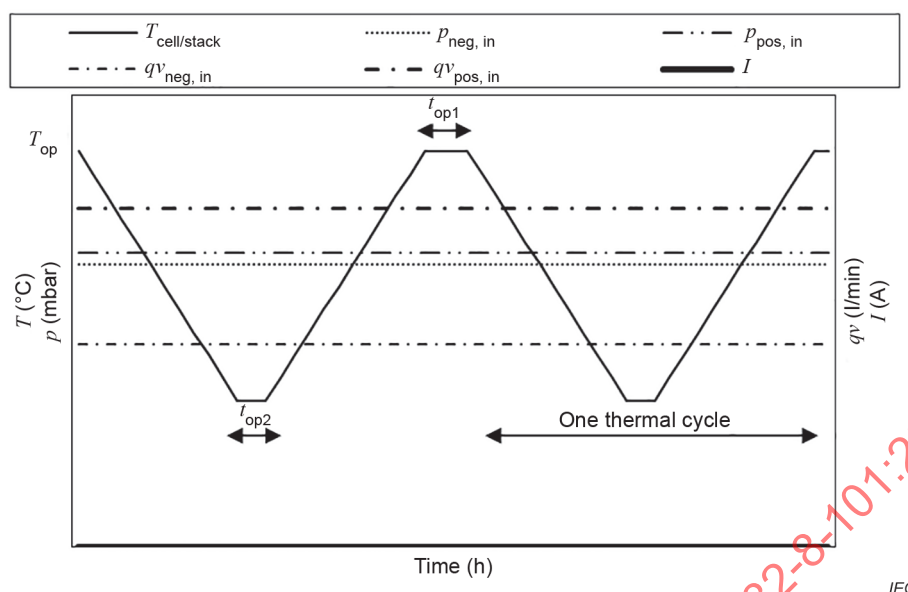
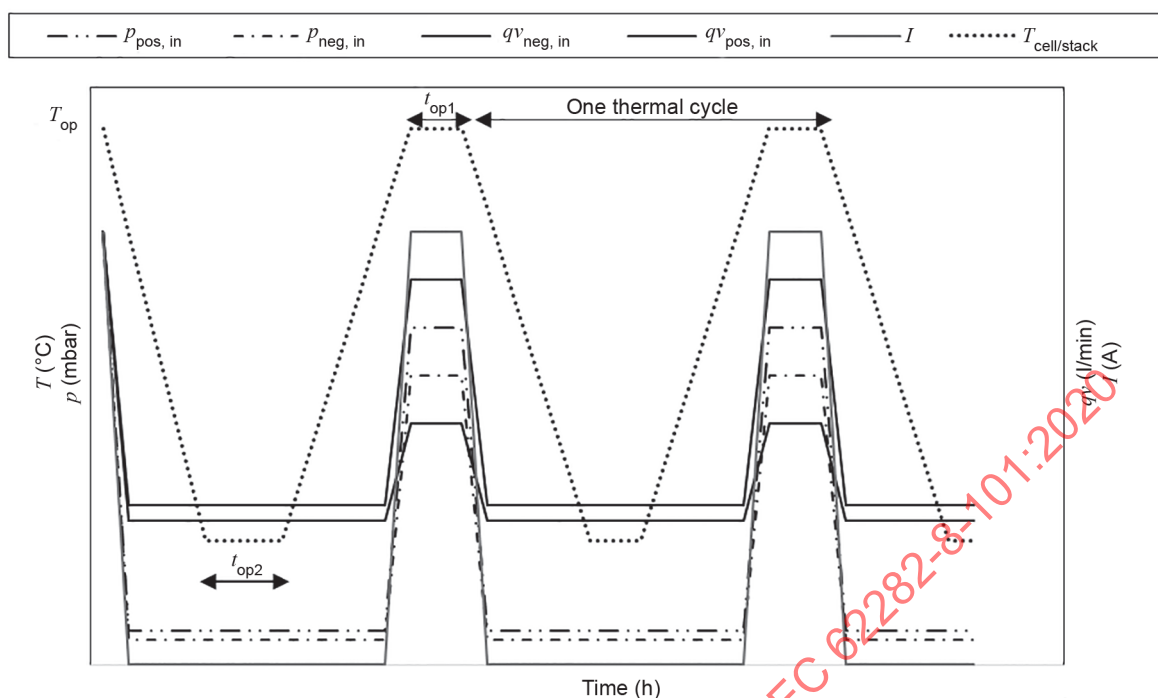


Figure A.12 – General evolution of TIPs during test: continuous thermal cycling above 600 °C (in this case with zero electric current)

- 2) During thermal cycling, the positive and negative electrode gas inlet flows ($q_{\text{neg,in}}$ and $q_{\text{pos,in}}$) and the negative and positive electrode gas inlet compositions ($x_{i,\text{neg,in}}$ and $x_{i,\text{pos,in}}$) are changed, resulting in changing negative and positive electrode gas total outlet pressures ($p_{\text{neg,out}}$ and $p_{\text{pos,out}}$). This operating mode is necessary if the temperature cycles to below 600 °C and when nickel is used as a (negative) electrode catalyst, in order to avoid nickel reoxidation. Below this temperature, the H_2 concentration in the fuel gas has to be decreased to around 4 % to maintain reducing conditions and yet avoid potentially explosive atmospheres. At the higher temperature, after stabilization of operating conditions, electric current is applied and then kept constant for a given period of time, relevant to the target application. This allows determining the evolution of the OCV, the performance at STP and thus the corresponding degradation of the cell/stack assembly unit as a result of thermal cycling. After numerous thermal cycles, or if significant degradation between the thermal cycles is suspected, it is recommended to carry out a current-voltage characteristics test (see 7.2) and a separation of resistance components test via electrochemical impedance spectroscopy (see 7.6) for a full characterization of the cell/stack assembly unit.



IEC

Figure A.13 – General evolution of TIPs during test: thermal cycling below 600 °C with gas and current changes (coupling with operation at constant current for instance)

The test starts at T_{op} . Realistic minimum temperature T_{min} , plateau duration t_{op} and the rates for cooling down and heating up $\Delta t_{furnace}/\Delta t$ should be defined based on the target application and manufacturer recommendations. Also the total duration or the targeted number of thermal cycles N_{cycles} to be tested shall be fixed beforehand.

The changes in $q_{neg,in}$ and $q_{pos,in}$, as well as the evolution of a characteristic test object temperature (T_{cell} , $T_{stack,intern}$, $T_{stack,av}$) and of V_{stack} , V_{cell} , $V_{RU,i}$ in open circuit or as a function of applied current I , are recorded as a function of time during the entire duration of the test. Since loss of gas-tightness is one of the most critical effects of thermal cycling, it is important to monitor this quantity during the test (by evaluating the OCV after each thermal cycle and by comparing inlet and outlet flow rates). Assessment of reduced gas-tightness may require stopping the test even if the foreseen duration or number of cycles is not achieved.

A.10 Pressurized test (7.9)

A.10.1 Test input parameters (TIPs)

In this test procedure, both static and variable test input parameters (TIPs) are defined, see Table A.24.

NOTE Only TIPs specific to pressure control are reported here. For the current-voltage characteristics measurements and constant load durability tests, which can in particular be performed under pressure, refer to the specific Clauses A.3 and A.5.

Table A.24 – Test input parameters (TIPs) for pressurized testing

Static TIPs		Variable TIPs	
Quantity	Symbol	Quantity	Symbol
Furnace temperature	T_{furnace}	Reactant pressure at negative electrode inlet	$p_{\text{neg,in}}$
Pressure ramp rate of cell or stack	$\Delta p_{\text{cell,stack}}/\Delta t$	Reactant pressure at positive electrode inlet	$p_{\text{pos,in}}$
		Reactant pressure at negative electrode outlet	$p_{\text{neg,out}}$
		Reactant pressure at positive electrode outlet	$p_{\text{pos,out}}$
		Vessel pressure	p_{vessel}

A.10.2 Test output parameters (TOPs)

Table A.25 lists the test output parameters (TOPs) that are determined in the application of this test.

NOTE Only TOPs specific to pressure control are reported here. For the current-voltage characteristics measurements and constant load durability tests which can in particular be performed under pressure, refer to the specific Clauses A.3 and A.5.

Table A.25 – Test output parameters (TOPs) for pressurized testing

Quantity	Symbol
Compression force on the cell/stack	F_{comp}
Dwell time at a given operating point	t_{dwell}

A.10.3 Derived quantities

Table A.26 below lists the relevant quantities that can be derived or calculated from the test input parameters and/or test output parameters.

NOTE Only derived quantities specific to pressure control are reported here. For the current-voltage characteristics measurements and constant load durability tests which can in particular be performed under pressure, refer to the specific Clauses A.3 and A.5.

Table A.26 – Derived quantities for pressurized test

Quantity	Symbol	Formula
Pressure difference between negative electrode compartment and positive electrode compartment	$\Delta p_{\text{neg-pos}}$	$p_{\text{neg,in}} - p_{\text{pos,in}}$
Pressure difference between positive electrode compartment and pressurized vessel	$\Delta p_{\text{pos-vessel}}$	$p_{\text{pos,in}} - p_{\text{vessel}}$
Pressure difference between negative electrode compartment and pressurized vessel	$\Delta p_{\text{neg-vessel}}$	$p_{\text{neg,in}} - p_{\text{vessel}}$

A.10.4 Measurement of pressurized test

The cell/stack assembly shall be in stable state before this test begins, and in particular at a fixed temperature. The operating history of the cell/stack assembly at the point of initiation of this test shall be reported when known. At this point, the specific TIPs are set and the test running time shall start to be counted.

The test starts at atmospheric pressure with fixed gas compositions and flow rates at the negative and positive electrodes, and at zero current (OCV). It can be done either in electrolysis mode or in fuel cell mode.

A realistic pressure ramp rate ($\Delta p_{\text{cell,stack}}/\Delta t$) shall be chosen, depending on the installation.

The pressure increase can be done in two ways:

- either by an increase of the inlet gas flow rates, which will modify the pressure of the cell/stack thanks to the internal pressure drop of the cell/stack and set-up; or
- by a modification of the pressure drops at the outlet of the cell/stack, thanks to valves; this second option allows to keep the flow rate and thus the fuel utilization fixed.

After modification of the pressure, and before any electrochemical measurement, a dwell time is required for stabilization.

For each pressure step, any of the previous types of measurements, and in particular current-voltage characteristics and constant load durability tests may be performed, following methods mentioned in Clauses A.3 and A.5.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62282-8-101:2020

Annex B (informative)

Guidelines for electrochemical impedance spectroscopy (EIS)

B.1 General principles

The fundamental approach of electrochemical impedance spectroscopy is to apply a sinusoidal excitation signal with small amplitude to the system under investigation and measure the corresponding sinusoidal response signal (Figure B.1). The excitation or input signal usually is either a small alternating current (AC) or a small alternating voltage, with the response signal being vice versa:

$$\text{Input signal: } i = I_{\text{pk}} \cdot \sin(\omega t) \quad (\text{B.1})$$

An electrochemical system, for example a fuel or electrolysis cell/stack assembly, usually consists of capacitive, inductive and resistive components, which create phase angles/shifts between the alternating excitation signal and the corresponding response signal (see also Figure B.1). Thus, the output signal can be formulated as follows:

$$\text{Output signal: } v = V_{\text{pk}} \cdot \sin(\omega t + \varphi) \quad (\text{B.2})$$

where

i is the excitation current;

v is the voltage response;

I_{pk} is the alternating current amplitude;

V_{pk} is the alternating voltage amplitude;

ω is the angular perturbation frequency ($\omega = 2\pi f$);

φ is the phase angle/shift (argument) of impedance
($\varphi = \arctan(\underline{Z}''/\underline{Z}')$) with range $0 \leq \varphi < 2\pi$ (anti clockwise).

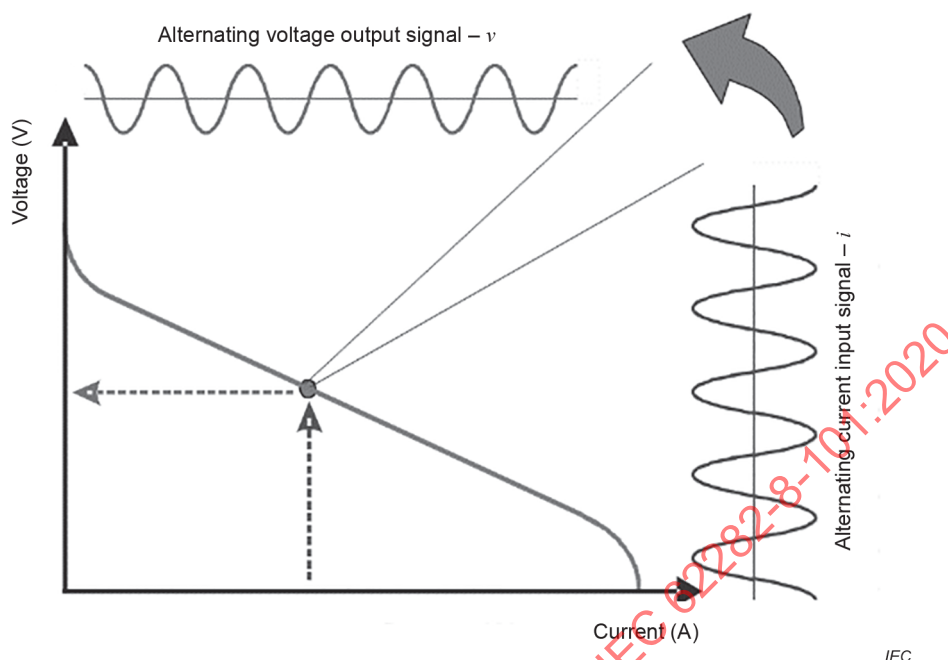


Figure B.1 – Input/output signals during electrochemical impedance spectroscopy (EIS) of a solid oxide fuel/electrolysis cell

The impedance of an electrochemical component is defined as the ratio of voltage and current signals:

$$\underline{Z}(\omega) = \frac{V}{I} = |\underline{Z}| \cdot \exp(i\varphi) = |\underline{Z}| \cdot \cos(\varphi) + i|\underline{Z}| \cdot \sin(\varphi) = \underline{Z}' + i \cdot \underline{Z}'' \quad (\text{B.3})$$

where

$\underline{V}$ is the Fourier transform of the AC part of the cell/stack voltage response (galvanostatic mode);

$\underline{I}$ is the Fourier transform of the excitation current (galvanostatic mode);

$\underline{Z}$ is the impedance $\underline{Z}' + i \cdot \underline{Z}''$ with $(\pm i)^2 = -1$;

$|\underline{Z}|$ is the impedance modulus (magnitude) $\sqrt{\underline{Z}'^2 + \underline{Z}''^2}$.

The magnitude and the phase angle of the impedances change with the frequency. Therefore, by varying the frequency of the applied signal, the impedances of the studied electrochemical system can be determined as a function of frequency.

NOTE In potentiostatic mode, the primary quantity is admittance (inverse of impedance), $Y(\omega) = \underline{Z}^{-1}(\omega)$.

B.2 EIS test equipment and set-up

If tests have to be performed in potentiostatic mode, an AC voltage waveform generator is needed. Otherwise, for galvanostatic test conditions, an AC current waveform generator is used. Further, an AC voltage/current waveform analyser (or frequency response analyser, FRA) is required for recording cell response. For measurements under current an electrical load (fuel cell mode) or an additional power supply (electrolysis mode) is necessary. Figure B.2 shows a generic set-up for the test. While the voltage is taken just from the repeating

unit of interest, the current is always applied to the whole stack. Be advised to minimize all kinds of high-frequency artefacts.

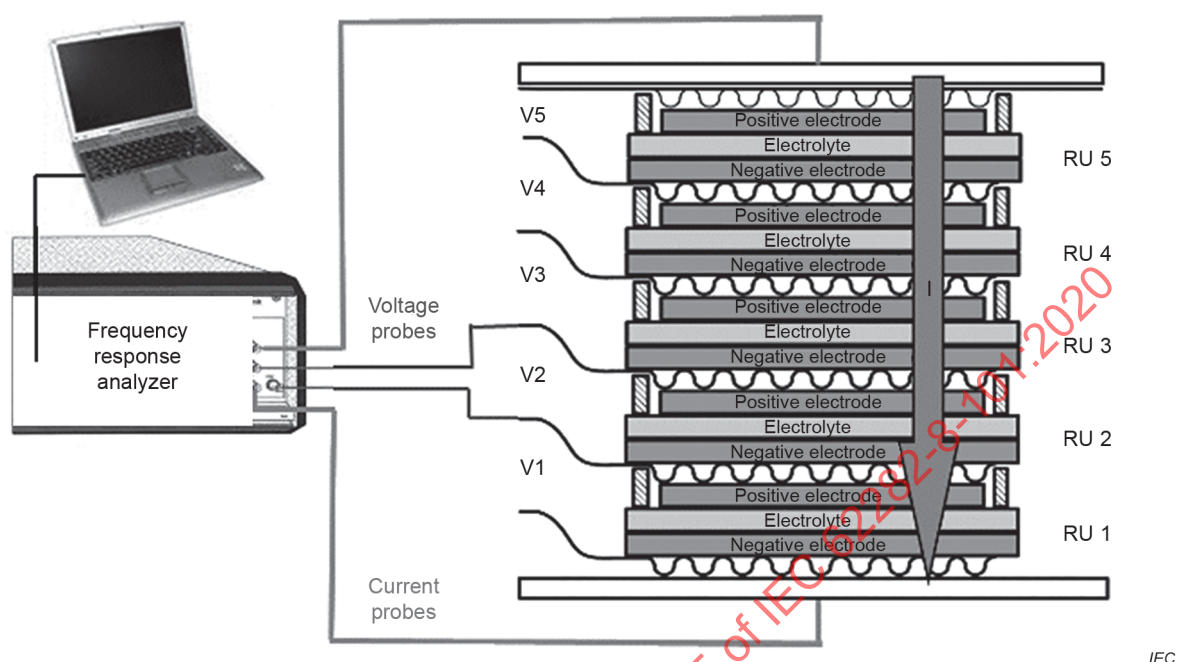
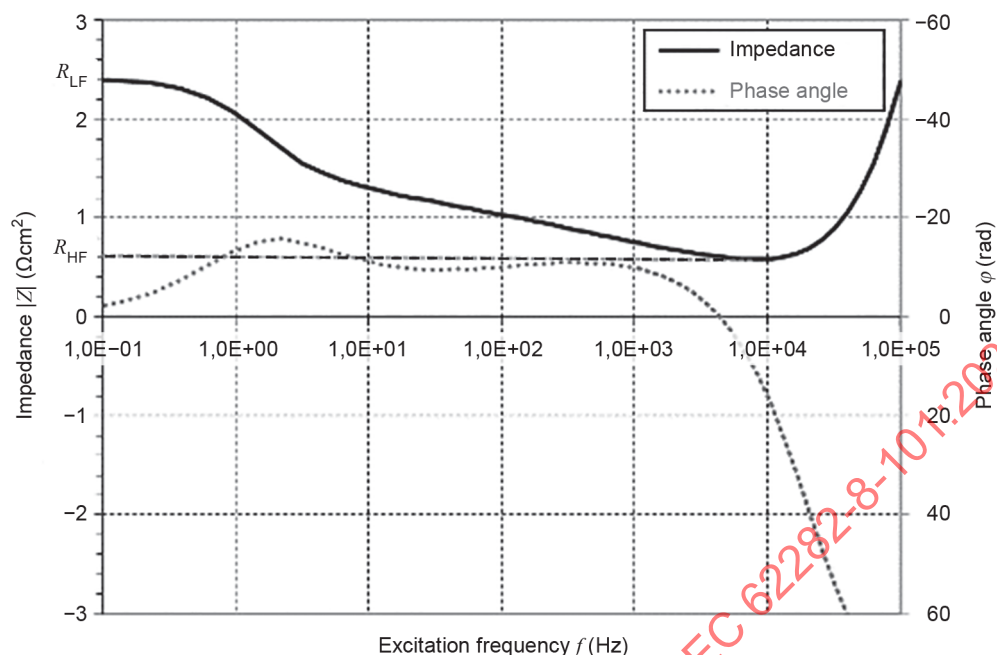


Figure B.2 – Test set-up for electrochemical impedance spectroscopy of a planar solid oxide fuel cell/electrolysis stack with 5 RUs

B.3 Representation of results

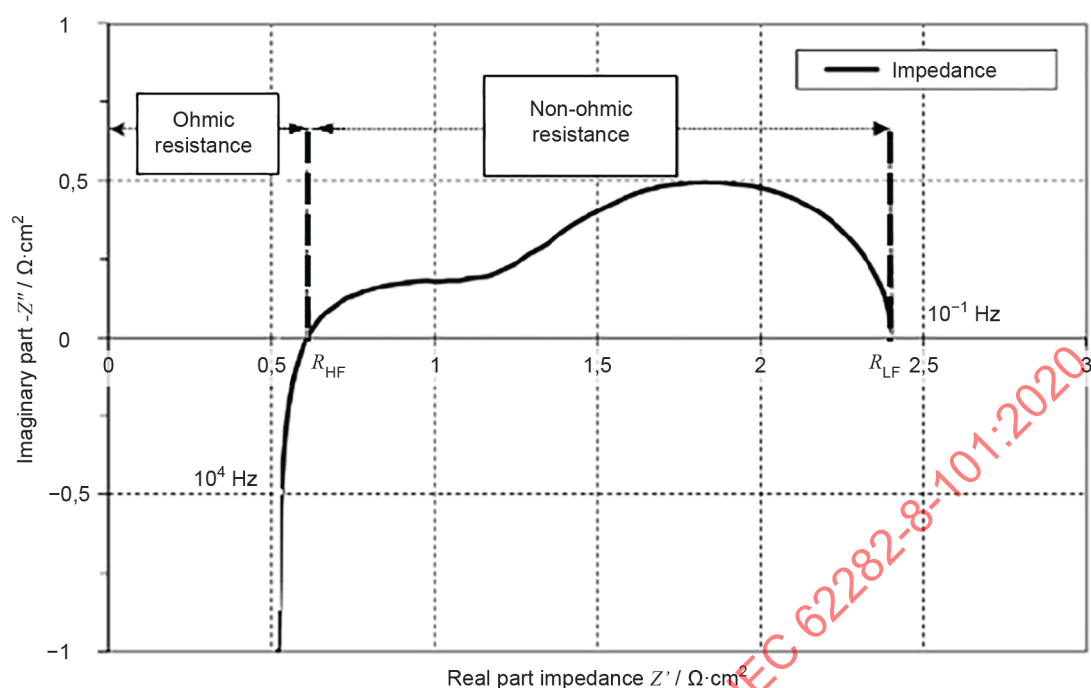
There is more than one way to illustrate the results of impedance spectra in order to interpret the processes in the cell/stack assembly unit. A Bode plot shows for example the phase angle and the modulus of impedance (see Figure B.3) as a function of frequency. Another option is to plot the real and imaginary part of the impedance as a function of frequency. Assuming the impedance reaches a constant level at low frequencies, the low-frequency resistance R_{LF} can be easily read from this graph (see Figure B.3). This represents the overall cell impedance, R_{ASR} . The lowest point of the impedance shows the high-frequency resistance R_{HF} which can be seen as the ohmic resistance of the cell/repeating unit.



IEC

Figure B.3 – Bode plot representing the modulus of impedance and phase angle against excitation frequency

In a Nyquist diagram (Figure B.4) the conjugated imaginary part and the real part of the impedance are plotted. In this case, the low-frequency resistance R_{LF} is given by the (second) intersection of the curve with the x-axis, the value of which corresponds to the ASR value taken from the $I-V$ curve. The intersection of the curve with the x axis at high frequencies shows the value of R_{HF} , which represents the ohmic losses. The difference between the low-frequency resistance R_{LF} and the high-frequency resistance R_{HF} gives the non-ohmic resistance of the cell, and reflects the electrochemical phenomena. In this diagram the arcs are caused by frequency dependent processes, for example the electrochemical process at the electrodes and gas diffusion/gas concentration processes across the negative electrode.



