



中华人民共和国国家标准

GB/T 20042.4—2009

质子交换膜燃料电池 第4部分：电催化剂测试方法

Proton exchange membrane fuel cell—Part 4: Test method for electrocatalysts

2009-04-21 发布

2009-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 20042《质子交换膜燃料电池》分为六个部分：

- 第1部分：术语；
- 第2部分：电池堆通用技术条件；
- 第3部分：质子交换膜测试方法；
- 第4部分：电催化剂测试方法；
- 第5部分：膜电极测试方法；
- 第6部分：双极板测试方法。

本部分为 GB/T 20042 的第4部分。

本部分的附录 A 为资料性附录。

本部分由中国电器工业协会提出。

本部分由全国燃料电池标准化技术委员会(SAC/TC 342)归口。

本部分负责起草单位：中国科学院大连化学物理研究所。

本部分参加起草单位：机械工业北京电工技术经济研究所。

本部分主要起草人：钟和香、张华民、邱艳玲、卢琛钰、王美日、衣宝廉。

本部分为首次发布。



质子交换膜燃料电池

第4部分：电催化剂测试方法

1 范围

GB/T 20042 的本部分规定了质子交换膜燃料电池电催化剂测试方法的术语和定义、铂含量测试、电化学活性面积测试、比表面积、孔容、孔径分布测试、形貌及粒径分布测试、晶体结构测试、催化剂堆密度测试以及单电池极化曲线测试等。

本部分适用于各种类型的质子交换膜燃料电池铂基(Pt基)电催化剂。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 20042 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 5816—1995 催化剂和吸附剂表面积测定法

GB/T 13566—1992 肥料 堆密度的测定方法(ISO 3944:1980,EQV)

GB/T 15072.7—2008 贵金属合金化学分析方法 金合金中铬和铁量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

GB/T 20042.1 质子交换膜燃料电池 术语



3 术语和定义

GB/T 20042.1 确立的以及下列术语和定义适用于本部分。

电化学活性面积 electrochemical active area

电化学方法测得的催化剂的有效活性比表面积,单位为 m^2/g 。

注:表示催化剂参加电化学反应的活性位的多少。

4 铂含量测试

4.1 热重法测试铂含量

4.1.1 适用范围

此方法仅适用于 Pt 担载量高于 20% 的 Pt/C 催化剂中 Pt 含量的测试。

4.1.2 使用仪器

热重分析仪(TGA)。

4.1.3 样品准备

4.1.3.1 称取适量催化剂样品,质量应满足 3 次有效试验的要求。

4.1.3.2 测试样品应置于真空烘箱中于 80 °C 干燥 12 h。

4.1.4 测试过程

4.1.4.1 称取适量样品置于热重分析仪的测试坩埚中,称重后以空气或者空气和惰性气体按一定比例

组成的混合气作为工作气体,控制气体流速为 50 mL/min,将样品自室温程序升温至终点温度 800 ℃,升温速度为 2 ℃/min。

注:气体的流速、升温速度以及试验的终点温度,也可根据不同催化剂的性质,由送样方和测试方协商确定。

4.1.4.2 待样品恒重后,记录样品温度-重量曲线。

4.1.5 数据处理

按照公式(1)计算 Pt 担载量:

$$L = W_1/W_0 \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

L ——Pt 担载量,单位为%;

W_1 ——终点温度样品的质量,单位为毫克(mg);

W_0 ——样品的原始质量,单位为毫克(mg)。

取 3 个样品为一组,计算出平均值作为试验结果。

4.2 ICP(电感耦合等离子体光谱)法测试 Pt 含量

参照 GB/T 15072.7—2008 中的方法进行测试。

4.2.1 适用范围

此方法适用于 Pt/C 催化剂以及 Pt 合金催化剂中 Pt 含量的测试。

4.2.2 测试仪器和设备

4.2.2.1 离子耦合发射光谱(ICP):最低检测限 $\leq 1 \mu\text{g/L}$ 。

4.2.2.2 分析天平:精度为 0.1 mg。

4.2.2.3 卡尺:测量精度为 0.01 mm。

4.2.3 样品制备

样品质量不少于 2 g。

将样品置于真空烘箱中于 80 ℃干燥 12 h。

4.2.4 试剂和材料

4.2.4.1 浓硫酸(98%),优级纯。

4.2.4.2 浓盐酸(37%),优级纯。

4.2.4.3 浓硝酸(68%),优级纯。

4.2.4.4 二次蒸馏水,电阻率 $\geq 18.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 。