IEC

Figure B.4 – Nyquist plot, representing conjugate imaginary part against real part of impedance

B.4 Analysis and simulation of data

The physicochemical and electrochemical processes taking place in a fuel/electrolysis cell or stack can be modelled as an equivalent electric circuit consisting of passive elements such as resistors, capacitors and inductances. Factually, these processes are distributed in space and time hence special circuit elements describing these realistic phenomena are usually taken into consideration. For instance, the Warburg element is often employed to represent the gas diffusion impedance of the SOC electrodes while the generalized constant phase element (CPE) usually replaces the ideal capacitor to represent the double layer capacitance. The combination of two or more passive elements and each distributed element of the equivalent electric circuit represents individual physicochemical or electrochemical processes taking place in the cell/stack. Each process is excited at a particular characteristic time. There are many different circuit models which are described in literature, yet there is discrepancy on how these should be chosen/built. Different equivalent electric circuit models have shown to have virtually identical frequency dependent impedance behaviour. Therefore, care should be taken in the selection of an equivalent electric circuit model and in the interpretation of its behaviour as a simulating tool.

Annex C (normative)

Formulae for calculation of utilization values

C.1 Generic formulae

Generic formulae are given in Table C.1.

Table C.1 – Generic formulae

Description	Formula/Value	Units
Lower heating value (LHV) of hydrogen	$LHV_{H_2} = 241,77$	kJ/mol
Higher heating value (HHV) of hydrogen	$HHV_{H_2} = 285,98$	kJ/mol
Voltage equivalent to LHV	$\frac{LHV}{2F} = 1,253$	V
Voltage equivalent to HHV	$\frac{HHV}{2F} = 1,481$	V
Average RU Voltage	$V_{RU,av} = \frac{\sum_{i=1}^n V_{RU,i}}{n}$	V
Electric stack power	$P_{el} = V_{stack} \cdot I$	W
Electric power density	$P_d = V_{stack} \cdot J$	W/cm ²
Hydrogen production – water consumption	$q_{V,H_2,produced} = -q_{V,H_2O,consumed} = \frac{I}{2F}$	mol/s

C.2 Degradation

In general, degradation means the deterioration of the performance of a SOC cell/stack assembly unit. This can be reflected by either a decrease of a quantity (e.g. output power decrease in SOFC mode) or an increase of a quantity (e.g. ASR increase).

The absolute degradation $\Delta\alpha$ of a quantity α within the time from t_0 to t_1 is calculated as the difference between the final value $\alpha(t_1)$ and the initial value $\alpha(t_0)$:

$$\Delta\alpha = \alpha(t_1) - \alpha(t_0) \quad (C.1)$$

This formula takes the algebraic sign into account. Hence, an increase of the quantity leads to positive $\Delta Y > 0$, whereas a decrease results in negative $\Delta Y < 0$.

The relative degradation ΔY_{rel} is calculated by dividing ΔY by the initial value (t_0):

$$\Delta\alpha = \frac{\alpha(t_1) - \alpha(t_0)}{\alpha(t_0)} \times 100\% \quad (C.2)$$

Usually, these values are normalized to the relevant time interval:

$$\frac{\Delta\alpha}{\Delta t} = \frac{\Delta\alpha}{t_1 - t_0} \quad \text{with the unit [value / time unit]} \quad (\text{C.3})$$

$$\frac{\Delta\alpha_{\text{rel}}}{\Delta t} = \frac{\Delta\alpha_{\text{rel}}}{t_1 - t_0} \quad \text{with the unit [% / time unit]} \quad (\text{C.4})$$

In order to make degradation rates comparable, typically normalization based on 1 000 h is performed:

$$\Delta t = t_1 - t_0 = 1\,000 \quad (\text{C.5})$$

$$\Delta\alpha \cdot \frac{1\,000}{\Delta t} = \Delta\alpha \cdot \frac{1\,000}{(t_1 - t_0)} \quad \text{with the unit [value / 1 000 h]} \quad (\text{C.6})$$

$$\Delta\alpha_{\text{rel}} \cdot \frac{1\,000}{\Delta t} = \Delta\alpha_{\text{rel}} \cdot \frac{1\,000}{(t_1 - t_0)} \quad \text{with the unit [% / 1 000 h]} \quad (\text{C.7})$$

C.3 Area-specific resistance (ASR)

The area-specific resistance can be determined from the current-voltage characteristic. Therefore, a small voltage interval where the current voltage curve is nearly linear is needed. The difference in voltage $\Delta V(J)$ divided by the difference of the corresponding current density ΔJ is used to calculate the ASR (R_{ASR}).

$$R_{\text{ASR}}(J) = \frac{\Delta V(J)}{\Delta J} \quad (\text{C.8})$$

The ASR is dependent on the current. In the non-linear region of the current-voltage curve, it is recommended to choose small voltage and current intervals.

C.4 Temperatures

Some stack designs do not allow a direct measurement of the internal temperature of the stack. In this case, an average temperature of the stack $T_{\text{stack,av}}$ shall be calculated as a substitute for the internal temperature. The calculation can include the temperature of gases as well as the temperature of the end plates (in planar configuration). Depending on which temperatures can be measured, an average temperature can be calculated as follows:

$$T_{\text{stack,av}} = \frac{T_{\text{TP}} + T_{\text{BP}} + T_{\text{neg,in}} + T_{\text{neg,out}} + T_{\text{pos,in}} + T_{\text{pos,out}}}{6} \quad (\text{C.9})$$

A stack can be damaged during the start-up if the temperature gradient between the gas inlets and the stack itself is too high. A value for the maximum temperature difference during start-up can be calculated with the following formula if the internal temperature cannot be measured directly:

$$\Delta T_{\text{max}} = \frac{T_{\text{neg,in}} + T_{\text{pos,in}}}{2} - \frac{T_{\text{TP}} + T_{\text{BP}}}{2} \quad (\text{C.10})$$

Bibliography

IEC TS 62282-7-2:2014, *Fuel cell technologies – Part 7-2: Test methods – Single cell and stack performance tests for solid oxide fuel cells (SOFC)*

IEC 62282-8-102, *Fuel cell technologies – Part 8-102: Energy storage systems using fuel cell modules in reverse mode – Test procedures for the performance of single cells and stacks with proton exchange membranes, including reversible operation*

IEC 62282-8-201, *Fuel cell technologies – Part 8-201: Energy storage systems using fuel cell modules in reverse mode – Test procedures for the performance of power-to-power systems*

ISO/TR 15916, *Basic considerations for the safety of hydrogen systems*

SOCTESQA (Solid Oxide Cell and Stack Testing, Safety and Quality Assurance, www.soctesqa.eu) – A European project funded by the Fuel Cells and Hydrogen Joint Undertaking under Grant Agreement 621245 – supplied the following seed material:

- Test Module 00: "General SOC Testing Guidelines"
- Test Module 02: "Start-up"
- Test Module 03: "Current-voltage characteristics"
- Test Module 04: "Electrochemical impedance spectroscopy"
- Test Module 07: "Reactant Utilization"
- Test Module 08: "Reactant Gas Composition"
- Test Module 09: "Temperature Sensitivity"
- Test Module 12: "Operation under constant current"
- Test Module 13: "Operation under varying current"
- Test Module 14: "Thermal cycling"
- Test Module 16: "Shutdown"
- Test Program 01: "Test program for the stationary application of SOFC in a micro-CHP system"
- Test Program 02: "Test program for mobile application of SOFC in an APU"
- Test Program 03: "Test program for the application of SOEC in a power-to-gas system"
- Test Program 04: "Test program for the application of combined SOFC/SOEC in a power-to-gas-to-power system"

ISO/IEC Guide 98-3:2008, *Uncertainty of measurement – Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995)*

The Fuel Cells Testing and Standardisation Network, Fuel Cells Glossary, G. Tsotridis, A. Podias, W. Winkler and M. Scagliotti, eds., EUR22295EN, June 2006

Näslund, M., Accelerated SOFC lifetime test procedures, Dansk Gasteknisk Center a/s, Horsholm 2012

EU – Project METSOFC – Project final report

T David Griffith, Chapter 4 In Basic Principles and Calculations in Process Technology, Prentice Hall, New York, Boston, Indianapolis, San Francisco, Toronto, Montreal, London, Munich, Paris, Madrid, Cape Town, Sydney, Tokyo, Singapore, Mexico City (2016), pp 93-122

R (de Lear) Kronig. On the theory of the dispersion of x-rays. J Opt Soc Am 12(6):547-556, 1926

H A Kramers. La difusion de la lumière par les atomes. Atti Cong Intern Fisici (Trans Volta Centenary Cong) Como, 2:545-557, 1927

C F Bohren. What did Kramers and Kronig do and how did they do it? Eur J Phys 31(3): 573-577, 2010

E Barsoukov and J R Macdonald, editors. Impedance Spectroscopy: Theory, Experiment, and Applications. Wiley-Intersci, Chichester, 2nd edition, April 2005

M E Orazem and B Tribollet, editors. Electrochemical Impedance Spectroscopy. Electrochemical Society Series. J. Wiley & Son, Hoboken, NJ, 1st edition, September 2008

V F Lvovich. Impedance Spectroscopy: Applications to Electrochemical and Dielectric Phenomena. J. Wiley & Son, Hoboken, NJ, 2012

W Ehm, H Göhr, R Kaus, B Roseler, C A Schiller. The evaluation of electrochemical impedance spectra using a modified logarithmic Hilbert transform. ACH-Models Chem 137 (2-3):145–157, 2000

C A Schiller, F Richter, E Gülzow, N Wagner: Validation and evaluation of electrochemical impedance spectra of systems with states that change with time. PhysChemChemPhys 3(3): 374–378, 2001

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62282-8-101:2020

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS	85
INTRODUCTION.....	87
1 Domaine d'application	88
2 Références normatives	88
3 Termes, définitions, termes abrégés et symboles	89
3.1 Termes et définitions	89
3.2 Termes abrégés et symboles	96
3.2.1 Termes abrégés.....	96
3.2.2 Symboles.....	96
3.3 Conditions de référence du gaz.....	100
4 Conditions générales de sécurité.....	100
5 Environnement d'essai	101
5.1 Généralités	101
5.2 Cellule	101
5.3 Pile	102
5.4 Installation expérimentale	103
5.4.1 Généralités.....	103
5.4.2 Équipement de contrôle des gaz d'électrode.....	103
5.4.3 Équipement de gestion thermique.....	103
5.4.4 Équipement de contrôle de la charge/de l'alimentation électrique	104
5.4.5 Équipement de mesure et d'acquisition de données.....	104
5.4.6 Équipement de sécurité	104
5.4.7 Équipement de contrôle de la force de compression	104
5.4.8 Équipement de contrôle de la pression	104
5.5 Interface entre l'objet d'essai et l'installation expérimentale	104
5.6 Contrôle des paramètres et mesurage	106
5.7 Incertitude de mesure des TIP et TOP	107
5.8 Montage de l'objet d'essai dans l'installation expérimentale.....	107
5.9 Critères de stabilité.....	108
6 Instruments et méthodes de mesure	108
6.1 Généralités	108
6.2 Incertitude des instruments.....	108
6.3 Instruments et méthodes de mesure recommandés.....	109
6.3.1 Mesurage du débit d'entrée du gaz d'électrode.....	109
6.3.2 Mesurage de la composition du gaz d'électrode.....	109
6.3.3 Mesurage de la température du gaz d'électrode.....	110
6.3.4 Mesurage de la pression du gaz d'électrode	110
6.3.5 Mesurage du débit du gaz d'échappement de l'électrode	111
6.3.6 Mesurage de la tension de l'entité d'assemblage de cellules/piles	111
6.3.7 Mesurage du courant de l'entité d'assemblage de cellules/piles.....	111
6.3.8 Mesurage de la température de l'entité d'assemblage de cellules/piles.....	111
6.3.9 Mesurage de la force de compression.....	111
6.3.10 Mesurage de l'impédance totale	112
6.3.11 Mesurage des conditions ambiantes	112
6.4 Conditions d'essai et recommandations du fabricant.....	112
6.4.1 Conditions de démarrage et d'arrêt.....	112

6.4.2	Plage des conditions d'essai.....	112
6.4.3	Stabilisation, conditions d'initialisation et état stable.....	113
6.4.4	Durée de maintien, durée de mise en équilibre, durée d'acquisition.....	113
6.5	Méthode d'acquisition des données.....	113
7	Procédures d'essai et calcul des résultats.....	113
7.1	Généralités.....	113
7.2	Essai de caractéristiques courant-tension.....	114
7.2.1	Objectif de l'essai.....	114
7.2.2	Méthode d'essai.....	114
7.2.3	Post-traitement des données.....	114
7.3	Essai d'utilisation de réactif efficace.....	115
7.3.1	Objectif de l'essai.....	115
7.3.2	Méthode d'essai.....	115
7.3.3	Post-traitement des données.....	116
7.4	Essai de durabilité.....	116
7.4.1	Objectif de l'essai.....	116
7.4.2	Méthode d'essai.....	116
7.4.3	Post-traitement des données.....	116
7.5	Essai de sensibilité à la température.....	117
7.5.1	Objectif de l'essai.....	117
7.5.2	Méthode d'essai.....	117
7.5.3	Post-traitement des données.....	118
7.6	Essai de séparation des composants de résistance au moyen de la spectroscopie de l'impédance électrochimique.....	118
7.6.1	Objectif de l'essai.....	118
7.6.2	Méthode d'essai.....	119
7.6.3	Post-traitement des données.....	119
7.7	Essai de durabilité à cycle de courant.....	120
7.7.1	Objectif de l'essai.....	120
7.7.2	Méthode d'essai.....	120
7.7.3	Post-traitement des données.....	121
7.8	Essai de cycle thermique.....	121
7.8.1	Objectif.....	121
7.8.2	Méthode d'essai.....	121
7.8.3	Post-traitement des données.....	122
7.9	Essai sous pression.....	122
7.9.1	Objectif de l'essai.....	122
7.9.2	Méthode d'essai.....	122
7.9.3	Post-traitement des données.....	123
8	Rapport d'essai.....	123
8.1	Généralités.....	123
8.2	Éléments contenus dans le rapport.....	123
8.3	Description des données relatives à l'entité d'essai.....	124
8.4	Description des conditions d'essai.....	124
8.5	Description des données d'essai.....	124
8.6	Évaluation de l'incertitude.....	124
Annexe A (normative)	Procédures d'essai détaillées.....	125
A.1	Objectif d'essai.....	125
A.2	Installation.....	125

A.3	Essai de caractéristiques courant-tension (voir 7.2)	126
A.3.1	Paramètres d'entrée d'essai (TIP)	126
A.3.2	Paramètres de sortie d'essai (TOP)	126
A.3.3	Grandeurs dérivées	127
A.3.4	Mesurage des caractéristiques courant-tension	127
A.4	Essai d'utilisation de réactif efficace (7.3)	129
A.4.1	Paramètres d'entrée d'essai (TIP)	129
A.4.2	Paramètres de sortie d'essai (TOP)	131
A.4.3	Grandeurs dérivées	131
A.4.4	Mesurage de l'utilisation de réactif efficace	132
A.5	Essai de durabilité (7.4)	133
A.5.1	Paramètres d'entrée d'essai (TIP)	133
A.5.2	Paramètres de sortie d'essai (TOP)	133
A.5.3	Grandeurs dérivées	134
A.5.4	Mesurage de la durabilité	134
A.6	Essai de sensibilité à la température (7.5)	135
A.6.1	Paramètres d'entrée d'essai (TIP)	135
A.6.2	Paramètres de sortie d'essai (TOP)	136
A.6.3	Grandeurs dérivées	136
A.6.4	Mesurage de la sensibilité à la température	137
A.7	Essai de séparation des composants de résistance au moyen de la spectroscopie de l'impédance électrochimique (7.6)	138
A.7.1	Paramètres d'entrée d'essai (TIP)	138
A.7.2	Paramètres de sortie d'essai (TOP)	138
A.7.3	Grandeurs dérivées	139
A.7.4	Mesurage des composants de résistance au moyen de l'EIS	139
A.7.5	Mesurage des plages de fréquences	139
A.8	Essai de durabilité à cycle de courant (7.7)	140
A.8.1	Paramètres d'entrée d'essai (TIP)	140
A.8.2	Paramètres de sortie d'essai (TOP)	141
A.8.3	Grandeurs dérivées	141
A.8.4	Mesurage de la durabilité à cycle de courant	141
A.9	Essai de cycle thermique (7.8)	144
A.9.1	Paramètres d'entrée d'essai (TIP)	144
A.9.2	Paramètres de sortie d'essai (TOP)	145
A.9.3	Grandeurs dérivées	146
A.9.4	Mesurage du cycle thermique	146
A.10	Essai sous pression (7.9)	148
A.10.1	Paramètres d'entrée d'essai (TIP)	148
A.10.2	Paramètres de sortie d'essai (TOP)	149
A.10.3	Grandeurs dérivées	149
A.10.4	Mesurage de l'essai sous pression	149
Annexe B (informative) Lignes directrices relatives à la spectroscopie de l'impédance électrochimique (EIS)		151
B.1	Principes généraux	151
B.2	Équipement et installation d'essai de l'EIS	153
B.3	Représentation des résultats	153
B.4	Analyse et simulation des données	155
Annexe C (normative) Formules pour le calcul des valeurs d'utilisation		156

C.1	Formules génériques	156
C.2	Dégradation	156
C.3	Résistance spécifique à la surface (ASR).....	157
C.4	Températures	157
	Bibliographie.....	158

Figure 1 – Représentation schématique éclatée d'un objet d'essai d'une cellule élémentaire planaire consistant en une SOC dans un boîtier de cellule.....	102
Figure 2 – Représentation schématique d'un objet d'essai d'une pile SOC planaire avec N RU comprenant une structure de support (plaques haute et basse).....	102
Figure 3 – Représentation schématique d'un environnement d'essai d'une entité d'assemblage de cellules/piles SOC	103
Figure 4 – Environnement d'essai avec interfaces entre la cellule SOC et l'installation expérimentale	105
Figure 5 – Environnement d'essai avec interfaces entre la pile SOC et l'installation expérimentale	106
Figure A.1 – Représentation qualitative des TIP lors d'un essai de caractéristiques courant-tension en fonctionnement combiné (SOFC et SOEC).....	128
Figure A.2 – Représentation schématique de la procédure d'essai de caractéristiques courant-tension à deux points de consigne consécutifs k et $k + 1$	128
Figure A.3 – Représentation schématique d'une courbe $J-V$ en mode électrolyse et pile à combustible	129
Figure A.4 – Représentation qualitative des TIP lors de la réalisation d'un essai d'utilisation de réactif efficace, en modifiant le débit du réactif de l'électrode négative ($q_{V,neg,in}$) qui consiste en de l'hydrogène et de l'azote	132
Figure A.5 – Représentation qualitative des TIP lors d'un essai de durabilité (en mode galvanostatique)	135
Figure A.6 – Représentation qualitative des TIP lors d'un essai de sensibilité à la température	137
Figure A.7 – Représentation qualitative des TIP lors d'un essai de durabilité à cycle de courant	143
Figure A.8 – Profil de courant d'un système SOEC avec commutation rapide en conditions thermiquement neutres	144
Figure A.9 – Profil de courant d'un système SOEC avec commutation rapide en conditions exothermiques	144
Figure A.10 – Profil de courant d'un système SOEC avec une source d'énergie renouvelable et des conditions thermiquement neutres	144
Figure A.11 – Profil de courant d'un système SOEC avec une source d'énergie renouvelable et des conditions exothermiques	144
Figure A.12 – Évolution générale des TIP lors d'un essai: cycle thermique continu au-delà de 600 °C (dans ce cas avec un courant électrique de zéro)	147
Figure A.13 – Évolution générale des TIP lors d'un essai: cycle thermique au-dessous de 600 °C avec modifications du gaz et du courant (couplage avec le fonctionnement à courant constant par exemple).....	148
Figure B.1 – Signaux d'entrée/sortie lors de la spectroscopie de l'impédance électrochimique (EIS) d'une cellule à combustible/électrolyse à oxyde solide	152
Figure B.2 – Installation d'essai de la spectroscopie de l'impédance électrochimique d'une pile à combustible/électrolyse à oxyde solide planaire avec 5 unités répétées.....	153
Figure B.3 – Diagramme de Bode représentant le module d'impédance et l'angle de phase par rapport à la fréquence d'excitation.....	154

Figure B.4 – Diagramme de Nyquist représentant la partie imaginaire par rapport à la partie réelle de l'impédance 155

Tableau 1 – Symboles	96
Tableau 2 – Critères de stabilité des TIP et TOP comme référence.....	108
Tableau 3 – Incertitude des instruments pour chaque grandeur à mesurer	109
Tableau A.1 – Paramètres d'entrée d'essai (TIP) pour un essai de caractéristiques courant-tension.....	126
Tableau A.2 – Paramètres de sortie d'essai (TOP) pour un essai des caractéristiques courant-tension.....	127
Tableau A.3 – Grandeurs dérivées pour un essai des caractéristiques courant-tension.....	127
Tableau A.4 – Paramètres d'entrée d'essai (TIP) pour un essai d'utilisation de réactif à l'électrode négative.....	130
Tableau A.5 – Paramètres d'entrée d'essai (TIP) pour un essai d'utilisation de réactif à l'électrode positive.....	130
Tableau A.6 – Paramètres de sortie d'essai (TOP) pour un essai d'utilisation de réactif efficace.....	131
Tableau A.7 – Grandeurs dérivées pour un essai d'utilisation de réactif efficace.....	132
Tableau A.8 – Paramètres d'entrée d'essai (TIP) pour un essai de durabilité	133
Tableau A.9 – Paramètres de sortie d'essai (TOP) pour un essai de durabilité.....	134
Tableau A.10 – Grandeurs dérivées pour un essai de durabilité à charge constante	134
Tableau A.11 – Paramètres d'entrée d'essai (TIP) pour un essai de sensibilité à la température	135
Tableau A.12 – Paramètres de sortie d'essai (TOP) pour un essai de sensibilité à la température	136
Tableau A.13 – Grandeurs dérivées pour un essai de sensibilité à la température	136
Tableau A.14 – Paramètres d'entrée d'essai (TIP) pour un essai EIS.....	138
Tableau A.15 – Paramètres de sortie d'essai (TOP) pour un essai EIS	139
Tableau A.16 – Grandeurs dérivées pour un essai EIS	139
Tableau A.17 – Paramètres d'entrée d'essai (TIP) pour un essai de durabilité à cycle de courant en mode de fonctionnement unique (pile à combustible ou électrolyse)	140
Tableau A.18 – Paramètres d'entrée d'essai (TIP) pour un essai de durabilité à cycle de courant couvrant deux modes de fonctionnement (pile à combustible et électrolyse).....	140
Tableau A.19 – Paramètres de sortie d'essai (TOP) pour un essai de durabilité à cycle de courant	141
Tableau A.20 – Grandeurs dérivées pour un essai de durabilité à cycle de courant	141
Tableau A.21 – Paramètres d'entrée d'essai (TIP) pour un cycle thermique	145
Tableau A.22 – Paramètres de sortie d'essai (TOP) pour un cycle thermique	145
Tableau A.23 – Grandeurs dérivées pour un essai de cycle thermique.....	146
Tableau A.24 – Paramètres d'entrée d'essai (TIP) pour un essai sous pression.....	149
Tableau A.25 – Paramètres de sortie d'essai (TOP) pour un essai sous pression	149
Tableau A.26 – Grandeurs dérivées pour un essai sous pression	149
Tableau C.1 – Formules génériques	156

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

TECHNOLOGIES DES PILES A COMBUSTIBLE –

Partie 8-101: Système de stockage de l'énergie utilisant des modules à piles à combustible en mode inversé – Procédures d'essai pour la performance des cellules élémentaires et des piles à oxyde solide, comprenant le fonctionnement réversible

AVANT-PROPOS

- 1) La Commission Electrotechnique Internationale (IEC) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de l'IEC). L'IEC a pour objet de favoriser la coopération internationale pour toutes les questions de normalisation dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. A cet effet, l'IEC – entre autres activités – publie des Normes internationales, des Spécifications techniques, des Rapports techniques, des Spécifications accessibles au public (PAS) et des Guides (ci-après dénommés "Publication(s) de l'IEC"). Leur élaboration est confiée à des comités d'études, aux travaux desquels tout Comité national intéressé par le sujet traité peut participer. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'IEC, participent également aux travaux. L'IEC collabore étroitement avec l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO), selon des conditions fixées par accord entre les deux organisations.
- 2) Les décisions ou accords officiels de l'IEC concernant les questions techniques représentent, dans la mesure du possible, un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux de l'IEC intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les Publications de l'IEC se présentent sous la forme de recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux de l'IEC. Tous les efforts raisonnables sont entrepris afin que l'IEC s'assure de l'exactitude du contenu technique de ses publications; l'IEC ne peut pas être tenue responsable de l'éventuelle mauvaise utilisation ou interprétation qui en est faite par un quelconque utilisateur final.
- 4) Dans le but d'encourager l'uniformité internationale, les Comités nationaux de l'IEC s'engagent, dans toute la mesure possible, à appliquer de façon transparente les Publications de l'IEC dans leurs publications nationales et régionales. Toutes divergences entre toutes Publications de l'IEC et toutes publications nationales ou régionales correspondantes doivent être indiquées en termes clairs dans ces dernières.
- 5) L'IEC elle-même ne fournit aucune attestation de conformité. Des organismes de certification indépendants fournissent des services d'évaluation de conformité et, dans certains secteurs, accèdent aux marques de conformité de l'IEC. L'IEC n'est responsable d'aucun des services effectués par les organismes de certification indépendants.
- 6) Tous les utilisateurs doivent s'assurer qu'ils sont en possession de la dernière édition de cette publication.
- 7) Aucune responsabilité ne doit être imputée à l'IEC, à ses administrateurs, employés, auxiliaires ou mandataires, y compris ses experts particuliers et les membres de ses comités d'études et des Comités nationaux de l'IEC, pour tout préjudice causé en cas de dommages corporels et matériels, ou de tout autre dommage de quelque nature que ce soit, directe ou indirecte, ou pour supporter les coûts (y compris les frais de justice) et les dépenses découlant de la publication ou de l'utilisation de cette Publication de l'IEC ou de toute autre Publication de l'IEC, ou au crédit qui lui est accordé.
- 8) L'attention est attirée sur les références normatives citées dans cette publication. L'utilisation de publications référencées est obligatoire pour une application correcte de la présente publication.
- 9) L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments de la présente Publication de l'IEC peuvent faire l'objet de droits de brevet. L'IEC ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de brevets et de ne pas avoir signalé leur existence.

La Norme internationale IEC 62282-8-101 a été établie par le comité d'études 105 de l'IEC: Technologies des piles à combustible.

Le texte de cette Norme internationale est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
105/765/FDIS	105/779/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 internationale.

Ce document a été rédigé selon les Directives ISO/IEC, Partie 2.

Une liste de toutes les parties de la série IEC 62282, publiées sous le titre général *Technologies des piles à combustible*, peut être consultée sur le site web de l'IEC.

Le comité a décidé que le contenu de ce document ne sera pas modifié avant la date de stabilité indiquée sur le site web de l'IEC sous "<http://webstore.iec.ch>" dans les données relatives au document recherché. À cette date, le document sera

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

IMPORTANT – Le logo "colour inside" qui se trouve sur la page de couverture de cette publication indique qu'elle contient des couleurs qui sont considérées comme utiles à une bonne compréhension de son contenu. Les utilisateurs devraient, par conséquent, imprimer cette publication en utilisant une imprimante couleur.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62282-8-101:2020

INTRODUCTION

Le présent document décrit des méthodes d'essai pour une cellule élémentaire ou pile (appelée "cellule/pile" dans le présent document) destinées à être utilisées dans les systèmes de stockage de l'énergie utilisant des piles à combustible à oxyde solide (SOFC) combinées à des piles à électrolyse à oxyde solide (SOEC), ou utilisant directement des piles à oxyde solide réversibles (Re-SOC, voir la Note à l'Article 1). Les méthodes d'essai ont pour objectif de fournir des lignes directrices pour la description des performances en temps réel et pour la durabilité de la cellule/pile.

Les SOFC, SOEC et Re-SOC se présentent sous une large plage de géométries (par exemple, planaire, tubulaire et leurs variations) et de tailles. En général, les périphériques comme les collecteurs de courant et les rampes d'alimentation en gaz sont uniques à chaque cellule ou pile et sont le plus souvent incorporés dans une cellule ou une pile afin de former une unité intégrée. De plus, elles ont tendance à avoir un effet significatif sur les caractéristiques de génération de puissance de la cellule ou pile. Le présent document a donc comme sujet les "entités d'assemblage de cellules/piles", qui sont des entités contenant non seulement une cellule ou une pile mais également des périphériques.

Le présent document s'applique généralement à tous les types ou géométries de SOFC, SOEC et Re-SOC, sauf mention contraire.

L'IEC 62282-8 (toutes les parties) a pour but le développement des méthodes d'essai de performance pour les systèmes de stockage de l'énergie et les systèmes tampons fondés sur des modules électrochimiques (qui combinent des piles à combustible et à électrolyse, en particulier des piles à combustible réversibles), en tenant compte des options de réélectrification et de production de substance (et de chaleur) pour l'intégration durable des sources d'énergie renouvelables.

Sous le titre général "Systèmes de stockage de l'énergie utilisant des modules à piles à combustible en mode inversé", la série IEC 62282-8 comprendra les parties suivantes:

- IEC 62282-8-101: *Procédures d'essai pour la performance des cellules élémentaires et des piles à oxyde solide, comprenant le fonctionnement réversible*
- IEC 62282-8-102: *Procédures d'essai pour la performance des cellules élémentaires et des piles à membrane échangeuse de protons, comprenant le fonctionnement réversible*
- IEC 62282-8-103¹: *Alkaline single cell and stack performance including reversible operation* (disponible en anglais seulement)
- IEC 62282-8-201: *Procédure d'essai pour la performance des systèmes électriques à électriques*
- IEC 62282-8-202²: *Power-to-power systems – Safety* (disponible en anglais seulement)
- Série IEC 62282-8-300³: *Power-to-substance systems* (disponible en anglais seulement)

Les parties 8-101, 8-102 et 8-201, constituant une priorité dictée par les besoins émergents des industries et par les opportunités de développement techniques, ont été initiées conjointement et en premier lieu. Ces parties sont présentées ensemble afin de souligner le besoin d'une approche intégrée relative à l'application du système (c'est-à-dire une solution pour le stockage de l'énergie) et ses composants fondamentaux (c'est-à-dire les piles à combustible fonctionnant en mode inversé ou en mode réversible).

Les parties 8-103, 8-202 et 8-300 sont proposées et laissées comme amorce à une étape ultérieure.

¹ À l'étude.

² À l'étude.

³ À l'étude.

TECHNOLOGIES DES PILES A COMBUSTIBLE –

Partie 8-101: Système de stockage de l'énergie utilisant des modules à piles à combustible en mode inversé – Procédures d'essai pour la performance des cellules élémentaires et des piles à oxyde solide, comprenant le fonctionnement réversible

1 Domaine d'application

La présente partie de l'IEC 62282 traite des entités d'assemblage de cellules/piles à oxyde solide (SOC). Elle fournit des méthodes de mesure et des instruments aux systèmes afin de soumettre à l'essai la performance des entités d'assemblage de cellules/piles SOC en matière de stockage de l'énergie. Elle évalue la performance des piles à combustible, des piles à électrolyse et/ou en fonctionnement réversible.

Le présent document ne s'applique pas aux petits éléments boutons conçus pour les essais de matière des SOC et ne fournit pas de moyen pratique de mesurage de l'utilisation de réactifs, ou aux SOC à chambre unique. Le présent document n'est pas destinée à être appliquée aux entités d'assemblage de cellules/piles destinées à la génération d'énergie seulement, car celles-ci sont couvertes par l'IEC TS 62282-7-2. Par conséquent, les méthodes d'essai applicables au mode combustible seulement et déjà décrites dans l'IEC TS 62282-7-2 ne sont pas comprises dans le présent document.

Le présent document est destiné à être utilisé pour les échanges de données des transactions commerciales entre les fabricants de cellules/piles et les développeurs système, ou pour l'acquisition de données relatives à une cellule ou une pile permettant d'estimer la performance d'un système qui se base sur cette cellule/pile. Les utilisateurs du présent document peuvent choisir les éléments d'essai à exécuter selon leurs objectifs à partir de ceux décrits dans le présent document. Les utilisateurs peuvent également substituer les méthodes d'essai choisies dans le présent document avec des méthodes d'essai équivalentes données dans l'IEC TS 62282-7-2 pour les SOC fonctionnant en mode combustible seulement.

NOTE 1 Dans le contexte du présent document, le terme "réversible" ne fait pas référence au processus idéal thermodynamique. Il est courant dans le domaine des piles à combustible d'appeler "réversible" le fonctionnement d'une pile à oxyde solide qui alterne entre le mode combustible et le mode électrolyse.

NOTE 2 Le présent document ne prend en considération que les électrolyses de la vapeur. D'autres réactifs en mode électrolyse peuvent être utilisés, à condition que des mesures appropriées soient prises pour le traitement des réactifs et des produits spécifiques, et que les lignes directrices relatives au mesurage, au contrôle et à l'analyse des résultats post-essai soient adaptées en conséquence.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

IEC 60050-485, *Vocabulaire électrotechnique international – Partie 485: Technologies des piles à combustible* (disponible sous www.electropedia.org)

IEC 61515:2016, *Câbles et couples thermoélectriques à isolation minérale dits "chemisés"*

IEC 60584-1, *Couples thermoélectriques – Partie 1: Spécifications et tolérances en matière de FEM*

IEC 60584-2, *Couples thermoélectriques – Partie 2: Tolérance*

IEC 60584-3, *Couples thermoélectriques – Partie 3: Câbles d'extension et de compensation – Tolérances et système d'identification*

ISO 5168, *Measurement of fluid flow – Procedures for the evaluation of uncertainties* (disponible en anglais seulement)

ISO 6141, *Analyse des gaz – Contenu des certificats des mélanges de gaz pour étalonnage*

ISO 6142-1, *Analyse des gaz – Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage – Partie 1: Méthode gravimétrique pour les mélange de Classe I*

ISO 6143, *Analyse des gaz – Méthodes comparatives pour la détermination et la vérification de la composition des mélanges de gaz pour étalonnage*

ISO 6145-7, *Analyse des gaz – Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage à l'aide de méthodes volumétriques dynamiques – Partie 7: Régulateurs thermiques de débit massique*

ISO 6974 (toutes les parties), *Gaz naturel – Détermination de la composition avec une incertitude définie par chromatographie en phase gazeuse*

ISO 7066-2, *Évaluation de l'incertitude dans l'étalonnage et l'utilisation des appareils de mesure du débit – Partie 2: Relations d'étalonnage non linéaires*

ISO 8756, *Qualité de l'air – Traitement des données de température, de pression et d'humidité*

3 Termes, définitions, termes abrégés et symboles

3.1 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions de l'IEC 60050-485 ainsi que les suivants s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <http://www.iso.org/obp>

3.1.1

surface d'électrode active

surface d'électrode efficace

surface d'électrode géométrique sur laquelle se produit une réaction électrochimique

Note 1 à l'article: Il s'agit habituellement de la plus petite des deux surfaces de l'électrode positive ou négative.

Note 2 à l'article: Surface perpendiculaire à la circulation ionique du courant, généralement exprimée en m^2 ou cm^2 .

[SOURCE: IEC TS 62282-7-2:2014, 3.1.2, modifié – Reformulation de la Note 1 à l'article et ajout de la Note 2 à l'article.]

3.1.2

résistance spécifique à la surface

ASR

R_{ASR}

résistivité interne de tout composant d'une cellule ou d'une pile, y compris le changement de potentiel par suite d'une réaction électrochimique

Note 1 à l'article: Elle est normalisée par la surface d'électrode active et est exprimée en $\Omega \cdot m^2$ ou $\Omega \cdot cm^2$.

Note 2 à l'article: L'abréviation "ASR" est dérivée du terme anglais développé correspondant "area-specific resistance".

3.1.3

tension moyenne de l'unité répétée

tension moyenne de la RU

tension d'entité d'assemblage de cellules/piles divisée par le nombre de piles dans une connexion série de l'entité

Note 1 à l'article: La tension moyenne est exprimée en V.

[SOURCE: IEC TS 62282-7-2:2014, 3.1.4, modifié – Remplacement du terme "tension de pile moyenne" par "tension moyenne de l'unité répétée" et ajout de la Note 1 à l'article.]

3.1.4

interconnecteur

interconnexion

composant conducteur et étanche au gaz reliant des cellules élémentaires dans une pile

Note 1 à l'article: L'étanchéité au gaz est pertinente pour les géométries de SOC planaires.

Note 2 à l'article: Cette note est uniquement applicable aux géométries de SOC planaires, à l'opposé des géométries tubulaires (voir IEC 60050-485:—, 485-06-04).

[SOURCE: IEC 60050-485:—, 485-06-05, modifié – Remplacement de "pile à combustible" par "pile" et ajout des Notes 1 et 2 à l'article.]

3.1.5

catalyseur

substance qui accélère (augmente le taux d') une réaction sans être elle-même consommée

Note 1 à l'article: Un catalyseur réduit l'énergie d'activation de la réaction et permet une augmentation du taux de réaction.

[SOURCE: IEC 60050-485:—, 485-01-01, modifié – Reformulation de la définition et suppression de la Note 2 à l'article.]

3.1.6

cellule élémentaire

cellule

unité de base d'une pile à oxyde solide

3.1.7

charge axiale

force de compression

charge de compression appliquée à la cellule élémentaire ou aux plaques d'extrémité d'une pile SOC plane pour assurer le contact électrique et/ou l'étanchéité au gaz

Note 1 à l'article: La force de compression est en pratique exprimée en N.

[SOURCE: IEC 60050-485:—, 485-06-14, modifié – Remplacement de "aux plaques d'extrémité d'une pile à combustible" par "à la cellule élémentaire ou aux plaques d'extrémité d'une pile SOC plane", ajout de "électrique", et remplacement de la note à l'article.]

3.1.8

conditionnement

étape préliminaire du traitement qui est exigée pour qu'une SOC fonctionne correctement et qui est généralement réalisée suivant un protocole spécifié par le fabricant

Note 1 à l'article: Le conditionnement peut inclure des procédés réversibles et/ou irréversibles suivant la technologie de la pile.

[SOURCE: IEC 60050-485:—, 485-11-08, modifié – Ajout de "du traitement", remplacement de "cellule élémentaire à combustible" par "une SOC" et de "pour atteindre une performance désirée" par "et qui est généralement réalisée".]

3.1.9

couche de contact

couche appliquée entre l'interconnexion et la cellule afin de réduire le plus possible la résistance de contact

3.1.10

collecteur de courant

matériau électriquement conducteur dans une entité d'assemblage de cellules/piles qui collecte/conduit les électrons de/vers les électrodes

[SOURCE: IEC 60050-485:—, 485-06-07, modifié – Ajout de "électriquement", remplacement de "cellule élémentaire à combustible" par "entité d'assemblage de cellules/piles" et remplacement de "anode/cathode" par "électrodes".]

3.1.11

densité de courant

courant par unité de surface active

Note 1 à l'article: La densité de courant est exprimée en A/m² ou A/cm².

[SOURCE: IEC 60050-485:—, 485-12-01, modifié – Suppression de "électrique" après "courant".]

3.1.12

grandeurs dérivées

grandeurs pouvant être dérivées ou calculées à partir des paramètres d'entrée d'un essai, et/ou des paramètres de sortie d'un essai (par exemple, densité de courant, utilisation d'un réactif, rendement électrique)

Note 1 à l'article: Comparativement aux paramètres de sortie d'essai, les grandeurs dérivées ne sont pas directement mesurables.

3.1.13

durée de maintien

durée entre les modifications des conditions de fonctionnement

3.1.14

gaz d'électrode

gaz présent dans les électrodes positive et négative

Note 1 à l'article: Les gaz d'électrode peuvent être des réactifs, des produits ou des gaz inertes.

3.1.15

utilisation de réactif

utilisation de réactif efficace

rapport du débit de substance converti à travers une électrode donnée de l'entité d'assemblage de cellules/piles et de la substance d'entrée de la même électrode

Note 1 à l'article: Les trois types d'utilisations de réactifs sont:

- utilisation du combustible/stœchiométrie (électrode négative en mode SOFC)
- utilisation d'oxygène (électrode positive en mode SOFC)
- conversion de la vapeur (électrode négative en mode SOEC)

Note 2 à l'article: En mode SOFC, l'utilisation de réactif efficace peut également être calculée comme étant le rapport du courant de sortie réel de l'entité d'assemblage de cellules/piles et du courant théorique en Faraday.

Note 3 à l'article: En faisant l'hypothèse que l'électrolyte n'a ni fuite, ni conductivité électronique, l'utilisation de réactif équivaut à l'utilisation de réactif efficace et peut être calculée selon l'IEC TS 62282-7-2:2014, Annexes B et C.

3.1.16

gaz d'échappement

gaz qui s'échappe des électrodes de la SOC

Note 1 à l'article: Le gaz d'échappement est un mélange des produits de la réaction électrochimique, des gaz de réaction et des gaz inertes non convertis, fourni à l'électrode.

3.1.17

tension minimale

<en mode SOFC> tension la plus basse de l'entité d'assemblage de cellules/piles spécifiée par le fabricant

Note 1 à l'article: La tension minimale est exprimée en V.

3.1.18

tension maximale

<en mode SOEC> tension la plus élevée de l'entité d'assemblage de cellules/piles spécifiée par le fabricant

Note 1 à l'article: La tension maximale est exprimée en V.

3.1.19

électrode négative

électrode à laquelle le gaz combustible est consommé ou produit

Note 1 à l'article: Elle est aussi appelée électrode combustible. En mode pile à combustible, elle est appelée anode lorsque le combustible est oxydé. En mode électrolyse, elle est appelée cathode lorsque la vapeur est réduite, produisant de l'hydrogène.

Note 2 à l'article: En mode pile à combustible, le gaz de l'électrode négative est généralement de l'hydrogène ou un mélange comprenant de l'hydrogène comme composant principal mélangé à de la vapeur d'eau et/ou à un gaz inerte.

Note 3 à l'article: En mode électrolyse, le gaz de l'électrode négative est généralement de la vapeur d'eau mélangée à de l'hydrogène et/ou à un gaz inerte.

3.1.20

tension en circuit ouvert

OCV

tension aux bornes d'une SOC en présence de gaz des électrodes positive et négative et en l'absence de courant extérieur

Note 1 à l'article: La tension en circuit ouvert est exprimée en V.

Note 2 à l'article: L'abréviation "OCV" est dérivée du terme anglais développé correspondant "open circuit voltage".

[SOURCE: IEC 60050-485:—, 485-13-02, modifié – Remplacement de "cellule élémentaire combustible" par "SOC", et "combustible et d'oxydant" par "gaz des électrodes positive et négative".]

3.1.21

électrode positive

électrode à laquelle l'oxygène est consommé ou produit

Note 1 à l'article: Les composants principaux des gaz de l'électrode positive sont l'oxygène et l'azote.

Note 2 à l'article: Dans le cas d'un proton conduisant la SOC, les mécanismes des électrodes, les ions traversant l'électrolyte et l'atmosphère aux électrodes sont différents.

Note 3 à l'article: Elle est aussi appelée électrode oxydante. En mode pile à combustible, elle est appelée cathode lorsque l'oxygène est réduit, produisant des ions oxyde traversant l'électrolyte. En mode électrolyse, elle est appelée anode lorsque deux ions oxyde sont combinés afin de former une molécule d'oxygène.

3.1.22

densité de puissance

rapport de la puissance et de la surface d'électrode active des électrodes d'une entité d'assemblage de cellules/piles

Note 1 à l'article: La densité de puissance est calculée à partir de la tension multipliée par la densité de courant ($P_d = V \times J$, où J est la densité de courant). Elle est exprimée en $W \cdot m^{-2}$ ou en $W \cdot cm^{-2}$.

[SOURCE: IEC TS 62282-7-2:2014, 3.1.16, modifié – Mots "des électrodes" ajouté, et seconde phrase de la note à l'article ajoutée.]

3.1.23

gaz de protection

gaz de sécurité

mélange d'hydrogène et de gaz inerte (généralement de l'argon ou de l'azote)

Note 1 à l'article: Il est souvent utilisé pour protéger des électrodes négatives contenant des métaux de transition de la SOC de la réoxydation en cas de conditions de fonctionnement anormales (par exemple, interruption du combustible, arrêt d'urgence du poste d'essai).

3.1.24

courant assigné

courant électrique continu recommandé spécifié par le fabricant pour lequel le système à SOC a été dimensionné

Note 1 à l'article: Le courant assigné est exprimé en A.

[SOURCE: IEC 60050-485:—, 485-12-02, modifié – Remplacement de "maximal" par "recommandé", et remplacement de "pile à combustible" par "SOC".]

3.1.25

gaz réactant

gaz alimentant les électrodes de la SOC où il réagit électrochimiquement

Note 1 à l'article: Les gaz réactants sont le combustible et l'oxydant en mode pile à combustible, et la vapeur en mode électrolyse.

3.1.26

mode réversible

mode régénératif

mode de fonctionnement d'une pile à oxyde solide qui alterne entre le mode pile à combustible et le mode électrolyse (Re-SOC)

Note 1 à l'article: Le terme "réversible" dans ce contexte ne se réfère pas au principe thermodynamique d'un processus idéal.

3.1.27

unité répétée

RU

unité élémentaire qui se répète périodiquement afin de former une pile

Note 1 à l'article: Pour les SOC de géométrie planaire, elle est composée d'une cellule élémentaire avec à ses deux côtés deux moitiés d'interconnexion, généralement d'un matériau assurant l'étanchéité au gaz, et des couches de contact afin de réduire le plus possible les résistances de contact entre les cellules et les interconnexions.

Note 2 à l'article: L'abréviation "RU" est dérivée du terme anglais développé correspondant "repeating unit".

3.1.28

pile à oxyde solide

SOC

cellule électrochimique composée de trois éléments fonctionnels (électrode négative, électrolyte et électrode positive) fondée sur des matériaux d'oxyde céramique

Note 1 à l'article: Une SOC peut consister en une cellule élémentaire ou en une entité d'assemblage de plusieurs cellules appelée pile.

Note 2 à l'article: Les deux électrodes sont en céramique conductrice électronique et ionique si possible, et sont fixées à un électrolyte céramique d'oxyde solide conducteur. De plus, la cellule peut contenir une couche de support.

Note 3 à l'article: Les SOC peuvent être utilisées en mode pile à combustible (SOFC) ou en mode électrolyse (SOEC), avec une couche céramique ou non, comme c'est le cas pour les cellules supportées par le métal.

Note 4 à l'article: L'abréviation "SOC" est dérivée du terme anglais développé correspondant "solid oxide cell".

3.1.29

pile électrolyse à oxyde solide

SOEC

SOC fonctionnant en mode électrolyse, c'est-à-dire en mode pile à combustible inversé

Note 1 à l'article: De l'électricité est exigée comme entrée d'énergie. Lorsque cela est possible, la chaleur peut être utilisée comme entrée d'énergie afin de réduire la quantité de travail électrique nécessaire.