4.2.4.5 30%双氧水,分析纯。

4.2.4.6 具盖刚玉坩埚。

4.2.5 测试方法

4.2.5.1 样品氧化灰化。将装有样品的具盖坩埚放入马弗炉,先在 400 ℃~500 ℃的空气氛围中氧化碳化 6 h,再升温至 900 ℃~950 ℃进行氧化灰化 12 h 后,冷却到室温。

4.2.5.2 样品硝化。将样品放入具盖刚玉坩埚中,用二次蒸馏水润湿。然后沿坩埚壁向样品缓慢加入 6 mL~12 mL 浓硫酸和浓硝酸混合液。其中,浓硫酸与浓硝酸体积比为 1:3。在 80 ℃对样品加热硝化,当酸体积浓缩到一半后,再加入适量的浓硫酸和浓硝酸和 0.2 mL~0.3 mL 的 30%的双氧水,将其加热至 80 ℃继续硝化,如此循环往复,直至溶液接近透明,没有悬浮物为止。

4.2.5.3 样品溶解。样品充分硝化后,沿坩埚壁加入适量新配制的王水,80 ℃加热直到样品溶液完全澄清透明为止。

4.2.5.4 测试样配制。将上述样品全部转移至适量容积的容量瓶中,用二次蒸馏水定容作为测试样的初始体积,测试时取适量该溶液按一定比例稀释到测试需要的浓度。

4.2.6 标准曲线的绘制

使用 ICP 对 Pt 标准溶液以及合金催化剂中合金金属 M 的标准溶液进行光谱分析,绘制 Pt 和金属 M 的标准曲线。

4.2.7 测试样中 Pt 浓度分析

使用 ICP 对测试样品进行光谱分析,绘制 Pt 和金属 M 的曲线,分析待测样品中 Pt 的浓度或 Pt 和合金金属 M 的浓度。

4.2.8 数据处理

按照公式(2)计算电催化剂中的 Pt 含量:

$$\eta_{\text{Pt}} = n \times C_{\text{Pt}} \times V_{\text{Pt}} / m_0 \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

η_{Pt} ——电催化剂中 Pt 的含量,单位为 %;

n ——将测试样品配制为 ICP 分析用溶液的稀释倍数;

C_{Pt} ——ICP 测试溶液中的 Pt 浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V_{Pt} ——配制的测试样品初始体积,单位为升(L);

m_0 ——测试样品的总质量,单位为毫克(mg)。

按照公式(3)计算电催化剂中的合金金属 M 的含量:

$$\eta_{\text{M}} = n \times C_{\text{M}} \times V_{\text{Pt}} / m_0 \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

η_{M} ——电催化剂中合金金属 M 的含量,单位为 %;

n ——将测试样品配制为 ICP 分析用溶液的稀释倍数;

C_{M} ——ICP 测试溶液中的合金金属 M 的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V_{Pt} ——配制的测试样品的初始体积,单位为升(L);

m_0 ——测试样品的总质量,单位为毫克(mg)。

5 电化学活性面积(ECA)测试

5.1 测试仪器

电化学恒电位测试仪。

5.2 样品准备

测试样品应置于真空烘箱中于 80 ℃干燥 12 h。

样品质量应满足 3 次有效试验的要求。

5.3 测试方法

5.3.1 准确称取 5 mg±0.05 mg 催化剂。

5.3.2 向称取的催化剂中依次加入 5%Nafion(DE521)溶液 50 μL、去离子水 2 mL 及异丙醇 2 mL。

5.3.3 用功率不低于 200 W 的超声波超声 30 min,使浆液混合均匀,超声过程中需保持水浴温度不超过 20 ℃。

5.3.4 按照电极表面催化剂担载量为 50 μg/cm²~200 μg/cm²,取适量分散好的浆液分两次均匀地滴加到光滑干净的圆盘电极表面,使其自然并完全干燥,作为工作电极。