Note 2 à l'article: Elle peut être utilisée pour produire de l'hydrogène à partir de vapeur, et en variante, pour produire du monoxyde de carbone à partir de dioxyde de carbone, ou du gaz de synthèse, un mélange d'hydrogène et de monoxyde de carbone, à partir de vapeur d'eau et de dioxyde de carbone.

Note 3 à l'article: L'abréviation "SOEC" est dérivée du terme anglais développé correspondant "solid oxide electrolysis cell".

3.1.30

pile à combustible à oxyde solide

SOFC

SOC fonctionnant en mode pile à combustible

Note 1 à l'article: Ce mode permet de générer de l'électricité et de la chaleur en utilisant des combustibles comme l'hydrogène.

Note 2 à l'article: L'abréviation "SOFC" est dérivée du terme anglais développé correspondant "solid oxide fuel cell".

3.1.31

état stable

état d'une entité d'assemblage de cellules/piles suffisamment stable pour que tout paramètre de régulation et la tension ou le courant de sortie de l'entité restent dans les limites de tolérance de leur plage de variation

[SOURCE: IEC TS 62282-7-2:2014, 3.1.9]

3.1.32**pile à combustible**

pile

assemblage de cellules, d'interconnecteurs, de plaques de refroidissement, de collecteurs et d'une structure de support qui convertit typiquement, par un procédé électrochimique, un gaz riche en hydrogène et des réactifs de l'air en courant continu, en chaleur et en d'autres produits de réaction

Note 1 à l'article: Pour les SOC de forme planaire, les structures de support consistent en deux plaques d'extrémité (une plaque haute et une plaque basse) permettant l'application facilitée d'une force de compression à toutes les RU.

[SOURCE: IEC 60050-485:—, 485-06-01, modifié – Remplacement des mots "de séparateurs" par "d'interconnecteurs", et ajout de la note à l'article.]

3.1.33**paramètre d'entrée d'essai**

TIP

paramètres dont les valeurs peuvent être réglées afin de définir les conditions d'essai du système d'essai, incluant les conditions de fonctionnement de l'objet d'essai

Note 1 à l'article: Les TIP doivent être contrôlables et mesurables. Les valeurs des TIP sont connues avant la réalisation de l'essai. Les TIP peuvent être statiques ou variables. Les TIP statiques restent constants tandis que les TIP variables diffèrent lors de l'essai.

Note 2 à l'article: L'abréviation "TIP" est dérivée du terme anglais développé correspondant "test input parameter".

3.1.34**paramètre de sortie d'essai**

TOP

paramètre qui indique la réponse du système/objet d'essai par suite de la variation des TIP

Note 1 à l'article: Les valeurs des TOP sont inconnues avant la tenue de l'essai et sont mesurées pendant l'essai. Il est nécessaire que les TOP soient mesurables.

Note 2 à l'article: L'abréviation "TOP" est dérivée du terme anglais développé correspondant "test output parameter".

3.1.35**courant théorique**

courant existant lorsque le gaz des électrodes négatives ou positives fourni est entièrement consommé dans des réactions électrochimiques, divisé par le nombre de piles dans une connexion série

Note 1 à l'article: Le courant théorique est exprimé en A.

3.1.36**impédance totale**

pertes dépendant de la fréquence dues aux effets ohmiques, d'activation, de diffusion et de concentration, à la capacité parasite et aux inductances

Note 1 à l'article: L'impédance totale est exprimée en $\Omega \cdot m^2$ ou $\Omega \cdot cm^2$.

[SOURCE: IEC TS 62282-7-2:2014, 3.1.17, modifié – Ajout de "à la capacité parasite et aux inductances" et ajout de la note à l'article.]

3.1.37**résistance totale**

partie réelle de la limite de basse fréquence de l'impédance totale

Note 1 à l'article: La résistance totale est exprimée en $\Omega \cdot m^2$ ou $\Omega \cdot cm^2$.

[SOURCE: IEC TS 62282-7-2:2014, 3.1.18, modifié – Suppression de la référence à la pente de la courbe $I-V$, et ajout de la note à l'article.]

3.2 Termes abrégés et symboles

3.2.1 Termes abrégés

BOP	balance of plant
EIS	electrochemical impedance spectroscopy (spectroscopie de l'impédance électrochimique)
LHV	lower heating value (valeur calorifique inférieure)
HHV	higher heating value (valeur calorifique supérieure)
OCV	open circuit voltage (tension en circuit ouvert)
SOC	solid oxide cell (pile à oxyde solide)
SOEC	solid oxide electrolysis cell (pile électrolyse à oxyde solide)
SOFC	solid oxide fuel cell (pile à combustible à oxyde solide)
Re-SOC	regenerative solid oxide cell (pile à oxyde solide réversible ou régénérative)
RU	repeating unit (unité répétée)
TPN	température et pression normalisées
TIP	test input parameter (paramètre d'entrée d'essai)
TOP	test output parameter (paramètre de sortie d'essai)

3.2.2 Symboles

Le Tableau 1 présente les symboles et unités utilisés dans le présent document.

Tableau 1 – Symboles

Symbole	Définition	Unité
A_{active}	Surface active de la ou des électrodes de la cellule/pile	m ² , cm ²
c	Concentration	
c_i	Concentration molaire du composant i	mol/m ³
F	Constante de Faraday, force	
F	Constante de Faraday (96485,3)	C/mol
F_{comp}	Force de compression appliquée à la cellule/pile	N
f	Fréquence	
f	Fréquence d'excitation	Hz
f_{char}	Fréquence des caractéristiques	Hz
I, J	Courant, densité de courant	
I_{cell}	Courant de la cellule	A
I_n	Courant nominal	A
I_{stack}	Courant de la pile	A
I_{RU}	Courant de l'unité répétée	A
$\underline{I}$	Transformée de Fourier du courant d'excitation	A
I_{pk}	Amplitude du courant alternatif	A
i	Courant d'excitation (mode galvanostatique), réponse en courant (en mode potentiostatique)	A
J	Densité de courant	A/m ² , A/cm ²
J_{rr}	Vitesse de la rampe de densité de courant	A/(m ² ·s), A/(cm ² ·s)
ι	Unité imaginaire	

Symbole	Définition	Unité
N, n	Nombre d'éléments	
N_{cycles}	Nombre de cycles	
N_{periods}	Nombre de périodes de mesure	
N_{points}	Nombre de points de mesure	
n	Nombre d'électrons transférés	
P	Puissance	
P_{el}	Puissance électrique	W
P_{d}	Densité de puissance électrique	W/m ² , W/cm ²
p	Pression	
p_{vessel}	Pression dans un récipient de confinement	kPa
$p_{\text{neg,in}}$	Pression du gaz de l'électrode négative à l'entrée de la cellule/pile	kPa
$p_{\text{neg,out}}$	Pression du gaz de l'électrode négative à la sortie de la cellule/pile	kPa
$p_{\text{pos,in}}$	Pression du gaz de l'électrode positive à l'entrée de la cellule/pile	kPa
$p_{\text{pos,out}}$	Pression du gaz de l'électrode positive à la sortie de la cellule/pile	kPa
p_0	Pression normalisée (101,325)	kPa
q_V	Débit volumétrique	
$q_{V,\text{neg,in}}$	Débit volumétrique total à l'entrée de l'électrode négative (aux TPN)	m ³ /s, l/min
$q_{V,\text{pos,in}}$	Débit volumétrique total à l'entrée de l'électrode positive (aux TPN)	m ³ /s, l/min
$q_{V,\text{neg,out}}$	Débit volumétrique total à la sortie de l'électrode négative (aux TPN)	m ³ /s, l/min
$q_{V,\text{pos,out}}$	Débit volumétrique total à la sortie de l'électrode positive (aux TPN)	m ³ /s, l/min
$q_{V,i,\text{neg,in}}$	Débit volumétrique du composant gaz i à l'entrée de l'électrode négative (aux TPN)	m ³ /s, l/min
$q_{V,i,\text{pos,in}}$	Débit volumétrique du composant gaz i à l'entrée de l'électrode positive (aux TPN)	m ³ /s, l/min
$q_{V,i,\text{neg,out}}$	Débit volumétrique du composant gaz i à la sortie de l'électrode négative (aux TPN)	m ³ /s, l/min
$q_{V,i,\text{pos,out}}$	Débit volumétrique du composant gaz i à la sortie de l'électrode positive (aux TPN)	m ³ /s, l/min
R	Résistance, constante des gaz parfaits	
R	Résistance	Ω
R_{ASR}	Résistance spécifique à la surface	$\Omega \cdot \text{m}^2$, $\Omega \cdot \text{cm}^2$
R_{LF}	Résistance à basse fréquence	Ω
R_{HF}	Résistance à haute fréquence	Ω
R_{ohm}	Résistance ohmique	Ω
$R_{\text{non-ohm}}$	Résistance non ohmique	Ω
R_{g}	Constante des gaz parfaits (8,3145)	J/(mol·K)
T	Température	
$T_{\text{cell/stack}}$	Température de la pile ou cellule	°C, K
$T_{\text{stack,av}}$	Température moyenne de la pile	°C, K
$T_{\text{stack,intern}}$	Température interne de la pile	°C, K
T_{BP}	Température de la plaque basse	°C, K

Symbole	Définition	Unité
T_{TP}	Température de la plaque haute	°C, K
$T_{furnace}$	Température du four	°C, K
T_{min}	Température minimale durant le cycle	°C, K
$T_{neg,in}$	Température du flux des gaz de l'électrode négative à l'entrée de la cellule/pile	°C, K
$T_{pos,in}$	Température du flux des gaz de l'électrode positive à l'entrée de la cellule/pile	°C, K
$T_{neg,out}$	Température du flux des gaz de l'électrode négative à la sortie de la cellule/pile	°C, K
$T_{pos,out}$	Température du flux des gaz de l'électrode positive à la sortie de la cellule/pile	°C, K
$T_{PH,neg}$	Température du préchauffeur pour le préchauffage du flux des gaz de l'électrode négative	°C, K
$T_{PH,pos}$	Température du préchauffeur pour le préchauffage du flux des gaz de l'électrode positive	°C, K
T_0	Température normalisée (273,15)	K
ΔT_{max}	Différence de température maximale entre les réactifs et la pile lors du démarrage	K
t	Durée	s, min, h
t_{acq}	Durée d'acquisition des données	s, min, h
t_{dwell}	Durée de maintien	s, min, h
t_{eq}	Durée de mise en équilibre	s, min, h
t_{op}	Durée de fonctionnement à des conditions données	s, min, h
t_0	Durée initiale	
t_1	Durée finale	
U	Utilisation	
$U_{gas,neg}$	Utilisation de réactif au niveau de l'électrode négative (utilisation du combustible en mode pile à combustible, conversion de la vapeur en mode électrolyse)	
$U_{gas,pos}$	Utilisation de réactif au niveau de l'électrode positive (utilisation d'air ou d'oxygène, valable uniquement en mode pile à combustible)	
V	Tension	
V_{cell}	Tension de la cellule	V
V_{stack}	Tension de la pile	V
$V_{RU,i}$	Tension de l'unité répétée (RU) i dans la pile	V
$V_{RU,av}$	Tension moyenne de toutes les RU dans la pile	V
$\underline{V}$	Transformée de Fourier de la partie en courant alternatif de la réponse en tension de la cellule/pile	V
V_{pk}	Amplitude de la tension alternative	V
v	Tension d'excitation (mode potentiostatique), réponse en courant (mode potentiostatique)	V
x	Fraction	
x_i	Fraction molaire du composant i	mol/mol
$x_{i,neg,in}$	Fraction molaire du composant i du flux des gaz à l'entrée de l'électrode négative de la pile/cellule	mol/mol
$x_{i,neg,out}$	Fraction molaire du composant i du flux des gaz à la sortie de l'électrode négative de la pile/cellule	mol/mol

Symbole	Définition	Unité
$x_{i,pos,in}$	Fraction molaire du composant i du flux des gaz à l'entrée de l'électrode positive de la pile/cellule	mol/mol
$x_{i,pos,out}$	Fraction molaire du composant i du flux des gaz à la sortie de l'électrode positive de la pile/cellule	mol/mol
x_{H_2O}	Fraction molaire de la vapeur	mol/mol
x_{O_2}	Fraction molaire de l'oxygène	mol/mol
Y, Z	Admittance, impédance	
Y	Admittance	S
	Admittance spécifique	$S \cdot m^{-2}$, $S \cdot cm^{-2}$
Y'	Partie réelle de l'admittance (conductance)	S
	Partie réelle de l'admittance spécifique	$S \cdot m^{-2}$, $S \cdot cm^{-2}$
Y''	Partie imaginaire de l'admittance (réactance)	S
	Partie imaginaire de l'admittance spécifique	$S \cdot m^{-2}$, $S \cdot cm^{-2}$
Z	Impédance	Ω
	Impédance spécifique	$\Omega \cdot cm^2$, $\Omega \cdot m^2$
$ Z $	Module d'impédance	Ω
	Module d'impédance spécifique	$\Omega \cdot cm^2$, $\Omega \cdot m^2$
Z'	Partie réelle de l'impédance (résistance)	Ω
	Partie réelle de l'impédance spécifique	$\Omega \cdot cm^2$, $\Omega \cdot m^2$
Z''	Partie imaginaire de l'impédance (réactance)	Ω
	Partie imaginaire de l'impédance spécifique	$\Omega \cdot cm^2$, $\Omega \cdot m^2$
Δa	Vitesse de dégradation	
Δa_{rel}	Vitesse relative de dégradation	
ω, φ	Fréquence angulaire, angle de phase	
ω	Fréquence de perturbation angulaire	rad/s
ω_{min}	Fréquence minimale pour le spectre de l'EIS	rad/s
ω_{max}	Fréquence maximale pour le spectre de l'EIS	rad/s
φ	Angle de phase	rad, °

NOTE 1 Les valeurs normalisées de température et de pression (STP – *standard temperature and pressure*) du gaz sont spécifiées comme suit:

$$T_0 = 273,15 \text{ K}$$

$$p_0 = 101,325 \text{ kPa}$$

NOTE 2 Pour exprimer la vitesse de changement d'un paramètre donné, un point au-dessus du symbole dudit paramètre peut être utilisé. Par exemple, $\dot{T}$ peut être utilisé pour exprimer la rampe de température en K/s, $\dot{q}_v$ peut être utilisé pour exprimer la vitesse de variation du débit de gaz en (m³/s)/s. En variante ($\Delta X/\Delta t$) peut être utilisé. Par exemple, la rampe de température peut être exprimée par ($\Delta T/\Delta t$), et la vitesse de variation de la densité de courant peut être exprimée par ($\Delta j/\Delta t$).

NOTE 3 L'amplitude du courant/de la tension alternative en forme d'onde sinusoïdale du mesurage de la spectroscopie de l'impédance électrochimique (EIS) se réfère ici à l'amplitude de crête. Elle s'élève à la moitié de l'amplitude crête à crête et à $\sqrt{2}$ fois l'amplitude efficace.

NOTE 4 La partie réelle de l'impédance (résistance) et la partie imaginaire de l'impédance (réactance) peuvent également être représentées par $Re(Z)$ et $Im(Z)$, respectivement.

NOTE 5 La grandeur ΔY choisie pour le calcul de la vitesse de dégradation peut être la tension de la cellule ou de la pile, la densité de puissance ou l'ASR, chacune avec leur propre unité.

3.3 Conditions de référence du gaz

Dans le présent document, les débits volumétriques sont utilisés selon la pratique courante. Les débits volumétriques peuvent néanmoins en principe être remplacés par des débits massiques, en prenant en considération la masse molaire et la densité des éléments à l'étude.

4 Conditions générales de sécurité

Une entité d'assemblage de cellules/piles en fonctionnement utilise des gaz combustibles oxydants et réducteurs. Généralement, ces gaz sont stockés dans des conteneurs à haute pression. L'entité d'assemblage de cellules/piles peut elle-même fonctionner à une pression supérieure à la pression atmosphérique.

La pile/cellule à oxyde solide en particulier fonctionne à des températures élevées, en général au-dessus de 600 °C, qui sont supérieures aux températures d'inflammation spontanée de l'hydrogène (565 °C) et du méthane (537 °C). Les personnes transportant des entités d'essai d'assemblage de cellules/piles doivent être formées et expérimentées dans le fonctionnement des systèmes d'essai et en particulier dans les procédures de sécurité impliquant des équipements électriques, des surfaces chaudes et des fluides (de la vapeur par exemple), et dans la manutention de gaz comprimés (réactifs).

Le personnel d'essai est responsable de l'obtention et du suivi de tous les codes de sécurité applicables et des pratiques d'ingénierie reconnues relatives à leurs systèmes d'essai, installations, combustibles (avec une attention particulière portée aux gaz comprimés) et aux produits d'échappement.

Des matériaux compatibles avec l'utilisation et le stockage des gaz réactants doivent être utilisés lors des essais. Les normes et codes de sécurité locaux relatifs au travail avec de l'hydrogène, des hydrocarbures et du monoxyde de carbone doivent être respectés.

En résumé, le fonctionnement en toute sécurité d'un poste d'essai exige une formation et une expérience techniques appropriées, ainsi que des installations et équipements de sécurité, qui ne relèvent pas du domaine d'application du présent document.

Néanmoins, des lignes directrices empiriques de bonne pratique peuvent être spécifiées lors de la réalisation des essais expérimentaux pour aider à identifier les situations potentiellement dangereuses. Les conditions de fonctionnement de l'entité d'assemblage de cellules/piles SOC doivent être sous haute surveillance, afin d'assurer la sécurité au moyen d'un système d'arrêt d'urgence approprié.

- **Capteurs de gaz:** Il est recommandé d'avoir des capteurs de gaz à proximité du poste d'essai (en particulier pour l'H₂) raccordés à un système d'arrêt d'urgence automatique qui interrompt l'alimentation du poste d'essai en gaz de l'électrode négative dans le cas où des concentrations dangereuses en gaz sont mesurées.
- **Alimentation en gaz de protection:** En cas d'arrêt d'urgence, il est recommandé d'utiliser une ligne contenant un gaz réducteur inerte (gaz de protection) pour l'évacuation du côté de l'électrode négative de l'entité d'assemblage de cellules/piles SOC. La fraction d'hydrogène du gaz de protection doit être assez faible (en général 3 % à 5 %) afin d'éviter la formation d'une atmosphère explosive. Cette fraction doit être suffisamment élevée pour conserver une atmosphère réductrice au niveau de l'électrode négative de l'entité d'assemblage de cellules/piles SOC permettant d'éviter une nouvelle oxydation du métal de transition. Cela aide également à l'expulsion des réactifs inflammables du système.
- **Des précautions doivent être prises afin que la libération de l'hydrogène soit gérée avec soin.** Pour les faibles débits d'hydrogène (par rapport aux espaces d'essai confinés), il peut être suffisant de diluer les gaz d'échappement de l'électrode négative avec de l'air ou du gaz inerte avant l'évacuation. Si de grandes piles sont utilisées, il est conseillé d'utiliser un dispositif de postcombustion (catalytique) avant l'évacuation.

- Des précautions doivent être prises afin que la gestion de la production d'oxygène en mode électrolyse soit gérée avec soin. Une ventilation vers l'extérieur doit être appliquée afin d'éviter l'accumulation d'air enrichi en oxygène, en particulier dans les espaces confinés.
- En mode pile à combustible, des précautions doivent être prises afin que la gestion de l'appauvrissement en oxygène du gaz d'échappement de l'électrode positive soit gérée avec soin.
- Dans tous les cas, une appréciation du risque appropriée tenant compte de l'emplacement de l'essai et des conditions de fonctionnement doit être effectuée, et des mesures de réduction du risque adaptées doivent être prises.

Il ne s'agit en aucun cas d'une liste exhaustive, ni même suffisante, de fonctionnement en toute sécurité lors des essais. Cependant, il est recommandé de consulter l'ISO/TR 15916 et les mesures de sécurité doivent être obligatoirement conçues selon les exigences légales locales.

5 Environnement d'essai

5.1 Généralités

L'environnement d'essai est constitué de l'objet d'essai (une entité d'assemblage de cellules/piles SOC) installé dans l'installation expérimentale. L'entité d'assemblage de cellules/piles SOC comprend une cellule ou une pile, une alimentation en gaz, une amenée de courant et d'autres périphériques exigés pour les essais en mode pile à combustible et électrolyse. L'environnement d'essai doit comprendre un ou plusieurs points de mesure de la température et de la tension, et un ensemble de points conducteurs de courant, tous devant être spécifiés par le fabricant.

L'entité d'assemblage de cellules/piles est délimitée par l'orifice d'alimentation en gaz de l'électrode négative, l'orifice d'alimentation en gaz de l'électrode positive, l'orifice d'évacuation des gaz de l'électrode négative, l'orifice d'évacuation des gaz de l'électrode positive, les points de mesure de la température, les points conducteurs de courant, les points de mesure de la tension et les points d'application de la force de compression.

Certaines entités d'assemblage de cellules/piles peuvent ne pas comporter d'orifice d'alimentation ou d'évacuation pour les gaz d'électrode du fait de la configuration de leur(s) cellule(s). Dans ce cas, le circuit du débit gazeux et ses éléments constitutifs doivent être déterminés par la méthode recommandée par le fabricant. La méthode d'application de la force de compression doit également se baser sur les recommandations du fabricant.

Si les composants d'une entité d'assemblage de cellules/piles autres qu'une cellule/pile ne sont pas spécifiés par le fabricant, les éléments suivants doivent être décrits dans le rapport d'essai:

- a) les matériaux et la géométrie des composants périphériques à utiliser pour les essais;
- b) les circuits et sens d'écoulement des gaz d'électrode positive et d'électrode négative;
- c) l'emplacement de mesure de la température, d'application de la force de compression, de mesure de la tension et d'extraction de courant;
- d) l'amplitude de la force de compression;
- e) la configuration de l'entité d'assemblage et ses méthodes d'assemblage.

5.2 Cellule

La Figure 1 représente un objet d'essai d'une cellule élémentaire (la géométrie planaire est donnée à titre explicatif, le principe s'applique également aux géométries tubulaires), comportant un assemblage de deux électrodes (avec des couches de contact) et l'électrolyte intégré dans un boîtier de cellule. Dans l'idéal, la conception et les matériaux du boîtier de cellule sont optimisés de façon à ne pas influencer les mesurages de performance de la cellule lors de l'essai. Par conséquent, les résistances de contacts électriques des électrodes dans le boîtier de cellule sont généralement négligeables, et l'alimentation en gaz des électrodes dans le boîtier est par hypothèse idéale.

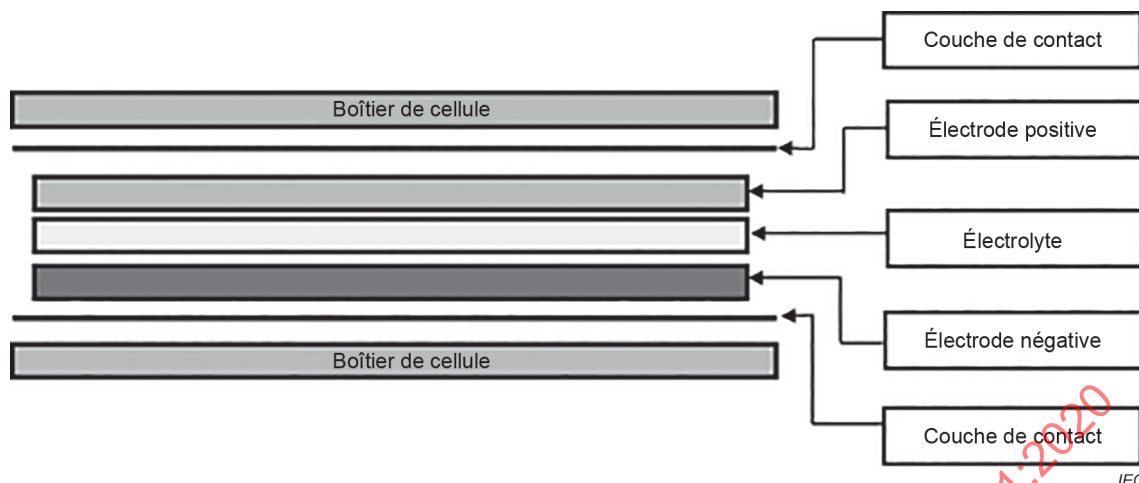


Figure 1 – Représentation schématique éclatée d'un objet d'essai d'une cellule élémentaire planaire consistant en une SOC dans un boîtier de cellule

5.3 Pile

La Figure 2 donne la représentation schématique d'un objet d'essai d'une pile SOC, comprenant plusieurs unités répétées (RU) assemblées en série (la géométrie planaire est donnée à titre explicatif, le principe s'applique également aux géométries tubulaires). Les contacts électriques et la distribution du gaz sont assurés par les interconnexions et les plaques haute et basse. Les résultats sont générés par les unités répétées, qui peuvent être influencées par les contacts électriques et le débit gazeux.

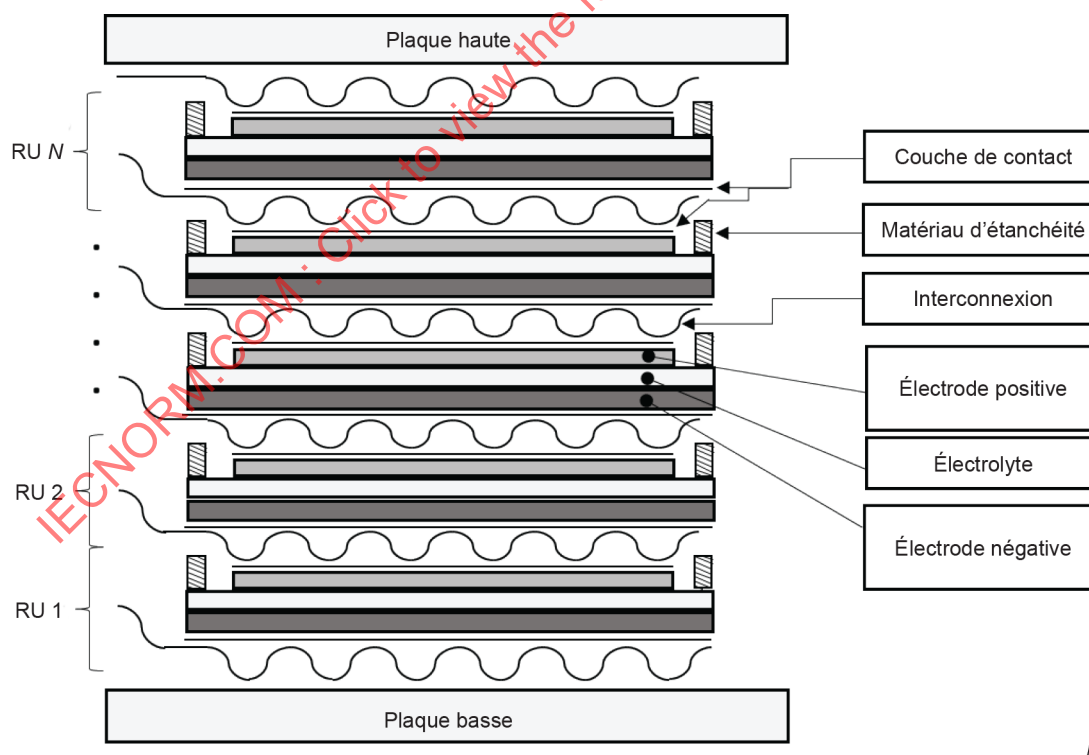
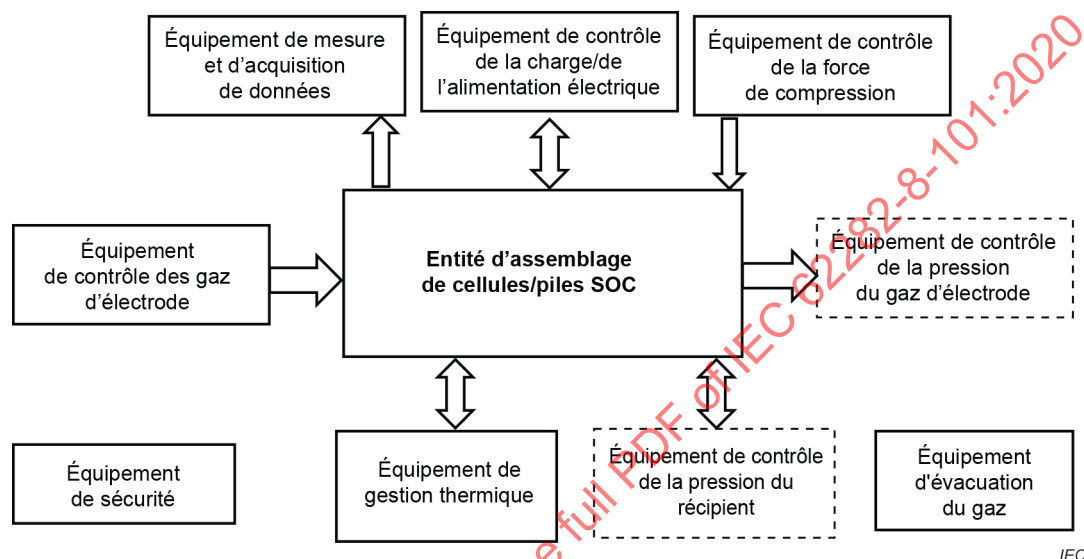


Figure 2 – Représentation schématique d'un objet d'essai d'une pile SOC planaire avec N RU comprenant une structure de support (plaques haute et basse)

5.4 Installation expérimentale

5.4.1 Généralités

La Figure 3 donne une représentation schématique d'un environnement d'essai comportant l'entité d'assemblage de cellules/piles SOC (objet d'essai) et l'équipement de contrôle et d'essai correspondant, divisé en sous-systèmes différents. Tous les équipements sont considérés comme obligatoires à la Figure 3. En cas de fonctionnement sous pression, les équipements supplémentaires en pointillés sont exigés. L'objet d'essai est exposé aux entrées d'essai ou aux conditions de fonctionnement et fournit des sorties d'essai ou des résultats d'essai d'objet.



IEC

Figure 3 – Représentation schématique d'un environnement d'essai d'une entité d'assemblage de cellules/piles SOC

L'équipement peut être classé selon les propriétés physiques contrôlées, qui sont de type support, électrique, thermique, mécanique et de données. L'équipement de contrôle de la température et du gaz (débit, pression) joue un rôle important dans les résultats d'essai, en particulier pour les systèmes à oxyde solide à haute température. De plus, la complexité de l'environnement d'essai augmente significativement lorsque le mode de fonctionnement passe de stable à dynamique.

5.4.2 Équipement de contrôle des gaz d'électrode

L'équipement de contrôle des gaz d'électrode contrôle le débit, la composition et la température des gaz réactants fournis à l'entité d'assemblage de cellules/piles. Si la composition du gaz doit être maintenue constante tout au long de la tuyauterie, une attention particulière doit être portée aux matériaux, à la température, au diamètre intérieur et à la longueur de la tuyauterie. La tuyauterie doit être chauffée et/ou isolée thermiquement afin d'éviter la condensation de la vapeur d'eau, si cela est nécessaire.

5.4.3 Équipement de gestion thermique

L'équipement de gestion thermique contrôle au moins le four électrique et, indirectement, le contrôle supplémentaire de la température peut être effectué au niveau du préchauffage du gaz réactant. L'objectif est de régler la température de l'entité à la température de fonctionnement. Le four électrique doit être choisi de façon à maintenir la distribution de la température au niveau de tolérance spécifiée. Des efforts doivent être déployés afin de réduire le plus possible le bruit du four électrique lors de son fonctionnement. Par hypothèse, tous les systèmes d'essai utilisent un four électrique pour des raisons de simplicité et de sécurité.

5.4.4 Équipement de contrôle de la charge/de l'alimentation électrique

Le sous-système d'équipement de contrôle de demande/d'alimentation électrique contrôle le courant d'entrée/de sortie ou la tension d'entrée/de sortie de l'entité d'assemblage de cellules/piles.

5.4.5 Équipement de mesure et d'acquisition de données

L'équipement de mesure et d'acquisition de données obtient et enregistre la température, le courant, la tension, le débit du gaz d'électrode, la composition du gaz réactant, la pression et la température du gaz d'électrode, et accessoirement les conditions d'environnement (température ambiante, humidité relative et pression atmosphérique) de l'entité d'assemblage de cellules/piles, au moyen des méthodes spécifiées. Si cela est nécessaire, il obtient et enregistre également la force de compression appliquée à la cellule, les données d'impédance de l'entité d'assemblage de piles etc. au moyen de la méthode spécifiée. La composition du gaz doit être enregistrée, mais ne doit pas être mesurée en temps réel.

5.4.6 Équipement de sécurité

L'équipement de sécurité doit comprendre des détecteurs, des actionneurs et un système d'alarme prévenant du dysfonctionnement du système d'essai fondé sur des paramètres et des critères prédéfinis. S'il détecte un défaut grave, il doit alors automatiquement établir un état de sécurité dans le système d'essai. Il convient de purger les compartiments des électrodes avec un gaz inerte comme l'azote, qui, dans le compartiment de l'électrode négative, peut également contenir de l'hydrogène sous la limite inférieure d'inflammabilité, afin d'éviter l'oxydation de l'électrode négative.

5.4.7 Équipement de contrôle de la force de compression

L'équipement de contrôle de la force de compression (facultatif) régule la force de compression appliquée afin d'augmenter le contact entre les composants et d'obtenir une étanchéité au gaz dans l'entité d'assemblage de cellules/piles. L'équipement doit être suffisamment résistant afin d'appliquer la force de compression exigée dans les conditions d'essai et de maintenir la force pendant un fonctionnement de longue durée.

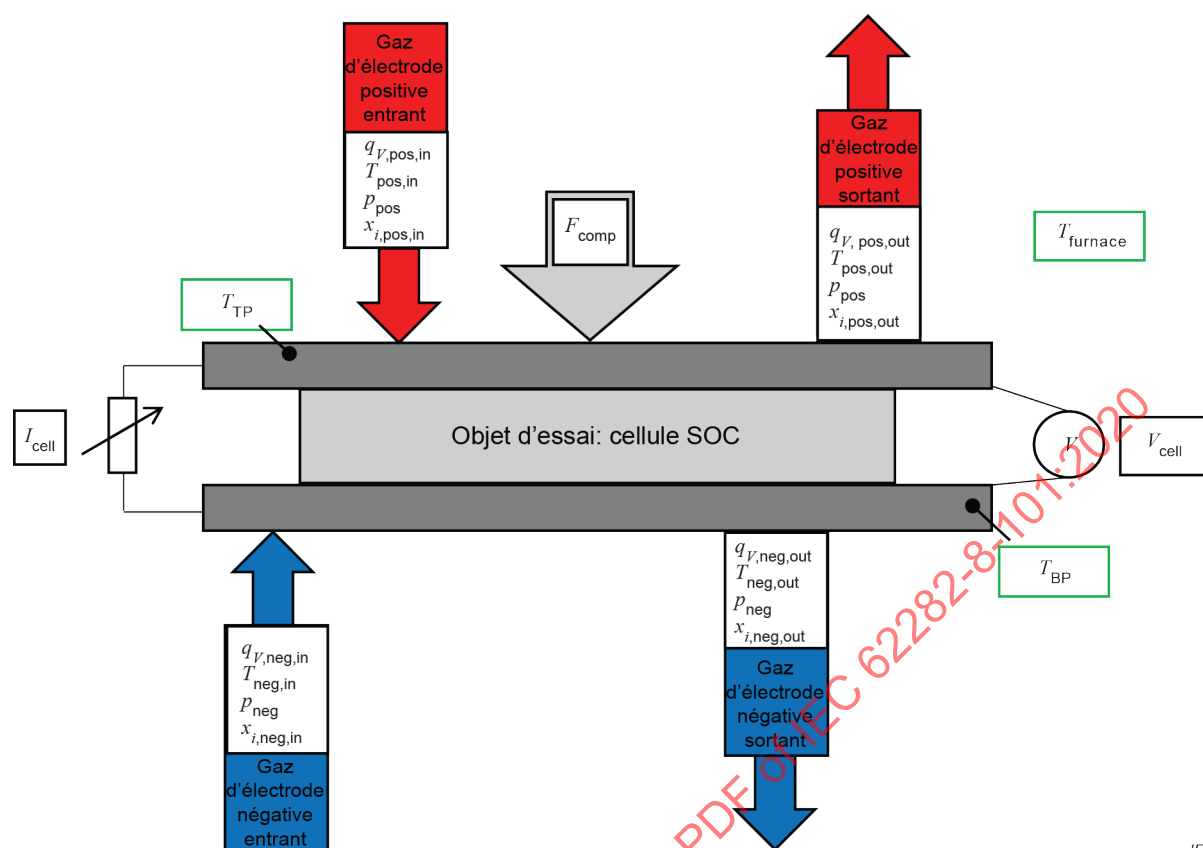
5.4.8 Équipement de contrôle de la pression

L'équipement de contrôle de la pression (facultatif) des gaz d'électrode régule la pression de ces gaz en utilisant une vanne de régulation de contre-pression, etc.

Si l'entité d'assemblage de cellules/piles fonctionne à une pression élevée, un équipement de contrôle approprié contrôle la pression dans le récipient sous pression.

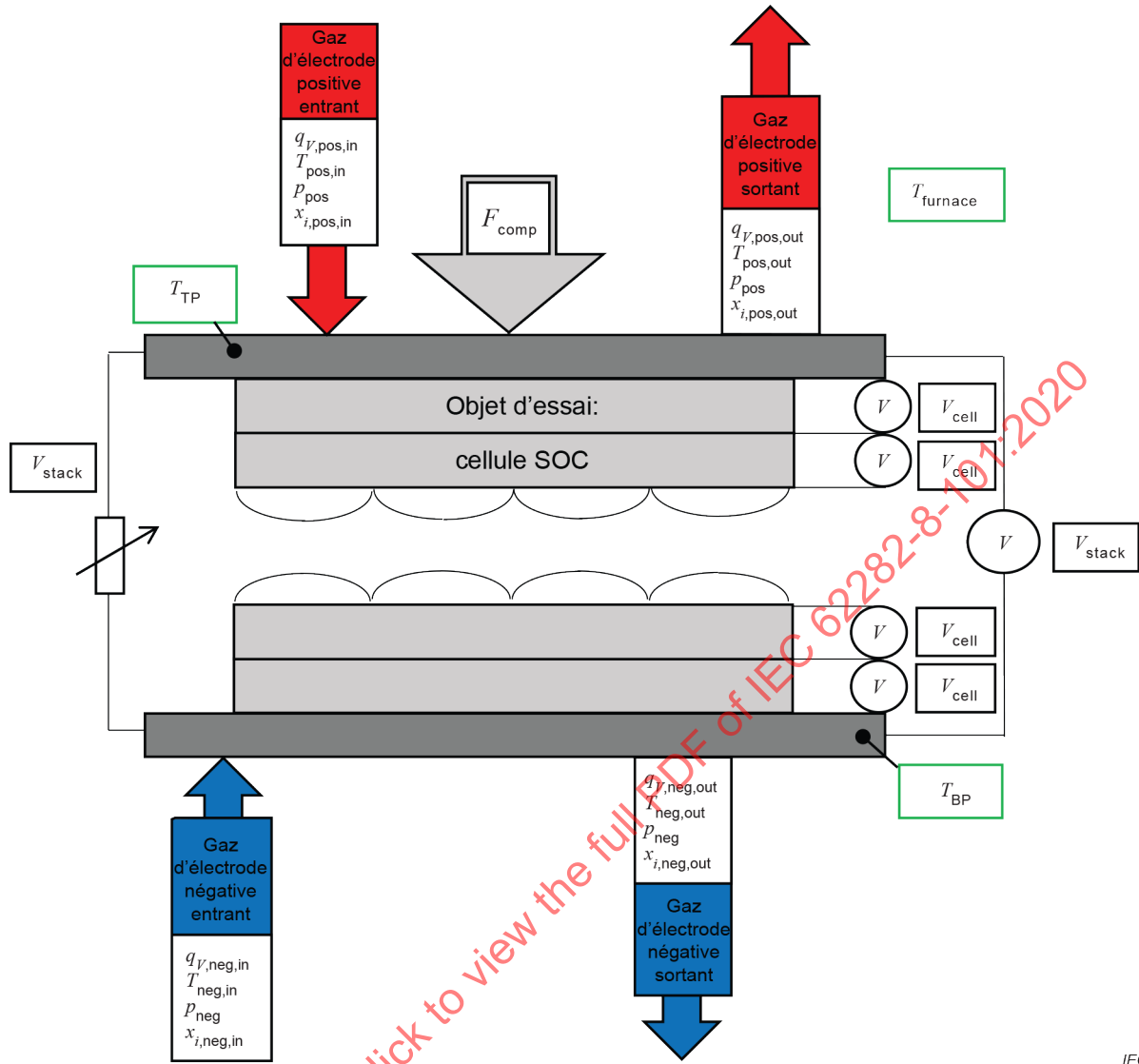
5.5 Interface entre l'objet d'essai et l'installation expérimentale

Les Figures 4 et 5 représentent les interfaces physiques entre l'objet d'essai cellule/pile SOC et l'installation expérimentale (la géométrie planaire est donnée à titre explicatif, le principe s'applique également aux géométries tubulaires). Les interfaces physiques entre l'installation expérimentale (poste d'essai) et l'objet d'essai cellule/pile SOC peuvent être séparées en plusieurs interfaces de support, électrique, thermique et mécanique. Les interfaces de support sont les entrées et sorties des réactifs; les interfaces électriques sont les alimentations électriques et de charge et le câblage de tension; l'interface thermique est le four et l'interface mécanique est l'installation de la cellule/pile au poste d'essai pouvant exercer une force de compression sur la cellule/pile. Ces interfaces sont définies par des paramètres physiques différents. Selon l'objectif de l'essai, ces paramètres physiques peuvent être d'entrée (paramètre d'entrée d'essai, ou TIP), ou de sortie (paramètre de sortie d'essai, ou TOP).



IEC

Figure 4 – Environnement d'essai avec interfaces entre la cellule SOC et l'installation expérimentale



IEC

Figure 5 – Environnement d'essai avec interfaces entre la pile SOC et l'installation expérimentale

5.6 Contrôle des paramètres et mesurage

Pour les fluides aux entrées et/ou sorties de la cellule/pile, les paramètres pertinents sont:

- la température, $T_{neg,in}$, $T_{pos,in}$, $T_{neg,out}$ et $T_{pos,out}$
- le débit volumétrique, $q_{V,neg,in}$, $q_{V,pos,in}$, $q_{V,neg,out}$, $q_{V,pos,out}$
- la pression, $p_{neg,in}$, $p_{pos,in}$, $p_{neg,out}$ et $p_{pos,out}$
- la fraction molaire du composant i , $x_{i,neg,in}$, $x_{i,pos,in}$, $x_{i,neg,out}$ et $x_{i,pos,out}$

Les paramètres de l'interface électrique sont:

- le courant de la cellule/pile (ou charge de la pile), I
- la tension de la pile, V_{stack}
- la tension de la cellule ou des unités répétées individuelles, V_{cell} ou $V_{RU,i}$

Par convention, le courant est négatif en mode électrolyse et positif en mode pile à combustible si nécessaire, lorsque le fonctionnement est en mode réversible par exemple.

Les paramètres de l'interface thermique sont:

- la température du four, T_{furnace}
- la température de la plaque haute de la pile, T_{TP}
- la température de la plaque basse de la pile, T_{BP}
- tout autre point de mesure de la température permettant la quantification de la température de la cellule/pile, $T_{\text{cell/stack}}$ ou $T_{\text{stack,intern}}$

Le paramètre de l'interface mécanique est:

- la force de compression de la cellule ou de la pile, F_{comp}

5.7 Incertitude de mesure des TIP et TOP

Le processus de détermination de l'incertitude de mesure des TIP et TOP dépasse le domaine d'application du présent document. Des informations détaillées peuvent être consultées dans l'ISO/IEC Guide 98-3.

5.8 Montage de l'objet d'essai dans l'installation expérimentale

Lors du montage de l'objet d'essai dans le système d'essai, certains des facteurs relatifs aux essais doivent être pris en considération en plus des précautions de sécurité générales du système d'essai.

Lors de l'essai d'une cellule élémentaire à oxyde solide, la cellule est montée dans un système de boîtier de cellule qui fournit des raccordements au gaz et d'éventuels raccordements sensoriels similaires à un assemblage de piles. Lors du montage de la cellule dans un assemblage de piles, certaines mesures d'ordre général doivent être prises afin d'assurer que l'influence de l'installation d'essai sur les résultats est réduite le plus possible:

- les contacts électriques des électrodes positive et négative doivent être assurés; pour cela, il faut assurer des contacts mécaniques entre la cellule et les composants, et un nombre de points de contact suffisant pour éviter les restrictions de courant.
- la cellule doit être suffisamment étanche pour empêcher que les gaz d'essai ne se mélangent aux autres gaz avant et après le passage des électrodes positive ou négative.
- il convient de limiter l'impact des contaminants potentiels (soufre, phosphore, halogénures, etc.) provenant des composants du boîtier de cellule.
- les contraintes mécaniques passant de la cellule en essai aux composants du boîtier de cellule doivent être évitées afin d'éviter toute fissure de la cellule lors de l'essai.
- par ailleurs, des champs d'écoulement aux électrodes doivent distribuer le gaz de façon homogène et sans débit potentiellement turbulent, afin d'éviter toute insuffisance de gaz ou limitation de transport de masse aux électrodes.

Lorsque ces considérations sont correctement traitées, l'installation d'essai de la cellule peut être manipulée comme un assemblage de piles.

L'assemblage de cellules/piles doit être monté dans l'installation d'essai de façon sécurisée afin d'éviter tout déplacement accidentel lors de l'essai. Les raccordements électriques et les raccordements au gaz doivent être mis en place correctement et de façon sécurisée, tandis que les torsions trop importantes des tuyaux de gaz doivent être évitées. En outre, les gaz apportés au système d'essai de la cellule doivent être préchauffés à la température ambiante du four afin d'éviter toute différence de température significative à l'entrée du gaz. Toute charge supplémentaire sur l'installation d'essai de la cellule/assemblage de piles doit être compensée afin d'éviter une inégale répartition du poids.

5.9 Critères de stabilité

Afin d'évaluer l'influence des conditions de fonctionnement sur la performance de la cellule/pile, un certain degré de stabilité des TIP et TOP est exigé. Une option simple d'évaluation de la stabilité est l'enregistrement d'un paramètre à une fréquence d'échantillonnage souhaitée pendant une certaine durée d'échantillonnage souhaitée. Le paramètre est considéré comme stable si la variation maximale (différence entre la valeur maximale et la valeur minimale enregistrées) ne dépasse pas un seuil prédéfini.

Néanmoins, les critères de stabilité suivants peuvent constituer des recommandations et peuvent être adaptés en fonction de l'objet d'essai, le système d'essai et l'objectif de l'essai. Le critère de jugement pour un état stable doit être déterminé par un essai préliminaire et doit être décrit dans le rapport d'essai.

NOTE Le critère de stabilité de tension en mode SOEC est moins précis puisqu'il est difficile de maintenir une alimentation stable en vapeur dans un laboratoire.