5.3.5 将电极置于电解池中,组成三电极体系。其中,参比电极为饱和甘汞电极(Hg/Hg₂Cl₂/饱和 KCl 溶液)或氯化银电极(Ag/AgCl/饱和 KCl 溶液),对电极为大面积 Pt 片或 Pt 丝,电解质为 N₂ 饱和的 0.5 mol/L 的 H₂SO₄ 溶液;

5.3.6 测试循环伏安曲线。先以 20 mV/s 的扫描速度对催化剂进行活化,直至氢脱附峰面积(图中标

出)不再增加时,以 20 mV/s 的速度扫描 5 圈,电位扫描范围为 -0.25 V~1.0 V(相对于饱和甘汞电极)。

5.4 数据处理

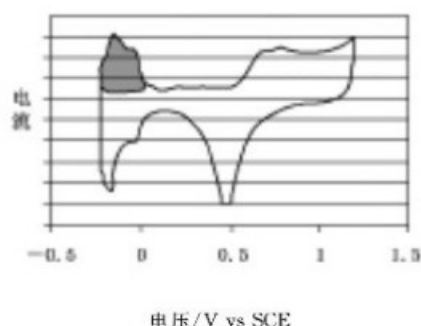


图 1 Pt/C 催化剂 ECA 典型循环伏安曲线

对 Pt/C 催化剂,电化学测试 ECA 获得的典型循环伏安曲线如图 1 所示。

选取稳定后的循环伏安曲线,对其氢脱附峰进行积分,得到面积 $S(\text{A} \cdot \text{V})$,按公式(4)计算电化学活性面积 ECA:

$$\text{ECA} = 100 \times S / (C \times \nu \times M) \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

ECA——电化学活性面积,单位为平方米每克(m^2/g);

S ——氢脱附峰的积分面积,单位为安伏($\text{A} \cdot \text{V}$);

C ——光滑 Pt 表面吸附氢氧化吸附电量常数,0.21 毫库仑每平方厘米($0.21 \text{ mC}/\text{cm}^2$);

ν ——扫描速度,单位为毫伏每秒(mV/s);

M ——电极上 Pt 的质量,单位为克(g)。

取 3 个样品为一组,计算出平均值作为试验结果。

6 比表面积、孔容、孔径分布测试

参照 GB/T 5816—1995 的方法进行测试。

6.1 仪器及气体

6.1.1 全自动物理吸附仪。

6.1.2 分析天平:精度为 0.01 mg。

6.1.3 测试气体:经过干燥处理的无油高纯氮气、氦气,纯度不低于 99.999%。

6.2 测试方法

采用静态氮吸附容量法测量催化剂在不同低压下所吸附的氮气体积,至少要测得符合 BET 线性关系的四个试验点,应用 BET 二参数方程进行表面积计算。

6.2.1 样品预处理和脱气

- 根据脱气要求将经脱气处理后的空样品管加塞子称量,精确至 0.01 mg。此时质量记为 m_1 ;
- 取适量样品加入到样品管中。设定加热温度(一般小于 200 °C),对样品加热抽空。当加热温度达到设定温度,系统真空度达到 1.3 Pa 时,再连续脱气至少 4 h。允许对样品脱气过夜;
- 将脱气后的样品管冷却至室温后加塞子称量,精确至 0.01 mg。此质量记为 m_2 ,由 m_2 与 m_1 之差得到样品净重。