Tableau 2 – Critères de stabilité des TIP et TOP comme référence

Paramètre	Fréquence d'échantillonnage	Durée d'échantillonnage	Seuil de variation
$V_{\text{cell}}, V_{\text{RU},i}$	1 Hz	3 min	±5 mV (en mode SOFC) ±10 mV (en mode SOEC)
J	1 Hz	3 min	±5 mA/cm ² (ou 1 % de la densité de courant assigné)
T	1 Hz	3 min	±3 K
$q_{V,\text{neg/pos,in/out}}$	1 Hz	3 min	±3 % à pleine échelle
$p_{\text{neg/pos,in/out}}$	1 Hz	3 min	±3 % à pleine échelle
x_i	1 Hz	3 min	±0,02 mol/mol pour chaque composant du gaz
$x_{\text{H}_2\text{O}}$	1 Hz	3 min	±0,05 mol/mol pour la vapeur

6 Instruments et méthodes de mesure

6.1 Généralités

Les instruments de mesure doivent satisfaire au minimum aux exigences de 6.2: le débit et la composition des gaz d'électrode, la température, la tension et le courant de l'entité d'assemblage de cellules/piles doivent être mesurés. Des mesurages supplémentaires doivent être effectués sur la base des paramètres et/ou des conditions d'essai.

6.2 Incertitude des instruments

Les paramètres de mesure répertoriés au Tableau 3 doivent être enregistrés et stockés à une fréquence d'échantillonnage suffisamment rapide pour assurer l'enregistrement de toutes les modifications pertinentes des paramètres pour des analyses de données ultérieures. Il est recommandé que la fréquence d'échantillonnage soit de 1 Hz ou plus.

L'incertitude élargie de chaque instrument de mesure (facteur d'élargissement $k = 2$) au moment de l'étalonnage, ou l'incertitude estimée à partir de la classe d'instrument doit correspondre à ce qui est spécifié dans le Tableau 3.

NOTE Les valeurs établies pour l'incertitude des instruments sont tirées de l'European pre-normative research project SOCTESQA (voir la Bibliographie).

Tableau 3 – Incertitude des instruments pour chaque grandeur à mesurer

Symbole	Grandeur	Incertitude des instruments
I	Courant	± 1 % par rapport au courant assigné
V	Tension	$\pm 0,5$ % par rapport à l'OCV
T	Température	$\pm 2,5$ K or 0,75 % de la lecture
$q_{V,neg,pos,in/out}$	Débit volumétrique aux TNP	± 2 % du débit assigné
x_i	Fraction molaire	$\pm 0,02$ mol/mol
x_{O_2}	Fraction molaire de l'oxygène	$\pm 0,003$ mol/mol par rapport à la concentration en O_2 (équilibre en N_2)
$p_{neg,pos,in/out}$	Pression	± 1 % de la lecture

Chaque instrument de mesure doit être vérifié quant à son dernier étalonnage, l'incertitude dans les conditions d'étalonnage (ou estimée depuis la classe d'instrument), et sa dépendance aux conditions environnementales afin d'estimer son incertitude.

6.3 Instruments et méthodes de mesure recommandés

6.3.1 Mesurage du débit d'entrée du gaz d'électrode

Le débit de gaz aux entrées des électrodes positive et négative doit être mesuré à l'aide d'un débitmètre massique, d'un débitmètre volumétrique ou d'un débitmètre à turbine. Le débitmètre doit être choisi en fonction de la plage de débits prévue, de l'incertitude admissible et des éléments du gaz fourni. Les débits doivent être convertis en débit volumétrique aux TNP. Le débitmètre doit être choisi en fonction de la plage de débits prévue et de son incertitude admissible. L'incertitude doit être évaluée conformément à l'ISO 5168, ou l'ISO 7066-2.

6.3.2 Mesurage de la composition du gaz d'électrode

Selon que l'objectif est de mesurer la composition à l'entrée ou à la sortie, la composition du gaz d'électrode doit être échantillonnée près de l'orifice d'alimentation en gaz ou de l'orifice de sortie, respectivement, de l'entité d'assemblage de cellules/piles et analysée à l'aide d'un dispositif de spectrométrie infrarouge, d'un spectromètre de masse, d'un chromatographe en phase gazeuse, ou d'un dispositif similaire. La concentration en oxydant peut être mesurée à l'aide d'un appareil de mesure de la concentration en oxydant à l'électrode positive spécifiquement.

L'échantillon de gaz doit être acheminé de son point d'origine au point d'analyse selon une méthode qui réduit le plus possible les variations de composition. Ainsi, la température du matériau, le diamètre et la longueur de la tubulure doivent être soigneusement choisis afin de réduire le plus possible les variations de composition dans la tubulure d'échantillonnage. Lorsque le mesurage de l'humidité est nécessaire, un appareil de mesure du point de rosée, un appareil de mesure de la teneur en eau ou un chromatographe en phase gazeuse doit être utilisé, tout en contrôlant la température du gaz afin d'empêcher la condensation de la vapeur d'eau. D'autre part, si la vapeur d'eau peut altérer le mesurage, retirer l'eau de l'échantillon de gaz ou le diluer avec de l'argon ou avec un gaz inerte similaire.

Le résultat de l'analyse du composant du gaz i doit être normalisé pour obtenir une concentration normalisée du composant i en utilisant l'équation suivante:

$$x_i = \frac{c_i}{\sum_i c_i} \quad (1)$$

où

x_i est la fraction molaire du composant i (mol/mol);

c_i est la concentration (résultat de l'analyse) en composant du gaz i (mol/m³);

$\sum_i c_i$ est la somme des concentrations de tous les gaz composants soumis à l'analyse.

Étant donné que la loi des gaz parfaits s'applique aux conditions de fonctionnement fréquemment observées dans les SOC, l'analyseur de gaz doit être étalonné à l'aide d'un gaz étalon de rapport massique connu.

L'incertitude de mesure doit être évaluée conformément à l'ISO 6974 (toutes les parties), l'ISO 6141, l'ISO 6142-1 ou l'ISO 6143.

La composition du gaz d'électrode doit être mesurée lors du mesurage de la performance de l'entité d'assemblage de cellules/piles. Si cela n'est toutefois pas possible, la composition du gaz d'électrode doit être mesurée lors de la préparation de l'essai de performance dans les mêmes conditions que celles de l'essai de performance de la cellule/pile.

Lorsque le gaz d'électrode négative est fourni dans l'une des méthodes suivantes et si le tuyau d'alimentation en gaz ne comporte pas de réacteurs (par exemple un reformeur), et s'il est confirmé qu'il ne modifie pas la composition du gaz de manière significative, la composition du gaz peut être calculée sur la base de la table de composition publiée par le fournisseur de gaz et des valeurs fournies par chaque débitmètre, conformément à l'ISO 6145-7:

- a) si un gaz à composition unique est fourni, comme l'hydrogène;
- b) si un gaz mixte de composition connue est fourni;
- c) si le gaz d'électrode est fourni en mélangeant des gaz de manière régulée au moyen de plusieurs débitmètres;
- d) si les gaz décrits en b) et c) ci-dessus sont fournis sous forme combinée.

6.3.3 Mesurage de la température du gaz d'électrode

La température du gaz doit être mesurée à l'entrée et à la sortie de la cellule/pile à l'aide de couples thermoélectriques placés sur la ligne de vapeur de gaz à proximité de l'orifice d'alimentation/orifice de sortie de gaz d'électrode de l'entité d'assemblage de cellules/piles, en utilisant des couples thermoélectriques ou des couples thermoélectriques gainés, et d'un conducteur d'extension de type et de classe conformément à l'IEC 61515, l'IEC 60584-1 ou à l'IEC 60584-3. En présence d'un réacteur dans la ligne d'alimentation, comme un reformeur, la température du gaz à la sortie dudit réacteur doit également être mesurée. Lorsqu'il est difficile de mesurer la température du gaz au cours de l'essai de performance de la cellule, la température du gaz d'électrode doit être mesurée lors de la préparation à l'essai de performance dans les mêmes conditions que celles dudit essai.

6.3.4 Mesurage de la pression du gaz d'électrode

La pression du gaz d'électrode doit être mesurée en amont de l'orifice d'alimentation en gaz de l'entité d'assemblage de cellules/piles à l'aide d'un capteur de pression, d'un manomètre, d'un tube de Bourdon ou d'un instrument similaire. L'instrument de mesure doit être placé de manière à réduire le plus possible l'incertitude compte tenu de toute perte de pression dans la tuyauterie, de la température de la tuyauterie, et d'autres facteurs. La formation de condensation lors du mesurage doit être évitée. Un bon exemple peut être de mesurer la pression par injection d'une très faible quantité d'azote sec ou de gaz similaire dans la tuyauterie, à proximité de l'instrument de mesure.

6.3.5 Mesurage du débit du gaz d'échappement de l'électrode

Le débit de gaz des produits de l'électrode doit être mesuré à l'aide d'un débitmètre massique, d'un débitmètre volumétrique ou d'un débitmètre à turbine après avoir refroidi le gaz et, en particulier pour le débit de l'électrode négative, après avoir mis en œuvre un moyen qui empêche la condensation de l'eau d'altérer la stabilité du débit de gaz, ou après retrait de l'eau du débit gazeux. En variante, le débit de gaz des produits peut être calculé à partir des concentrations de composants du gaz d'échappement, de la concentration et du débit du gaz traceur, en ajoutant avec précision une faible quantité de gaz non contenu dans le gaz produit comme traceur. L'analyseur de gaz doit être étalonné à l'aide d'un gaz étalon de rapport massique connu. L'incertitude de mesure doit être évaluée conformément à l'ISO 6974 (toutes les parties), l'ISO 6141, l'ISO 6142-1 ou l'ISO 6143.

Le gaz d'échappement de l'électrode négative doit être manipulé avec précaution pour des raisons de sécurité et environnementales, étant donné qu'il peut toujours contenir des quantités significatives d'hydrogène, et autres gaz dangereux.

Les débits doivent être convertis en débit volumétrique aux TNP. Le débitmètre doit être choisi en fonction de la plage de débits prévue et de l'incertitude admissible de l'instrument. L'incertitude de l'instrument doit être évaluée conformément à l'ISO 6974 (toutes les parties), l'ISO 6141, l'ISO 6142-1, l'ISO 6143 ou l'ISO 6145-7.

6.3.6 Mesurage de la tension de l'entité d'assemblage de cellules/piles

Un voltmètre doit être raccordé aux points de mesure de la tension comme cela est décrit à l'Article 5. La tension ainsi mesurée doit être considérée comme étant la tension de l'entité d'assemblage de cellules/piles. En cas de connexions en série d'unités répétées (RU), cette tension correspond à la somme des tensions de toutes les RU de la pile. Le câble de raccordement doit être suffisamment résistant pour les conditions d'essai. Il convient de porter une attention particulière à la force thermoélectromotrice au point de raccordement.

Les sondes de tension doivent être placées aussi près que possible des bornes des cellules/piles afin d'éviter que la mesure ne soit altérée par des pertes de tension des câbles. Les pertes de tension peuvent être pertinentes à une température élevée.

6.3.7 Mesurage du courant de l'entité d'assemblage de cellules/piles

Un galvanostat ou une charge électrique raccordé(e) aux points conducteurs de courant, comme cela est décrit à l'Article 5, et/ou un capteur de courant comme une résistance shunt située sur le circuit du courant, doivent être utilisés pour mesurer le courant en transmettant sa sortie à un instrument de mesure/enregistrement. Le câble de raccordement doit être choisi pour des matériaux et une géométrie appropriés compte tenu des conditions d'essai et de la chute de tension potentielle dans le câble.

Le courant électrique doit être mesuré directement par la charge électrique en mode pile à combustible ou par l'alimentation électrique en mode électrolyse. Le courant peut également être mesuré à l'aide d'une résistance shunt placée sur les câbles d'alimentation.

6.3.8 Mesurage de la température de l'entité d'assemblage de cellules/piles

Un couple thermoélectrique ou un couple thermoélectrique gainé et un conducteur d'extension de type et de classe appropriés doivent être choisis conformément à l'IEC 61515, l'IEC 60584-1 ou à l'IEC 60584-3. Ils doivent être placés au point de mesure de la température tel que décrit à l'Article 5 et raccordés à un enregistreur ou à un dispositif similaire pour mesurage. En présence de plusieurs points de mesure de la température, la température de l'entité et sa répartition doivent être obtenues par la méthode de calcul recommandée par le fabricant.

6.3.9 Mesurage de la force de compression

Une force de compression appliquée selon les recommandations du fabricant doit être mesurée.

6.3.10 Mesurage de l'impédance totale

L'impédance totale de l'entité d'assemblage de cellules/piles doit être mesurée par spectroscopie de l'impédance électrochimique (EIS) ou par la méthode d'interruption du courant. Une ligne de mesure appropriée doit être utilisée afin d'assurer l'existence de données de haute qualité sur toute la plage de fréquences analysée. Il convient d'apporter un soin particulier dans le montage et l'exécution du mesurage afin de réduire le plus possible la capacité et/ou les inductances parasites de l'impédance mesurée qui ne proviennent pas de l'entité d'assemblage de cellules/piles.

NOTE Pour des lignes directrices relatives à la spectroscopie de l'impédance électrochimique, voir 7.6. Pour des lignes directrices relatives à la méthode d'interruption de courant, voir l'IEC TS 62282-7-2:2014.

6.3.11 Mesurage des conditions ambiantes

La température ambiante, la pression et l'humidité relative de l'environnement du laboratoire peuvent être mesurées lors de l'essai. L'intervalle d'échantillonnage doit être la valeur spécifiée dans l'ISO 8756 ou une valeur inférieure.

6.4 Conditions d'essai et recommandations du fabricant

6.4.1 Conditions de démarrage et d'arrêt

Les conditions de démarrage, telles que la vitesse d'échauffement et les conditions d'environnement d'essai au cours de la rampe d'échauffement, l'état de l'électrode négative (par exemple, le niveau de réduction de l'oxyde de nickel en nickel), et les conditions d'arrêt, telles que la vitesse de refroidissement et les conditions d'environnement d'essai au cours de la rampe de refroidissement, doivent être fondées sur celles recommandées par le fabricant ou sur les résultats des essais préliminaires.

6.4.2 Plage des conditions d'essai

Les conditions d'essai et la plage d'essai typique recommandées par le fabricant de l'entité d'assemblage de cellules/piles doivent être examinées selon les paramètres suivants afin de les déterminer:

- a) température de l'entité d'assemblage de cellules/piles;
- b) distribution admissible de la température de l'entité d'assemblage de cellules/piles (si plusieurs points de mesure);
- c) débit du gaz de l'électrode négative;
- d) composition du gaz de l'électrode négative;
- e) pression du gaz de l'électrode négative;
- f) température du gaz de l'électrode négative;
- g) débit du gaz de l'électrode positive;
- h) composition du gaz de l'électrode positive;
- i) pression du gaz de l'électrode positive;
- j) température du gaz de l'électrode positive;
- k) utilisation de réactif efficace au niveau de l'électrode négative (également appelée utilisation du combustible en mode pile à combustible, ou conversion de la vapeur en mode électrolyse);
- l) utilisation d'oxygène efficace;
- m) courant ou densité de courant;
- n) tension minimale/maximale de l'entité d'assemblage de cellules/piles;
- o) force de compression.

Parmi ces conditions d'essai, une condition de référence jouant le rôle d'une base de référence pour l'évaluation des résultats d'essai doit être définie.

6.4.3 Stabilisation, conditions d'initialisation et état stable

Après le démarrage, le fabricant peut recommander une période de stabilisation ou d'initialisation avant que l'entité d'assemblage de cellules/piles ne soit prête à la caractérisation. En variante, cela peut se faire sur la base d'essais préliminaires, afin d'assurer que la dérive de sortie au moment du mesurage, causée par la stabilisation en cours ou l'initialisation de l'entité d'assemblage de cellules/piles, est négligeable.

Après l'initialisation de l'entité d'assemblage de cellules/piles, le niveau de tolérance doit être déterminé en tant que variation du courant de sortie ou de la tension de sortie de l'entité d'assemblage de cellules/piles, et les critères d'acceptation résultants pour un état stable doivent être définis.

6.4.4 Durée de maintien, durée de mise en équilibre, durée d'acquisition

Lors d'un essai, les conditions de fonctionnement demeurent constantes pendant une durée spécifique t_{dwell} (voir la Figure A.2), qui comprend la durée de mise en équilibre (t_{eq}) et la durée d'acquisition des données (t_{acq}). La durée de mise en équilibre débute avec t_{dwell} et se termine au début de t_{acq} comme cela est illustré à la Figure A.2, ce qui correspond au moment où les valeurs lues satisfont aux exigences de stabilité du 5.9.

6.5 Méthode d'acquisition des données

Des essais préliminaires doivent être réalisés tout en tenant compte de la variation de chaque paramètre d'essai et de la fréquence d'échantillonnage de chaque instrument de mesure, entre autres, afin de déterminer l'intervalle d'échantillonnage et le nombre d'échantillonnages et de mesures. L'intervalle d'échantillonnage (par exemple, 1 s) doit être suffisamment court pour observer la variation du paramètre mesuré avec une résolution temporelle suffisante. Le nombre d'échantillonnages et de répétitions pour un mesurage unique doit être déterminé de sorte que la période de mesure totale devienne suffisamment plus longue que le cycle de variation dominant de chaque paramètre d'essai.

7 Procédures d'essai et calcul des résultats

7.1 Généralités

Du fait de la fonctionnalité intrinsèque d'une pile à oxyde solide (SOC), les procédures d'essai suivantes peuvent traiter différents modes de fonctionnement: mode pile à combustible (SOFC), mode électrolyse (SOEC) et mode réversible ou régénératif (Re-SOC). Chacun de ces cas étudie la performance et la durabilité, et peut être adapté à un objectif d'essai spécifique, reflétant une application typique par exemple, comme l'écrêtement des pointes de l'énergie éolienne ou autres. Dans le cadre du présent document, l'objectif est d'harmoniser dans toute la mesure du possible les procédures d'essai suivantes avec les exigences des systèmes de stockage de l'énergie et des systèmes tampons (voir l'IEC 62282-8-201). Les procédures d'essai déjà décrites dans l'IEC TS 62282-7-2 et directement applicables aux SOC en mode pile à combustible ou en mode réversible ne sont pas répétées dans le présent document.

Pour tous les essais suivants, il est recommandé de réaliser un essai de référence aux conditions de référence (voir 6.4.2).

NOTE De plus amples informations relatives aux essais suivants sont données à l'Annexe A.

7.2 Essai de caractéristiques courant-tension

7.2.1 Objectif de l'essai

L'objectif de cet essai est de caractériser la réponse d'une SOC fonctionnant à différentes densités de courant en mode pile à combustible, électrolyse ou réversible. L'essai a pour but de mesurer la tension de la SOC en fonction de la densité de courant (caractéristiques courant-tension ou courbe $J-V$) à flux constant ou à utilisation de réactif constante. À partir de la courbe $J-V$ issue de cet essai et de la surface active, la résistance spécifique à la surface (ASR) peut être calculée.

7.2.2 Méthode d'essai

L'action principale de l'essai est la détermination de la tension de l'entité d'assemblage de cellules/piles à des réglages spécifiques du courant. La durée de l'essai dépend de la méthode de mesure (nombre d'étapes, vitesse croissante/décroissante du courant) et de l'obtention d'un courant ou d'une tension spécifique. L'entité doit être utilisée jusqu'à ce que l'état stable soit atteint dans des conditions de circuit ouvert, et les caractéristiques courant-tension peuvent ensuite être mesurées.

L'essai doit être réalisé en modifiant le courant progressivement et en enregistrant la tension de l'entité d'assemblage de cellules/piles. Les mesurages doivent être effectués lorsque l'entité d'assemblage de cellules/piles atteint l'état stable à chaque étape. Les mesurages sont effectués à chaque étape pendant la durée des intervalles d'échantillonnage spécifiés en 5.9.

En variante, la tension peut être contrôlée et le courant enregistré (dans ce cas, la tension en circuit ouvert doit être enregistrée puisqu'elle ne peut être contrôlée). Dans les deux cas, en lieu et place de mesurages progressifs, un balayage des paramètres de commande à vitesse constante peut être effectué. Lorsque le courant fait l'objet d'un balayage, la vitesse de balayage doit être déterminée de sorte que la largeur maximale de l'hystérésis du paramètre enregistré ne dépasse pas la variation de paramètre à l'état stable.

7.2.3 Post-traitement des données

Le post-traitement des données brutes est réalisé en calculant la moyenne des valeurs mesurées à partir des données échantillonnées lors de la durée d'acquisition respective de chaque étape (t_{acq}). Les moyennes de tension et de courant calculées à chaque étape constituent les caractéristiques courant-tension de l'entité d'assemblage de cellules/piles.

Par ailleurs, les résultats suivants doivent être calculés et présentés.

La puissance électrique P_{el} et/ou la densité de puissance P_d sont calculées conformément à l'Annexe C.

La résistance spécifique à la surface, R_{ASR} , est définie par la pente de la courbe de caractéristiques courant-tension (dV/dJ) à une tension ou une densité de courant de la SOC spécifiée, en fonction de l'objectif d'essai et des conditions d'essai. Elle est déterminée par régression linéaire sur au moins trois points de données autour de la valeur cible de tension ou de densité de courant obtenue sur la partie ascendante de la densité de courant de la courbe. Il convient que les valeurs choisies de la tension ou de la densité de courant se situent dans le régime linéaire apparent de la courbe de polarisation. Dans le cas contraire, il convient que les valeurs choisies de la tension se situent dans une très petite fenêtre (généralement inférieure à 10 mV) pour laquelle la réponse en tension à la variation de la densité de courant peut être considérée comme linéaire.

En mode électrolyse, une grande incertitude peut survenir du fait des fluctuations des tensions (en mode galvanostatique) résultant de la difficulté à maintenir une alimentation en vapeur suffisamment stable dans les systèmes de petite taille. Voir le Tableau 2 pour des fluctuations acceptables.

NOTE 1 Cette définition de l'ASR comprend les modifications de potentiel résultant de la réaction électrochimique.

Il convient de consigner l'ASR dans le rapport avec les valeurs de tension et de densité de courant utilisées pour le calcul et la courbe de polarisation.

Les résultats doivent être représentés en tension SOC, densité de puissance et température(s) SOC par rapport à la densité de courant. De plus, l'utilisation de réactif et/ou l'évolution des gaz d'échappement peuvent être représentées. En général, les tracés consignés doivent être représentatifs de l'application visée/objectif d'essai.

Tous les paramètres d'entrée d'essai (TIP), paramètres de sortie d'essai (TOP) et grandeurs dérivées de cet essai sont donnés à l'Article A.3.

7.3 Essai d'utilisation de réactif efficace

7.3.1 Objectif de l'essai

L'objectif de cet essai est de caractériser l'influence de l'utilisation de réactif sur la performance d'une entité d'assemblage de cellules/piles SOC en mode pile à combustible, électrolyse ou réversible. Les paramètres qui régissent l'utilisation de réactif sont le courant généré (pile à combustible) ou consommé (électrolyse) par la cellule/pile, la composition et le débit du flux de combustible/oxydant. Par exemple, en mode pile à combustible les réactifs sont l'hydrogène (électrode négative) et l'oxygène (électrode positive), et le produit est la vapeur (électrode négative). En mode électrolyse, le réactif est la vapeur (électrode négative) et les produits sont l'hydrogène (électrode négative) et l'oxygène (électrode positive).

7.3.2 Méthode d'essai

L'action principale de l'essai est la détermination de la tension de l'entité d'assemblage de cellules/piles à des réglages spécifiques de l'utilisation de réactif. La durée de l'essai dépend du nombre d'étapes de mesure et de l'obtention d'une tension spécifique. L'entité doit être utilisée jusqu'à ce que l'état stable soit atteint dans des conditions de fonctionnement spécifiées par le fabricant (condition de référence), et le débit de l'électrode visée est ensuite modifié afin d'évaluer la réponse en tension, tout en gardant constante la charge de courant.

Afin d'évaluer les effets du débit de gaz d'électrode (négative ou positive) à l'entrée de la cellule/pile, la fraction molaire du réactif doit rester constante. Par conséquent, dans le cas d'une électrode négative par exemple, la composition du gaz doit rester constante, c'est-à-dire que la composition molaire doit rester constante. Les mesurages doivent être effectués lorsque l'entité d'assemblage de cellules/piles atteint l'état stable à chaque étape. Les mesurages sont effectués à chaque étape à la durée des intervalles d'échantillonnage spécifiés en 5.9.

Afin d'éviter l'insuffisance de réactif, son débit doit être augmenté avant l'augmentation de la densité de courant, tandis que la densité de courant doit être réduite avant la réduction du débit du réactif. La dynamique du banc d'essai doit donc être prise en considération, en particulier si de grands volumes morts (par exemple, longs tuyaux, récipients en série) sont présents dans le système d'essai.

En fonctionnement en mode pile à combustible, une modification de l'utilisation de réactif dans une électrode lors de la modification de la densité de courant implique la modification de l'utilisation de réactif dans l'électrode opposée si le débit volumétrique et les fractions molaires de cette dernière restent inchangés. Ainsi, si une utilisation de réactif particulière dans une partie de l'essai doit rester constante, par exemple l'utilisation de réactif positive ($U_{\text{gas,pos}}$), il est nécessaire de modifier en conséquence les débits individuels des composants du débit gazeux d'électrode positive ($q_{V,i,\text{pos,in}}$) prenant part à la réaction. Il est essentiel de ne pas altérer le débit volumétrique de façon significative car cela peut altérer les conditions de fonctionnement, étant donné que ce paramètre a une forte influence sur la dynamique des fluides et thermique du système.

Enfin, il est recommandé que la campagne d'essai commence avec les conditions de fonctionnement les plus favorables (utilisation faible) puis s'oriente vers des conditions moins favorables (utilisation fréquente).

7.3.3 Post-traitement des données

Le post-traitement des données brutes se fait en calculant la moyenne des valeurs des réponses à partir de toutes les données échantillonnées lors de la durée d'acquisition de chaque étape (t_{acq}). Par ailleurs, les résultats suivants doivent être calculés et présentés.

La puissance électrique P_{el} et/ou la densité de puissance P_d sont calculées et consignées dans le rapport avec les valeurs d'utilisation calculées selon l'Annexe C.

Tous les paramètres d'entrée d'essai (TIP), paramètres de sortie d'essai (TOP) et grandeurs dérivées de cet essai sont donnés à l'Article A.4.

7.4 Essai de durabilité

7.4.1 Objectif de l'essai

L'objectif du présent essai est de caractériser la réponse d'une SOC en courant constant (c'est-à-dire en conditions galvanostatiques) ou en tension constante (c'est-à-dire en conditions potentiostatiques) en tant que pile à combustible ou électrolyseur, ou en mode réversible. L'essai a pour but de mesurer l'endurance de longue durée de l'entité d'assemblage de cellules/piles à une condition de fonctionnement donnée. En courant constant, la vitesse de dégradation peut être calculée à partir du profil de tension sur la durée résultant de l'essai. En tension constante, la vitesse de dégradation peut être calculée à partir du profil de courant sur la durée résultant de l'essai.

7.4.2 Méthode d'essai

L'action principale de l'essai est l'enregistrement de l'évolution de la tension (en fonctionnement à courant constant) ou du courant (en fonctionnement à tension constante) de l'entité d'assemblage de cellules/piles en fonctionnement permanent, en conditions de fonctionnement constant, pour un traitement de conditionnement/veille ou pour des essais d'endurance de longue durée. Il convient de porter une attention particulière à la stabilité des conditions de fonctionnement (température, pression, débit de gaz et densité de courant) lorsqu'elles sont constantes. Il est également nécessaire que le bruit des mesurages de tension ou de courant soit sous un seuil de 1 % du signal de courant ou de tension afin de permettre la détermination de la vitesse de dégradation en fonctionnement à long terme.

Les essais de durabilité doivent durer assez longtemps (au moins 500 h, de préférence autour de 1 000 h) pour permettre un calcul valable de la vitesse de dégradation, exprimée en %/kh.

Pour des durées de fonctionnement longues et significatives en courant constant, il est recommandé de réaliser des essais de caractéristiques courant-tension (voir 7.2) et/ou des essais de séparation des composants de résistance (voir 7.6) à des intervalles réguliers afin de surveiller l'évolution de l'ASR.

7.4.3 Post-traitement des données

Un graphique représentant l'évolution des tensions de l'entité d'assemblage de cellules/piles (V_{stack} , V_{cell} et $V_{RU,i}$) en mode galvanostatique ou du courant (I_{stack} , I_{cell} ou I_{RU}) en mode potentiostatique en fonction du temps doit être consigné dans le rapport. Il est fortement recommandé de fournir également un graphique avec l'évolution temporelle des températures des entités ($T_{cell/stack}$).

Pour un essai d'endurance de longue durée, la vitesse de dégradation est consignée comme la modification dans la résistance spécifique à la surface (ΔR_{ASR}), la densité de puissance (ΔP_d) et la tension (ΔV_{cell} , ΔV_{stack} et $\Delta V_{RU,i}$) ou le courant (ΔI_{cell} , ΔI_{stack} et ΔI_{RU}) sur une période donnée (Δt) qui doit être clairement mentionnée. Par exemple, les cent premières heures sont généralement ignorées puisqu'il s'agit de la phase de stabilisation de l'entité d'assemblage de cellules/piles. Les vitesses de dégradation sont exprimées en $m\Omega \cdot cm^2$, mW/cm^2 et mV par kh (μV par h) respectivement et peuvent en plus être exprimées en % de la valeur initiale (par kh ou h) pour chaque paramètre. Il est nécessaire de fournir au moins ces trois représentations interdépendantes de la dégradation afin d'apporter une représentation compréhensible de la durabilité de l'entité d'assemblage de cellules/piles.

La vitesse de dégradation peut être utilisée pour mesurer à la fois les pertes réversibles et les pertes permanentes de performance de la cellule/pile. Selon le mode de fonctionnement, la vitesse de dégradation peut être exprimée par la vitesse d'évolution de toute grandeur d'intérêt qui sert d'indicateur de performance de la cellule/pile, par exemple le courant électrique, la vitesse de production de combustible, la tension, la puissance électrique ou la résistance spécifique à la surface. Il est recommandé de toujours utiliser un signe avant le chiffre afin d'indiquer de manière univoque la direction de variation de la grandeur. Un signe positif signifie que la grandeur s'accroît avec la durée et un signe négatif signifie que la grandeur décroît avec la durée. En général la vitesse de dégradation d'une cellule/pile dépend de la durée. Par conséquent, la période de temps durant laquelle la vitesse de dégradation est évaluée doit toujours être indiquée.

Tous les paramètres d'entrée d'essai (TIP), paramètres de sortie d'essai (TOP) et grandeurs dérivées de cet essai sont donnés à l'Article A.5.

7.5 Essai de sensibilité à la température

7.5.1 Objectif de l'essai

L'objectif de cet essai est d'analyser l'influence de la température de fonctionnement sur la performance de la cellule/pile. Les paramètres ayant un rôle prédominant dans le présent essai sont la température du four, les températures de préchauffage des réactifs, le courant, et éventuellement, le débit du gaz d'électrode positive à l'entrée de la cellule/pile. Ce dernier est souvent utilisé dans les systèmes de gestion thermique de la pile en conditions réelles. Pour avoir une évaluation complète de la réponse de l'entité d'assemblage de cellules/piles, il est recommandé d'effectuer l'essai des caractéristiques courant-tension (7.2) à différentes températures de fonctionnement.

7.5.2 Méthode d'essai

L'action principale de l'essai est l'enregistrement de la tension de l'entité d'assemblage de cellules/piles en fonctionnement permanent, à des conditions spécifiques, en fonction des différents niveaux de température de fonctionnement de l'entité. Il est recommandé de mesurer la température de la cellule/pile à un emplacement fixe, qui doit être le plus proche possible du centre géométrique de la cellule/pile. Puisqu'il n'est généralement pas possible de placer un couple thermoélectrique (ou tout autre capteur de température) au cœur d'une pile, il est suggéré de mesurer la température en contact direct avec le centre de la ou des plaques d'extrémité de l'assemblage de cellules/piles. Si le mesurage direct de la température de la cellule/pile n'est pas possible, la température de sortie de l'oxydant doit constituer une référence, et être mesurée aussi près que possible de la sortie de la cellule/pile.

La stabilité de la température de la cellule/pile lors du mesurage doit être assurée. Les variations de température mineures sont acceptables tant que la tension de la cellule/pile n'est pas spécialement touchée. Puisque l'objectif de l'essai est la détermination de l'influence de la température de la cellule/pile sur la performance, les modifications de la température de la cellule/pile causées par des variations de la puissance électrique doivent être prises en considération. En mode électrolyse, cela détermine le changement d'un déficit thermique à un surplus thermique de l'entité d'assemblage de cellules/piles SOC (qui se fait à la valeur théorique de la tension soi-disant thermiquement neutre).

7.5.3 Post-traitement des données

Le post-traitement des données brutes se fait en calculant la moyenne des valeurs des réponses à partir de toutes les données échantillonnées lors de la durée d'acquisition de chaque étape (t_{acq}).

Compte tenu des difficultés à mesurer la température au milieu d'une pile, la température de pile moyenne peut être estimée en calculant la température moyenne entre les plaques haute et basse, par exemple la moyenne arithmétique des températures des plaques haute et basse:

$$T_{stack,av} = \frac{T_{TP} + T_{BP}}{2} \quad (2)$$

où

$T_{stack,av}$ est la température moyenne de l'entité d'assemblage de cellules/piles;

T_{TP} est la température de la plaque haute;

T_{BP} est la température de la plaque basse.

ou la moyenne arithmétique de toutes les températures autour de l'entité d'assemblage de cellules/piles, par exemple celles des plaques haute et basse, des gaz d'entrée et de sortie aux électrodes positive et négative:

$$T_{stack,av} = \frac{T_{TP} + T_{BP} + T_{neg,in} + T_{neg,out} + T_{pos,in} + T_{pos,out}}{6} \quad (3)$$

où

$T_{neg,in}$ est la température du flux des gaz à l'entrée de l'électrode négative de la pile/cellule;

$T_{neg,out}$ est la température du flux des gaz à la sortie de l'électrode négative de la pile/cellule;

$T_{pos,in}$ est la température du flux des gaz à l'entrée de l'électrode positive de la pile/cellule;

$T_{pos,out}$ est la température du flux des gaz à la sortie de l'électrode positive de la pile/cellule.

Les données principales enregistrées – températures, tension et courant (éventuellement le débit du réactif de l'électrode positive) – doivent être consignées et représentées dans un graphique en fonction de la durée.

Tous les paramètres d'entrée d'essai (TIP), paramètres de sortie d'essai (TOP) et grandeurs dérivées de cet essai sont donnés à l'Article A.6.

7.6 Essai de séparation des composants de résistance au moyen de la spectroscopie de l'impédance électrochimique

7.6.1 Objectif de l'essai

Cet essai a pour objectif principal d'identifier et d'évaluer les composants ohmiques et non ohmiques de la résistance totale de l'entité d'assemblage de cellules/piles. Cet essai est déjà en partie décrit dans l'IEC TS 62282-7-2:2014, 10.7. Des remarques relatives au fonctionnement en mode électrolyse ont été ajoutées. De plus amples informations relatives aux principes de base de la spectroscopie de l'impédance électrochimique et de l'interprétation du spectre de l'EIS sont données à l'Annexe B.

7.6.2 Méthode d'essai

L'action principale de l'essai est la détermination de la réponse dynamique de l'entité d'assemblage de cellules/piles aux perturbations électriques d'oscillation à l'état de référence, permettant de déterminer la résistance ohmique et la polarisation totale de l'entité. Cette méthode est connue sous le nom de spectroscopie de l'impédance électrochimique (EIS).

Les recommandations suivantes sont données pour la présente méthode d'essai.

a) Courant continu

L'EIS peut être réalisée à une tension en circuit ouvert ou sous une charge électrique. Il est recommandé d'effectuer les mesurages en courant continu afin d'appréhender les différentes opérations se produisant sous charge. Pour les mesurages de l'électrolyse, le courant externe doit être négatif (voir 5.6). Par conséquent, une source de courant continu est nécessaire. En mode électrolyse, une attention particulière doit être portée au fait que les mesurages de l'EIS effectués en courant direct peuvent exiger que l'équipement EIS soit capable d'appliquer de hautes valeurs en courant continu (plusieurs dizaines ou centaines d'ampères), et capable d'interagir avec les charges en courant continu appliquées au courant.

b) Amplitude du signal d'excitation

L'amplitude de perturbation recommandée pour un signal en courant alternatif est d'environ 1 % à 3 % selon le bruit du système. Par exemple, un signal d'excitation en tension alternative est de 10 mV à 30 mV par cellule, et un signal d'excitation en courant alternatif est de 3 mA/cm² à 30 mA/cm² à une densité de courant continu de 1 mA/cm².

c) Mode balayage

Il est recommandé de commencer les mesurages avec de hautes fréquences afin d'obtenir rapidement des sorties et de voir directement si les mesurages donnent des résultats acceptables. Ensuite, balayer avec des fréquences plus basses.

d) Nombre de points de mesure

Un nombre de quatre à vingt points par dizaine de fréquences (à répartir uniformément sous forme de logarithmes, dans toute la mesure du possible) est exigé; ce nombre doit être suffisant pour identifier clairement la géométrie des courbes d'impédance. Éviter dans toute la mesure du possible les composantes fondamentales et les harmoniques de la fréquence de réseau électrique.

e) Nombre de périodes de mesure

Le mesurage du signal d'entrée est la moyenne de plus d'une période sinus. Si le nombre de périodes choisi est très élevé, les mesurages nécessitent beaucoup de temps. Il est recommandé de trouver un compromis entre une durée et une précision de mesure acceptable (4 à 20 périodes sont réalisables).

En mode électrolyse, une attention particulière doit être portée au bruit des signaux de tension causé par une instabilité de l'alimentation en vapeur, en particulier dans des environnements d'essai petits et à faible puissance. Les paramètres de fonctionnement du générateur de vapeur doivent être optimisés afin de réduire le bruit au niveau du mesurage de l'impédance.

7.6.3 Post-traitement des données

Pour les mesurages de l'EIS, les paramètres de sortie directement atteints sont la tension (en mode galvanostatique) ou le courant (en mode potentiostatique). Tous deux sont des signaux sinusoïdaux. De plus, le déphasage entre le signal d'excitation et le signal de réponse correspondant est mesuré directement en tant que paramètre de sortie. Il est possible d'obtenir un spectre d'impédance électrochimique en calculant les impédances correspondantes (voir l'Équation (B.2)). La méthode la plus couramment utilisée est celle qui consiste en la division de l'impédance totale en partie imaginaire et partie réelle. Des analyseurs d'impédance à la pointe de la technologie contiennent des progiciels puissants qui fournissent directement ces valeurs calculées en paramètres de sortie. Par conséquent, elles peuvent également être traitées en paramètres de sortie directs.

Le processus électrochimique se produisant dans une unité répétée d'une cellule ou pile à combustible/électrolyse peut être modélisé en un circuit électrique équivalent constitué d'éléments comme des résistances, des condensateurs, des éléments de phase constante. Les processus individuels se produisant dans les couches des cellules et/ou dans les composants de la pile correspondante peuvent être attribués à ces éléments de circuit équivalent. Plusieurs modèles de circuits sont possibles, comme le démontre la littérature scientifique. Chaque élément du circuit équivalent représente un processus physicochimique ou électrochimique se produisant dans la couche cellule/pile, et est stimulé à une (plage de) fréquence particulière.

Après avoir choisi un modèle de circuit électrique équivalent (conforme aux relations de Kramers-Kronig (KK), voir A.7.4), des valeurs initiales peuvent être assignées aux éléments du modèle. Ces valeurs peuvent être déterminées de différentes façons. Les valeurs de départ du modèle peuvent être lues sur la courbe de Bode ou sur le diagramme de Nyquist. Les valeurs initiales sont données comme entrées au modèle de simulation. En utilisant par exemple un algorithme des moindres carrés non linéaires complexes, le logiciel peut générer une courbe (présentée comme "FIT") simulant le résultat expérimental. À la fin de la simulation, les valeurs des différentes résistances, et autres condensateurs et inducteurs sont identifiées.

Les résultats des spectres d'impédance doivent être analysés avec précaution. Premièrement, ils représentent un phénomène électrochimique complexe se produisant dans des couches de l'entité de cellules/piles qui ne sont pas encore parfaitement comprises. Deuxièmement, l'observation a montré que les spectres étaient très sensibles aux conditions de mesure, en particulier à la température, au courant et à la composition du gaz. Troisièmement, des perturbations comme les hautes fréquences des lignes de mesures influencent ou désavantagent le mesurage. Quatrièmement, l'ajustement des spectres au modèle n'est pas sans erreur – la nature de la courbe et le chevauchement entre les différents arcs d'impédance (c'est-à-dire le chevauchement de fréquence entre différents processus électrochimiques) ainsi que l'erreur humaine induite peuvent donner lieu à des résultats différents, même lorsqu'une courbe est ajustée deux fois par la même personne. C'est pour cela qu'il est parfois recommandé d'utiliser les résultats directs du spectre EIS pour analyser les changements d'impédance en fonction des différentes couches de cellule/pile, à des conditions de fonctionnement différentes, ou en fonction de la durée.

Tous les paramètres d'entrée d'essai (TIP), paramètres de sortie d'essai (TOP) et grandeurs dérivées de cet essai sont donnés à l'Article A.7.

7.7 Essai de durabilité à cycle de courant

7.7.1 Objectif de l'essai

L'objectif de cet essai est d'évaluer la capacité d'une entité d'assemblage de cellules/piles à moduler sa puissance selon des profils de charge spécifiques à l'application, pouvant couvrir les modes pile à combustible et électrolyse, par exemple en lien avec l'écrêtement des pointes associé à la génération d'électricité renouvelable fluctuante. Cet essai a pour but le mesurage de la réponse de l'entité d'assemblage de cellules/piles en fonctionnement quasi dynamique, c'est-à-dire avec des niveaux de courant qui varient, mais en conditions galvanostatiques locales (à courant constant pour un point de fonctionnement donné).

7.7.2 Méthode d'essai

L'action principale de cet essai est l'enregistrement de l'évolution de la tension de l'entité d'assemblage de cellules/piles à des niveaux de courant variés pouvant couvrir le fonctionnement en pile à combustible (courant généré), le fonctionnement à électrolyse (courant stocké dans de l'hydrogène) ou le fonctionnement réversible. Un cycle peut comprendre plusieurs plateaux à des valeurs de courant différentes ou à des rampes de courant continues, et peut être répété plusieurs fois. L'utilisation de réactif doit rester constante tout au long de l'essai.

Pour l'essai, des courants réalistes, des durées de plateaux et des vitesses de rampes permettant de passer d'un courant à l'autre doivent être définis. Cela reflète l'application cible choisie pour l'essai tout en tenant compte des recommandations du fabricant.

Pour les essais de cycle comprenant des fonctionnements réversibles, le passage du fonctionnement à pile à combustible au fonctionnement à électrolyse doit assurer une atmosphère gazeuse adéquate aux électrodes à tout moment.

7.7.3 Post-traitement des données

Un graphique représentant l'évolution des tensions de l'entité d'assemblage de cellules/piles (V_{stack} , V_{cell} et $V_{\text{RU},i}$) en fonction de la durée et la charge de courant appliquée doit être fourni. Un graphique avec l'évolution temporelle des températures des entités ($T_{\text{cell/stack}}$) doit être fourni.

Des lignes directrices détaillées relatives à l'essai et tous les paramètres d'entrée d'essai (TIP), paramètres de sortie d'essai (TOP) et grandeurs dérivées de cet essai sont donnés à l'Article A.8.

7.8 Essai de cycle thermique

7.8.1 Objectif

Les entités d'assemblage SOC, qu'elles fonctionnent en mode pile à combustible, électrolyse réversible ou régénératif, sont destinées à supporter un cycle thermique lors du service, ce qui implique des démarrages et arrêts séquentiels de différentes périodes, selon l'application. L'objectif de cet essai est d'évaluer la stabilité d'une entité d'assemblage de cellules/piles SOC en conditions de cycle thermique. Le présent essai est réalisé en refroidissant la cellule/pile de la température de fonctionnement ($T_{\text{cell/stack}}$) à une valeur plus faible T_{min} , à une vitesse de changement de température constante durant un nombre de cycles n . Les durées de maintien à la température de fonctionnement et à la température minimale respectivement doivent être définies au préalable.

7.8.2 Méthode d'essai

Les cycles thermiques peuvent causer une augmentation des vitesses de fuite, par conséquent une attention particulière doit être portée au mesurage de l'étanchéité au gaz. L'action principale de l'essai est l'enregistrement des paramètres relatifs à l'étanchéité au gaz des entités d'assemblage de cellules/piles SOC, comme la température, la tension en circuit ouvert et les débits de sortie. Les paramètres de performance comme les tensions en courant de fonctionnement doivent également être enregistrés, ce qui permet l'évaluation de la stabilité thermique de l'entité d'assemblage de cellules/piles SOC et le calcul de ses vitesses de dégradation. Il est recommandé d'enregistrer les caractéristiques courant-tension (voir 7.2) avant et après un programme de cycle défini. Une attention particulière doit être portée à l'exactitude des lectures de la température et à leur vitesse de changement afin de suivre la réponse thermique du système le plus près possible. La tension doit être mesurée en continu, soit en circuit ouvert, soit sous courant, afin de surveiller l'étanchéité de l'entité d'assemblage de cellules/piles SOC lors des cycles thermiques. La force de compression exercée sur l'assemblage de cellules/piles doit rester constante lors des cycles thermiques afin de maintenir les paramètres reproductibles en ce qui concerne les contacts électriques et l'étanchéité au gaz. Pour des raisons de sécurité, lorsque l'assemblage de cellules/piles est arrêté, la teneur en hydrogène de l'électrode négative doit être maintenue sous 4 % afin d'éviter la création d'une atmosphère explosive.

7.8.3 Post-traitement des données

Le post-traitement des données consiste en une analyse de l'évolution des paramètres de sortie lors de l'essai. Un graphique représentant l'évolution des tensions de l'entité d'assemblage de cellules/piles (V_{stack} , V_{cell} et $V_{\text{RU},i}$) et la variation de la température appliquée en fonction de la durée doit être fourni. Si un courant de référence est appliqué lors du fonctionnement à la température de la cellule/pile, cela doit également être représenté.

Les tensions de la cellule/pile V_{stack} , V_{cell} et/ou $V_{\text{RU},i}$ à la charge de courant zéro doivent être enregistrées et indiquées après chaque cycle thermique afin de déterminer une possible dégradation de la tension en circuit ouvert résultant des périodes de cycles. Cela donne une indication de la modification de l'étanchéité au gaz de l'entité d'assemblage de la cellule/pile lors des cycles thermiques.

Tous les paramètres d'entrée d'essai (TIP), paramètres de sortie d'essai (TOP) et grandeurs dérivées de cet essai sont donnés à l'Article A.9.