6.2.2 死空间测定

- a) 根据分析要求向分析系统歧管中充氮至 79.9 kPa~119.9 kPa,并记录此压力和歧管温度。随后打开待测样品阀,使氮气充入样品管;
- b) 平衡约 5 min 后,记录平衡压力和歧管温度。根据记录的压力和歧管温度以及已知歧管体积,准确计算死空间。

6.2.3 吸附测定

- a) 根据分析要求向系统充氮,在相对压力 P/P_0 为 0.06~0.2 或 0.25 之间实测四个以上吸附试验点。记录相应的平衡压力 P ,并计算吸附量 V_a ;
- b) 吸附测定时,压力变动在 5 min 内不超过 13 Pa,可以视为达到吸附平衡;
- c) 测量并记录液氮饱和蒸气压 P_0 。

6.3 结果计算

- a) 根据公式(5)BET 二参数方程式计算:

$$\frac{P/P_0}{V_a(1-P/P_0)} = \frac{1}{V_m \times C} + \frac{C-1}{V_m \times C} \times P/P_0 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

P/P_0 ——相对压力;

P ——平衡压力,单位为千帕(kPa);

P_0 ——饱和蒸气压,单位为千帕(kPa);

V_a ——氮吸附量,单位为 $\text{cm}^3 \text{STP/g}$;

V_m ——单层吸附量,单位为 $\text{cm}^3 \text{STP/g}$;

C ——与氮气净摩尔吸附热有关的常数。

以 P/P_0 对 $\frac{P/P_0}{V_a(1-P/P_0)}$ 作 BET 直线图,直接由图解法或最小二乘法求出 BET 直线图的截

距 I (即 $\frac{1}{V_m \times C}$) 和斜率 S (即 $\frac{C-1}{V_m \times C}$)。

在所选 BET 直线范围内,各试验点对直线的偏离不大于纵坐标值的 0.6%。

- b) 单层吸附量 V_m ($\text{cm}^3 \text{STP/g}$) 按公式(6)计算:

$$V_m = \frac{1}{S+I} \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

V_m ——单层吸附量,单位为 $\text{cm}^3 \text{STP/g}$;

S ——BET 直线图的斜率;

I ——BET 直线图的截距。

- c) 样品的表面积 S_{BET} (m^2/g) 按式(7)计算(氮分子横截面积取 0.162 nm^2):

$$S_{\text{BET}} = 4.353 \times V_m \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

S_{BET} ——样品的表面积,单位为 m^2/g ;

V_m ——单层吸附量,单位为 $\text{cm}^3 \text{STP/g}$ 。

- d) 孔径分布通过 BJH 模型,通过软件处理数据得到。

7 形貌及粒径分布测试

7.1 测试仪器

满足不同催化剂粒径测试要求的透射电镜仪。

7.2 样品制备

单颗样品粉末尺寸应小于 $1\ \mu\text{m}$ 。

在试验前,将样品置于真空烘箱中于 $80\ ^\circ\text{C}$ 干燥 12 h。

7.3 测试方法

7.3.1 将铜网进行除油、除污处理,并清洗、干燥。

7.3.2 取适量的样品和乙醇加入小烧杯,超声振荡均匀,将适量混合液滴于铜网上,干燥后,放入透射电镜仪器中进行测试。

7.3.3 按照电镜仪器的操作要求,取一定放大倍数的电镜照片。

7.4 数据处理

统计 200 个以上的样品颗粒的粒径,给出粒径分布图。按公式(8)计算样品的平均粒径:

$$D_m = \sum_i n_i d_i / \sum_i n_i \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中:

D_m ——催化剂粒子的平均粒径,单位为纳米(nm);

n_i ——粒径为 d_i 的粒子数,单位为个;

d_i ——第 i 个样品粒子的粒径,单位为纳米(nm)。

8 晶体结构测试

8.1 测试仪器

X-射线衍射仪(XRD)。

8.2 样品准备

催化剂样品量不低于装满样品池所需要的量。

将样品置于真空烘箱中于 $80\ ^\circ\text{C}$ 干燥 12 h 至完全干燥后,将其磨成粒度小于 100 nm 的细粉。

8.3 测试方法

8.3.1 将样品装到样品槽中,用玻璃片压片,样品表面要与样品槽表面持平,以防 XRD 图谱偏移。

8.3.2 将样品槽放入 XRD 测试仪的样品夹具中。

8.3.3 对样品在一定扫速和角度范围内进行扫描,得到催化剂 XRD 谱图。

8.4 数据处理与报告

与标准谱图库对照,确定催化剂晶形结构。

按公式(9)估算样品平均粒径:

$$D = 0.9\lambda / (\beta \times \cos\theta) \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中:

D ——晶粒大小,单位为纳米(nm);

λ ——X 射线波长,单位为纳米(nm);

β ——半峰宽,单位为弧度(rad);

θ ——衍射角,单位为度(°)。

9 堆密度测试

9.1 样品准备

取 1.0 g 的催化剂,置于真空烘箱中于 80 ℃干燥 12 h,作为待测样品。

9.2 测试仪器

9.2.1 分析天平:精度为 0.1 mg。

9.2.2 测量筒:精度为 0.1 mL。

9.3 测试方法

参照 GB/T 13566—1992 中的方法。

9.3.1 称量测量筒质量,记为 M_1 ,精确至 0.1 mg。

9.3.2 采用测试漏斗,将样品在 20 s~25 s 之内将一定量的样品倾入测量筒中,样品量必须超过装满测量筒所需的量。在倾入样品过程中,用棒以每秒 2 次至 3 次的频率轻轻敲击测量筒壁,使样品紧密。若样品流动不畅,可用直径约 4 mm 的玻璃棒清理漏斗出料口,使之畅通。

9.3.3 关闭漏斗,然后将测量筒提升 2 mm~3 mm,使之落下,以进一步压紧样品,重复操作 20 次,读出样品的体积 V (mL)。

9.3.4 称量测量筒和样品总质量,记为 M_2 ,精确至 0.1 mg。

9.4 数据处理

按照公式(10)计算样品的堆密度:

$$\rho = (M_2 - M_1)/V \quad \dots\dots\dots(10)$$

式中:

ρ ——样品的堆密度,单位为克每毫升或克每立方厘米(g/mL 或 g/cm³);

M_2 ——测量筒和样品的总质量,单位为克(g);

M_1 ——测量筒的质量,单位为克(g);

V ——样品的体积,单位为毫升或立方厘米(mL 或 cm³)。

取 3 个样品为一组,计算出平均值作为试验结果。

10 单电池极化曲线测试

10.1 样品制备

取一定量的催化剂,置于真空烘箱中于 80 ℃干燥 12 h,作为待测样品。

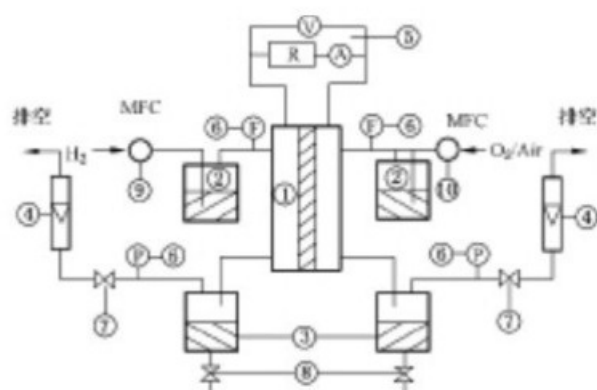
样品质量应满足 3 次有效试验的要求。

10.2 测试仪器设备和材料

10.2.1 端板:抗压强度应满足质子交换膜燃料电池单电池组装压力的要求。

10.2.2 流场板与集流板:流场板为带有电脑刻绘的蛇形流场的纯石墨板。集流板采用镀金或镀银不锈钢板。

10.2.3 燃料电池测试平台:质子交换膜燃料电池测试平台示意图如图 2 所示。



- 1——电池；
2——增湿罐；
3——气水分离罐；
4——流量计；
5——外电路；
6——压力表；
7——尾排阀；
8——放水阀；
9——H₂ 质量流量控制器(MFC)；
10——Air/O₂ 质量流量控制器(MFC)。