7.9 Essai sous pression

7.9.1 Objectif de l'essai

L'objectif de cet essai est d'évaluer la capacité d'une entité d'assemblage de cellules/piles SOC à fonctionner dans des conditions de pression, en mode électrolyse, pile à combustible, ou réversible. Le test a pour but de mesurer la réponse de l'entité d'assemblage de cellules/piles dans des conditions de pression, c'est-à-dire sous une pression variant de la pression atmosphérique à une valeur définie (qui peut être plusieurs fois la pression atmosphérique). Pour avoir une évaluation complète de la réponse de l'entité d'assemblage de cellules/piles, il est recommandé d'effectuer l'essai des caractéristiques courant-tension (7.2) à différentes pressions de fonctionnement. D'autres mesurages, comme l'essai de durabilité (7.4), s'appliquent également à cet essai.

7.9.2 Méthode d'essai

L'action principale de cet essai est de mettre sous pression l'entité d'assemblage de cellules/piles SOC pour une évaluation ultérieure de ses propriétés, en mode électrolyse, à pile à combustible ou réversible, selon les procédures définies dans tous les précédents paragraphes de l'Article 7 (7.2 à 7.8). Dans la plupart des cas, la pression est contrôlée par des soupapes de sécurité.

Si l'essai sous pression débute en mode électrolyse, la mise sous pression de l'entité d'assemblage de cellules/piles SOC est effectuée au courant zéro, avec une composition de gaz définie aux électrodes positive et négative.

Si l'essai sous pression débute en mode pile à combustible, la mise sous pression de l'entité d'assemblage de cellules/piles SOC est effectuée au courant zéro, avec une composition de gaz définie aux électrodes positive et négative.

L'essai débute à la pression atmosphérique (1 bar), puis la pression est augmentée graduellement. La vitesse de la rampe de pression doit se situer entre 1 bar/h et 30 bar/h, et la valeur doit être ajustée en fonction de l'installation (capacité des soupapes et volume à mettre sous pression).

La différence de pression entre le récipient et le compartiment de chaque électrode doit être contrôlée par un système de contrôle de la pression et maintenue dans une plage spécifiée par le fabricant de la pile afin de protéger l'étanchéité et la pile elle-même. La tenue des essais des cellules doit être conforme à la solution d'étanchéité choisie.

La différence de pression entre les compartiments des électrodes négatives et positives et d'oxydant doit être maintenue dans une plage spécifiée par le fabricant de la pile afin de protéger l'étanchéité. La tenue des essais des cellules doit être conforme à la solution d'étanchéité choisie.

La force de compression de la cellule/pile doit être ajustée à chaque étape d'augmentation de la pression afin de compenser l'augmentation de la pression à l'intérieur de la cellule/pile.

Le passage du mode électrolyse au mode pile à combustible et l'inversion se font à pression constante. Si une pression de valeur différente est ciblée en mode électrolyse et pile à combustible, le changement de pression peut s'effectuer en mode électrolyse ou pile à combustible.

7.9.3 Post-traitement des données

Un graphique représentant la tension de la pile SOC, la densité de puissance et la température de la pile SOC par rapport à la densité de courant pour différentes pressions soumises à l'essai doit être fourni en cas d'essai des caractéristiques courant-tension.

Un graphique représentant l'évolution des tensions de l'entité d'assemblage de cellules/piles (V_{stack} , V_{cell} et $V_{\text{RU},i}$) en fonction de la durée et la charge de courant appliquée pour les différentes pressions soumises à l'essai doit être fourni en cas d'essai de durabilité à charge constante. Il est fortement recommandé de fournir également un graphique avec l'évolution temporelle des températures des entités ($T_{\text{cell/stack}}$).

Tous les paramètres d'entrée d'essai (TIP), paramètres de sortie d'essai (TOP) et grandeurs dérivées de cet essai sont donnés à l'Article A.10.

8 Rapport d'essai

8.1 Généralités

Les rapports d'essai doivent présenter avec exactitude, clarté et objectivité un nombre suffisant d'informations qui permettent de démontrer que tous les objectifs des essais ont été atteints, ou non.

8.2 Éléments contenus dans le rapport

Le rapport doit présenter au minimum les informations suivantes:

- a) intitulé du rapport;
- b) auteurs du rapport;
- c) date du rapport;
- d) numéro de référence/identification du rapport d'essai;
- e) site et date/heure (de commencement) de l'essai;
- f) banc d'essai utilisé;
- g) données relatives à l'entité d'essai (voir 8.3 pour des informations détaillées);
- h) conditions d'essai (voir 8.4 pour des informations détaillées);
- i) données d'essai (voir 8.5 pour des informations détaillées).

8.3 Description des données relatives à l'entité d'essai

Les données relatives à l'entité d'essai doivent inclure au minimum les informations suivantes:

- a) nom de produit et marque de l'entité;
- b) surface d'électrode active;
- c) nombre de cellules (cellules totales, en série, en parallèle);
- d) matériaux et épaisseurs des cellules, lorsqu'ils sont connus, et numéro(s) d'identification des cellules;
- e) matériaux d'assemblage de cellules élémentaires, lorsqu'ils sont connus;
- f) géométrie de l'entité;
- g) positions de mesure de la température et d'application de la force de compression.

8.4 Description des conditions d'essai

La description des conditions d'essai doit inclure au minimum les informations suivantes:

- a) nom de la ou des personnes réalisant l'essai;
- b) instruments et enregistrement d'étalonnage;
- c) procédure d'essai;
- d) historique de l'entité d'assemblage de cellules/piles (par exemple durée de fonctionnement en heures et nombre de cycles effectués) au moment de l'essai;
- e) critères d'état stable;
- f) méthode d'acquisition des données;
- g) pureté et impuretés des gaz;
- h) disposition du banc d'essai.

8.5 Description des données d'essai

Les données d'essai doivent inclure les informations suivantes:

- a) intitulé du ou des essais;
- b) conditions de fonctionnement d'essai;
- c) résultats d'essai;
- d) conditions ambiantes;
- e) évaluation de l'incertitude (voir 8.6 pour des informations détaillées).

8.6 Évaluation de l'incertitude

Les incertitudes des instruments doivent être consignées dans le rapport. Si nécessaire, la variation des mesurages et/ou des incertitudes de mesure calculée à partir de la variation des mesurages et des incertitudes des instruments doit être consignée dans le rapport.

Annexe A (normative)

Procédures d'essai détaillées

NOTE Les lignes directrices données dans l'Annexe A sont tirées de et pleinement détaillées dans les modules et programmes d'essai développés dans le projet européen SOCTESQA (voir la Bibliographie).

A.1 Objectif d'essai

La détermination de l'objectif d'un essai constitue la première partie de la planification de la procédure d'essai d'une cellule/pile à oxyde solide céramique. Les objectifs peuvent être:

- l'évaluation de la performance;
- la stabilité dans le temps à des conditions (constantes) données.

En ayant les objectifs d'essai à l'esprit, l'essai peut être planifié en choisissant d'abord le domaine d'application approprié, les conditions de fonctionnement appropriées (en fonction de l'application), le mode de fonctionnement, et laquelle de la cellule ou de la pile est la plus adaptée à l'essai.

A.2 Installation

La procédure de l'installation d'essai doit être la suivante.

- a) Vérifier le matériel de mesure et de contrôle afin de détecter toute fuite. Il existe de nombreuses méthodes de vérification de fuite, telles que les détecteurs du point de bulle et les détecteurs de fuite à l'hélium. Le choix de la méthode dépend de l'équipement utilisé. Le bon fonctionnement du matériel d'essai doit être vérifié par une comparaison de ses performances avec les paramètres spécifiés en 6.2.
- b) Préparer une entité d'assemblage de cellules/piles composée d'une ou de plusieurs cellules, d'un passage des gaz, d'interconnecteurs, de collecteurs de courant, d'isolants, et d'autres composants conformément à la méthode et à la procédure d'assemblage recommandées par le fabricant. Avant de raccorder la cellule/pile au banc d'essai, mesurer la résistance entre les points conducteurs de courant de l'électrode positive et de l'électrode négative afin de déterminer la présence ou non d'un court-circuit. Mesurer la résistance entre les points conducteurs de la cellule afin de déterminer s'ils sont isolés électriquement. Mesurer les résistances entre cellules. Ces valeurs ne doivent pas indiquer la présence d'un court-circuit mais doivent, en revanche, être similaires à celles spécifiées par le fabricant.
- c) Placer l'entité d'assemblage de cellules/piles dans un environnement à la température contrôlée et installer:
 - le câblage de la ligne de mesure de la tension,
 - les raccordements électriques,
 - l'équipement de force de compression,
 - les couples thermoélectriques,
 - la tuyauterie d'alimentation et d'évacuation du gaz.
- d) Raccorder les éléments énumérés en c) avec les sous-systèmes correspondants.
- e) Vérifier que l'isolation entre les couples thermoélectriques et la cellule/pile est correcte. L'équipement de force de compression et la cellule/pile doivent également être isolés électriquement. Vérifier qu'aucune tuyauterie et partie de l'installation d'essai ne présente de fuite de gaz.

- f) Vérifier l'isolation à la terre des câblages et autres. Il est recommandé de vérifier l'isolation préalablement au raccordement du matériel de contrôle de sortie ou de l'équipement de mesure. De plus, un câblage correct doit faire l'objet d'une vérification au niveau des raccords de joints.
- g) Après les vérifications susmentionnées, l'équipement de mesure est soumis à une vérification de bon fonctionnement.

A.3 Essai de caractéristiques courant-tension (voir 7.2)

A.3.1 Paramètres d'entrée d'essai (TIP)

Pour cette procédure d'essai, il existe deux types de paramètres d'entrée d'essai (TIP ou conditions d'essai): variable et statique. Les entrées d'essai statique et variable appliquées lors de l'essai sont données au Tableau A.1. Selon l'objectif de l'essai, le profil du point de consigne du courant (nombre d'étapes, niveaux et vitesse de changement) doit être spécifié.

**Tableau A.1 – Paramètres d'entrée d'essai (TIP)
pour un essai de caractéristiques courant-tension**

TIP statique		TIP variable	
Grandeur	Symbole	Grandeur	Symbole
Débit volumétrique total du gaz à l'entrée de l'électrode négative	$q_{V,neg,in}$	Courant de la cellule/pile (en cas de contrôle galvanostatique)	I
Débit volumétrique total du gaz à l'entrée de l'électrode positive	$q_{V,pos,in}$	Durée de maintien à un point de fonctionnement donné	t_{dwell}
Débit volumétrique du composant gaz i à l'entrée de l'électrode négative	$q_{V,i,neg,in}$	Durée de mise en équilibre à un point de fonctionnement donné	t_{eq}
Débit volumétrique du composant gaz i à l'entrée de l'électrode positive	$q_{V,i,pos,in}$	Durée d'acquisition à un point de fonctionnement donné	t_{acq}
Fraction molaire du composant i du flux des gaz de l'électrode négative de la pile/cellule	$x_{i,neg,in}$	Tension de la cellule/pile (en cas de contrôle potentiostatique)	V
Fraction molaire du composant i du flux des gaz de l'électrode positive de la pile/cellule	$x_{i,pos,in}$		
Température d'entrée du gaz d'électrode négative	$T_{neg,in}$		
Température d'entrée du gaz d'électrode positive	$T_{pos,in}$		
Température du four	$T_{furnace}$		
Pression du gaz à l'entrée de l'électrode négative	$p_{neg,in}$		
Pression du gaz à l'entrée de l'électrode positive	$p_{pos,in}$		

La courbe $J-V$ est effectuée en contrôle galvanostatique à un point de travail donné. L'étape débute en réglant les TIP sur leur valeur spécifique, puis s'en suit une durée de stabilisation ou de mise en équilibre durant laquelle le ou les critères de stabilité du ou des TIP spécifiés sont satisfaits.

A.3.2 Paramètres de sortie d'essai (TOP)

Le Tableau A.2 répertorie les paramètres de sortie d'essai (TOP) déterminés dans l'application du présent essai. Le TOP le plus important est la tension de la cellule/pile. Les autres TOP peuvent être mesurés et enregistrés en fonction de l'objectif de l'essai.

**Tableau A.2 – Paramètres de sortie d'essai (TOP)
pour un essai des caractéristiques courant-tension**

Grandeur	Symbole
Tension de la cellule/pile (en cas de contrôle galvanostatique)	V
Courant de la cellule/pile (en cas de contrôle potentiostatique)	I
Température du gaz d'électrode négative	$T_{\text{neg,in}}$
Température du gaz d'électrode positive	$T_{\text{pos,in}}$
Température du gaz d'échappement de l'électrode négative	$T_{\text{neg,out}}$
Température du gaz d'échappement de l'électrode positive	$T_{\text{pos,out}}$
Température de la plaque haute de la pile	T_{TP}
Température de la plaque basse de la pile	T_{BP}
Température de la cellule	T_{cell}

A.3.3 Grandeurs dérivées

Le Tableau A.3 ci-dessous répertorie les grandeurs pertinentes pouvant être dérivées ou calculées à partir des paramètres d'entrée et/ou de sortie d'essai.

Tableau A.3 – Grandeurs dérivées pour un essai des caractéristiques courant-tension

Grandeur	Symbole	Formule
Densité de courant	j	$\frac{I}{A_{\text{active}}}$
Résistance spécifique à la surface	R_{ASR}	$\frac{\Delta V(J)}{\Delta J}$
Puissance électrique	P_{el}	$V_{\text{stack}} \cdot I$
Température moyenne de la pile	$T_{\text{stack,av}}$	Voir des exemples au 7.5.3
Utilisation de réactif à l'électrode positive	$U_{\text{gas,pos}}$	$\frac{R_g \cdot T_0}{p_0} \cdot \frac{I}{n \cdot F \cdot \sum (x_{i,\text{pos}} \cdot q_{V,\text{pos,in}})}$
Utilisation de réactif à l'électrode négative	$U_{\text{gas,neg}}$	$\frac{R_g \cdot T_0}{p_0} \cdot \frac{I}{n \cdot F \cdot \sum (x_{i,\text{neg}} \cdot q_{V,\text{neg,in}})}$

La tension SOC est mesurée comme cela est décrit au moment de la stabilité du TIP ou lorsque la température de la cellule/pile se trouve sous une limite spécifiée. Lors de l'essai, tous les TIP et TOP doivent être mesurés et enregistrés comme cela est décrit.

A.3.4 Mesurage des caractéristiques courant-tension

L'essai débute en conditions de tension en circuit ouvert (OCV) (courant zéro), évolue vers le courant ou la tension spécifiée pour enfin revenir en OCV. Le courant est modifié progressivement ou à l'aide d'une rampe ayant une vitesse définie. Le nombre total et la taille d'étapes doivent être identiques à la fois dans la partie ascendante et descendante.

Un profil de mesure typique en mode de fonctionnement SOFC et SOEC combiné est donné à la Figure A.1.

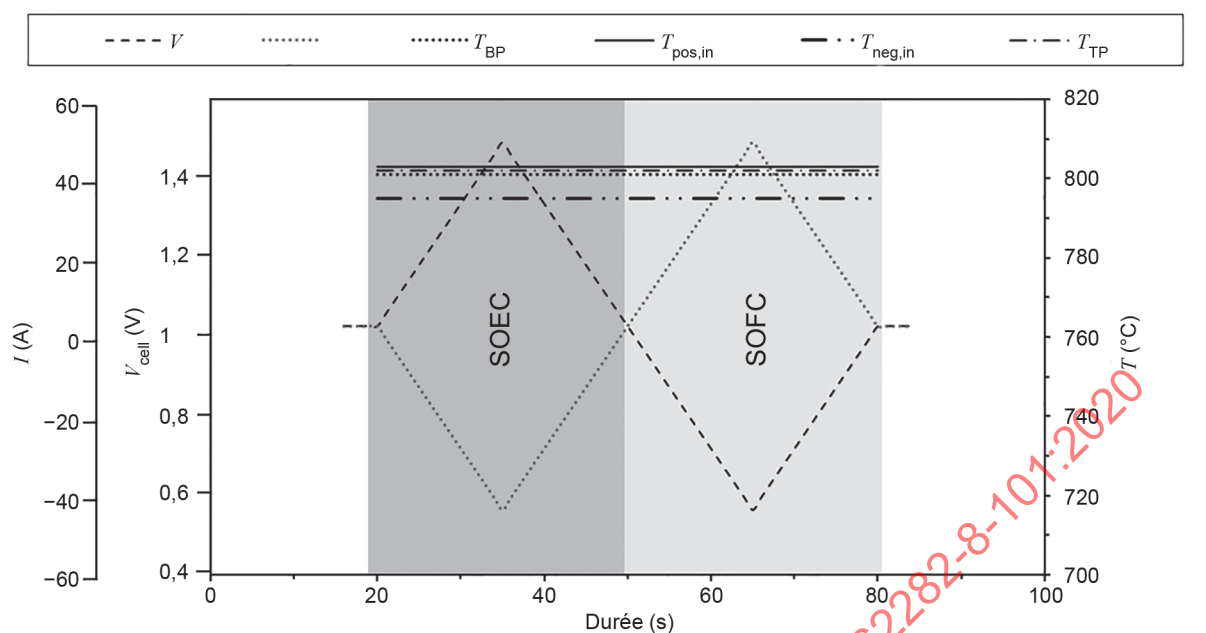


Figure A.1 – Représentation qualitative des TIP lors d'un essai de caractéristiques courant-tension en fonctionnement combiné (SOFC et SOEC)

À chaque étape, le courant est maintenu constant pendant une durée spécifique t_{dwell} (Figure A.2). Pour chaque étape de courant k , t_{dwell} comprend la durée de mise en équilibre (t_{eq}) et la durée d'acquisition des données (t_{acq}). La durée de mise en équilibre débute avec t_{dwell} et se termine au début de t_{acq} .

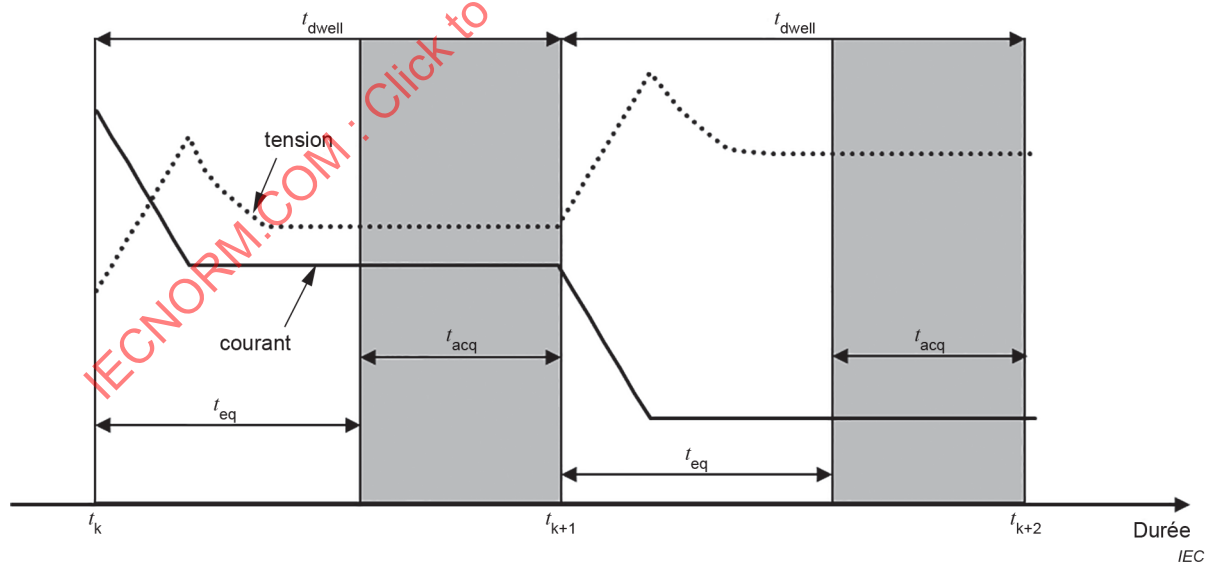


Figure A.2 – Représentation schématique de la procédure d'essai de caractéristiques courant-tension à deux points de consigne consécutifs k et $k + 1$

Par convention, la densité de courant J est considérée comme positive en mode pile à combustible et négative en mode électrolyse. L'utilisation de combustible est proportionnelle à la densité de courant puisque le débit du réactif d'entrée et les compositions restent constants pendant le tracé de la courbe J - V . Par conséquent, elle peut être tracée sur un axe des abscisses secondaire.

L'exemple de la Figure A.3 prend en considération la même composition de gaz pour les électrodes positive et négative en mode pile à combustible et électrolyse, ce qui donne lieu à la même OCV. Cela ne doit cependant pas nécessairement être le cas.

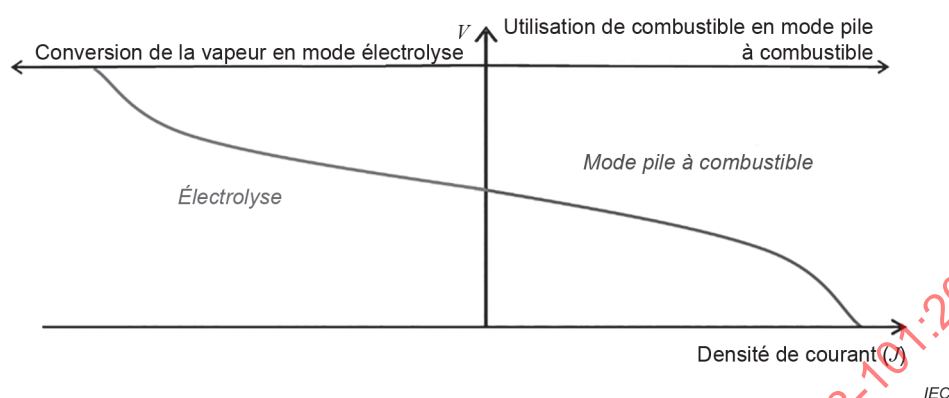


Figure A.3 – Représentation schématique d'une courbe J - V en mode électrolyse et pile à combustible

En fonction de la durée de maintien ou de maintenance, il est possible d'appliquer deux méthodes d'analyse différentes:

- **Méthode A – Acquisition de donnée à durée de tenue longue**
Dans cette méthode, t_{dwell} est, par hypothèse, assez long pour atteindre la stabilité de tension durant t_{eq} et que la variation de température à chaque étape de courant n'est pas assez significative pour influencer la tension ou la résistance spécifique à la surface (R_{ASR}). L'inconvénient de cette méthode est qu'elle nécessite de longues périodes de mesure.
- **Méthode B – Acquisition de donnée à durée de tenue courte**
Dans cette méthode, le mesurage de la tension doit s'effectuer le plus rapidement possible afin d'empêcher que les modifications de température n'affectent la tension SOC et la résistance spécifique à la surface (R_{ASR}). À chaque étape de courant, t_{dwell} (voir la Figure A.2) doit être le plus court possible afin de réduire le plus possible des variations trop hautes de température, mais à la fois assez long pour obtenir des données de mesure suffisantes.

A.4 Essai d'utilisation de réactif efficace (7.3)

A.4.1 Paramètres d'entrée d'essai (TIP)

Cette procédure d'essai peut s'appliquer au réactif de l'électrode négative et au réactif de l'électrode positive. Le Tableau A.4 répertorie les TIP du premier cas, lorsque le seul paramètre variable est le débit de gaz de l'électrode négative à l'entrée de la cellule/pile. Le Tableau A.5 répertorie les TIP du second cas, lorsque le seul paramètre variable est le débit de gaz de l'électrode positive à l'entrée de la cellule/pile.

Afin d'évaluer l'effet du débit de gaz d'électrode à l'entrée de la cellule/pile, la fraction molaire du réactif dans l'électrode doit rester constante, par conséquent le rapport $q_{V,i,\text{neg},\text{in}} / q_{V,\text{neg},\text{in}}$ doit rester constant (c'est-à-dire la constante $x_{i,\text{neg},\text{in}}$). Dans le cas de l'électrode positive, lorsque de l'air (ambiant) est utilisé, il s'agit d'un mélange naturellement constant.