注：反应气体经减压后，由质量流量控制器控制入口流量，进入各自的鼓泡增湿器后进入电池，电化学反应产物（水）随着尾气进入气水分离器与尾气分离后分别排放。电池和两个增湿器的温度分别由自动控制温度仪控制，外电路系统通过连接电子负载控制电流的输出。其中，电流表调节精度不低于 0.01 A；电压表量程： ≥ 2 V，调节时间 ≤ 100 ms。H₂ 质量流量控制器(MFC)：精度 $\geq \pm 1\%$ FS；Air/O₂ 质量流量控制器：精度 $\geq \pm 1\%$ FS。温控表量程：室温—200 ℃，精度 $\geq \pm 1$ ℃。压力表：精度 $\geq \pm 1\%$ FS。

图 2 质子交换膜燃料电池测试平台示意图

10.2.4 测试气体和水

10.2.4.1 H₂：纯度 $\geq 99.999\%$ 的压缩 H₂，经过鼓泡增湿，并进行管线保温后进入测试电池，管线温度不低于增湿温度。

10.2.4.2 O₂：纯度 $\geq 99.999\%$ 的压缩 O₂，经过鼓泡增湿，并进行管线保温后进入测试电池，管线温度不低于增湿温度。

10.2.4.3 增湿用去离子水：电导率 $< 0.25 \mu\text{S}/\text{cm}$ 。

10.2.5 气体扩散层

扩散层统一采用 SGL 公司商业化的 Sigracet GDL 30BC。

10.2.6 质子导体

质子导体统一采用 DuPont 公司商品化的型号为 DE512 的 Nafion 溶液。

10.3 测试过程

10.3.1 网印技术制备催化层

10.3.1.1 按照阳极 Pt 担量 $0.3 \text{ mg}/\text{cm}^2$ 、阴极 Pt 担量 $0.5 \text{ mg}/\text{cm}^2$ 、催化剂中测定 Pt 含量以及网印的电极面积为 50 cm^2 计算制备催化层用催化剂使用量，并称量，精确至 0.1 mg 。

10.3.1.2 用少量去离子水充分润湿催化剂后，按照 $W_{\text{催化剂}} : W_{\text{分散剂}} = 1 : 15$ 的比例加入低级醇（乙醇、异丙醇、乙二醇等）作为分散剂。将上述混合物在超声波中超声分散，同时顺时针方向搅拌，以保证料液的各向均匀，无硬块、无粘连、无颗粒。

10.3.1.3 按照催化剂中炭粉担量与 Nafion 用量 $L_{\text{carbon}} : L_{\text{NetNafion}} = 1 : 0.8$ 的比例加入计算用量的 5%

Nafion 溶液,超声搅拌均匀后取出,备用。

10.3.1.4 调节印刷刀的行进速度以及印刷刀与待印催化层的扩散层之间的距离,以保证印刷刀推动料液在扩散层上行进时速度均匀适中,催化层料液能通过印刷网均匀涂敷在扩散层上。印刷 2~3 个循环后,取下催化层后,将其置于烘箱中于 60℃ 烘干,取出,称重,根据烘干后催化层与扩散层之间的质量差确定是否需要再次网印。

10.3.2 MEA 制备

从制备的阳极和阴极上分别裁出面积为 5 cm²~25 cm² 的区域,置于 Nafion NRE 212-CS 膜的两侧,并将印刷催化层一侧朝向质子交换膜,将上述组件置于油压机中,140℃±2℃ 下施以低于 1.0 MPa 的压力,保持 1 min,使整个组件预热,然后施以约 10.0 MPa 的压力,保持 1 min,之后迅速冷却,即制得 MEA。

10.3.3 电池组装

根据定位孔位置,按顺序将端板、集流板、流场板及 MEA 进行组装,按照图 3 所示顺序,逐一使用紧固螺栓、螺帽以及渐进型力矩扳手对电池进行夹紧处理。

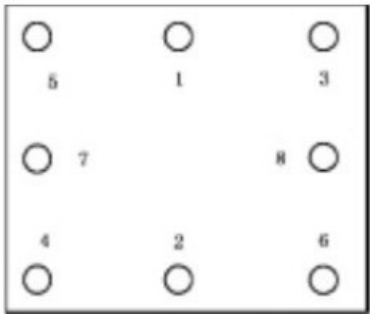


图 3 单池的紧固螺栓位置

- 电池组装力应满足如下条件:
- 气体扩散层与双极板之间的接触电阻最小;
 - 扩散层厚度方向的压缩率<20%。

注: 对于纯石墨板流场的组装压强在 1.5 MPa~2.0 MPa 范围内。

10.3.4 电池试漏

10.3.4.1 湿式浸水法。堵住电池阴极的入口、出口以及阳极的出口,向阳极的入口通入一定压力的测试气体(如 H₂, 空气或 N₂)。待气体流量稳定后,将电池完全浸没于水中,使用目测法,检查水中是否有气泡冒出,并根据气泡冒出的部位来判断电池是否有漏气、漏气的程度以及漏气的部位。取出电池,干燥后,进行相应的密封处理。

注: 推荐测试气体压力≤0.1 MPa。

10.3.4.2 压差试漏法。如果没有检测到外漏,对电池进行干燥处理后,堵住电池阳极的入口,向阴极入口通入一定压力的测试气体,将阴极出口与 U 型管一端相连接,阳极出口与 U 型管的另一端连接,连接方式如图 4 所示。连接过程中应注意做好密封,防止气体泄漏。根据 U 型管压差计两侧的水位差,检测电池的漏气程度。U 型管水位差 ΔH 越小,表示电池的 MEA 串气越严重。

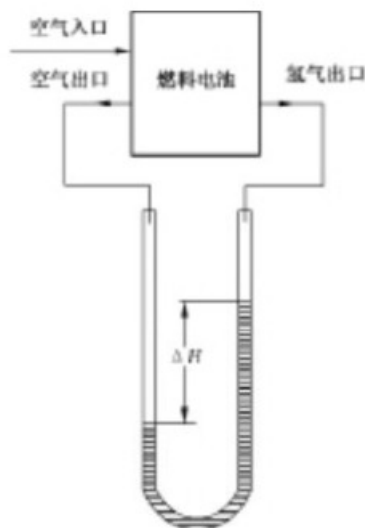


图4 压差试漏法示意图

注：在采用压差试漏法时，要求做到如下两点：

- (1) 控制并记录阴极入口的压力，确保U型管中的水不进入电池。
- (2) 检测气体压力必须稳定，否则无法读取稳定的压差，也无法判断压差是由于气体压力不稳所导致，还是由于MEA串气所导致。

10.4 单电池活化

10.4.1 将单电池安装到燃料电池测试平台上。

10.4.2 以反应气体为活化介质，按照下列操作工况对单电池进行活化：

- 电池反应温度 75 ℃；
- 反应气体相对湿度：相对湿度(RH) 100%；
- 反应气体化学计量比：St H₂:1.2, St Air:2.5；
- 出口背压：表压 0.1 MPa；
- 电池运行的电流密度： $i \geq 500 \text{ mA/cm}^2$ ；
- 电池运行时间： $\geq 4 \text{ h}$ 。

注：电池的活化条件也可由样品提供方提供，或由测试方和样品提供方双方协商确定。

10.5 极化曲线测试

10.5.1 电池操作条件

单电池的极化曲线测试采用加压测试，测试条件为：

- 燃料：压缩 H₂，纯度为 99.999%，流速：10 mL/min, RH 100%；
- 氧化剂：压缩 O₂，纯度为 99.999%，流速：100 mL/min, RH 100%；
- 电池温度：75 ℃；
- 出口背压：表压 0.2 MPa。

注：电池的测试化条件也可由样品提供方提供，或由测试方和样品提供方双方协商确定。

10.5.2 单池极化曲线测试

10.5.2.1 在规定电池操作条件下,采取恒定电流方式,从电池开路开始,按照表 1 中的运行参数测试并记录单池输出电流和电压。每两个测试点之间,恒电流放电 10 min。

表 1 运行参数表

序号	电流 A	电流密度 mA/cm ²	电压 V
0	0	0	
1	0.05	10	
2	0.1	20	
3	0.25	50	
4	0.5	100	
5	0.75	150	
6	1.0	200	
7	1.25	250	
8	1.5	300	
9	1.75	350	
10	2.0	400	
11	2.5	500	
12	3.0	600	
13	3.5	700	
14	4.0	800	
15	4.5	900	
16	5.0	1 000	
18	6.0	1 200	
19	7.0	1 400	
21			

10.5.2.2 当电池工作电压低于 0.2 V 时终止测试。

10.5.2.3 前一次极化曲线测试结束时间超过 0.5 h 后,重复测试第二次,每个单电池至少测试三次极化曲线。

10.6 数据整理

10.6.1 按极化曲线测试中记录的电压、电流结果,绘制放电电压与电流密度的关系曲线,即电池的极化曲线。

10.6.2 按照公式(11)计算单电池功率密度

$$p_s = I \times V / S_{MEA} \quad \text{..... (11)}$$

式中:

p_s ——单电池功率密度,单位为瓦每平方米(W/cm²);

I ——记录电流,单位为安(A);

V ——记录电压,单位为伏(V);

S_{MEA} ——膜电极的有效面积,单位为平方厘米(cm^2)。

绘制单电池功率密度与电流密度的关系曲线。

10.6.3 按照公式(12)计算质量比活性:

$$i_m = I / (L_{\text{Pt}} \times S_{\text{MEA}}) \quad \dots\dots\dots (12)$$

式中:

i_m ——电催化剂的质量比活性,单位为安每毫克(A/mg);

I ——记录的电流,单位为安(A);

L_{Pt} ——膜电极中 Pt 的担载量,单位为毫克每平方厘米(mg/cm^2);

S_{MEA} ——膜电极的有效面积,单位为平方厘米(cm^2)。

10.6.4 按照公式(13)计算质量比功率:

$$p_m = i_m \times V \quad \dots\dots\dots (13)$$

式中:

p_m ——电催化剂的质量比功率,单位为瓦每毫克(W/mg);

i_m ——电催化剂的质量比活性,单位为安每毫克(A/mg);

V ——记录电压,单位为伏(V)。

根据电流密度为 $50 \text{ mA}/\text{cm}^2 \sim 200 \text{ mA}/\text{cm}^2$ 时的电池电压、催化剂的质量比活性和催化剂的质量比功率确定催化剂的催化活性。

取 3 个样品为一组,计算出平均值作为试验结果。



附 录 A
(资料性附录)
测 试 准 备

A.1 概述

本部分描述在进行测试之前应该考虑的典型项目。对于每项试验来说,应选择高精度的检测仪器及设备,以便将不确定因素减到最少。应准备一个书面的测试计划,下列各项应该列入测试计划:

- a) 目的;
- b) 测试规范;
- c) 测试人员资格;
- d) 质量保证标准(符合 ISO 9000 和相关标准);
- e) 结果不确定度(符合 IEC/ISO 检测值不确定度的表述指南);
- f) 对测量仪器及设备的要求;
- g) 测试参数范围的估计;
- h) 数据采集计划;
- i) 必要时,列出以氢气作为燃料的最低安全要求事项(由最终产品制造商提供说明文件)。

A.2 数据采集和记录

为满足目标误差要求,数据采集系统和数据记录设备应满足采集频次与采集速度的需要,其性能应优于性能试验设备。

