



中华人民共和国国家标准

GB/T 20042.5—2009

质子交换膜燃料电池 第5部分：膜电极测试方法

Proton exchange membrane fuel cell—
Part 5: Test method for membrane electrode assembly

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

目 次

前言 III

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 厚度均匀性测试 2

5 Pt 担载量测试 3

6 单电池极化曲线测试 4

7 透氢电流密度测试 8

8 活化极化过电位与欧姆极化过电位测试 9

9 电化学活性面积测试 10

附录 A (资料性附录) 测试准备 12

附录 B (资料性附录) 试验报告 13

附录 C (资料性附录) 燃料电池内阻与反应电阻测试 15



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 5 部分。

本部分的附录 A、附录 B 和附录 C 均为资料性附录。

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：邱艳玲、钟和香、张华民、张黛、王美日、衣宝廉、候明。

本部分为首次发布。



质子交换膜燃料电池

第5部分：膜电极测试方法

1 范围

GB/T 20042 的本部分规定了质子交换膜燃料电池膜电极(MEA)测试方法的术语和定义、厚度均匀性测试、Pt 担载量测试、单电池极化曲线测试、透氢电流密度测试、活化极化过电位与欧姆极化过电位测试、电化学活性面积测试。

本部分适用于各种类型的质子交换膜燃料电池。

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 6672—2001 塑料薄膜和薄片 厚度测定 机械测量法(ISO 4593:1993, IDT)

GB/T 19596 电动汽车术语(GB/T 19596—2004, ISO 8713:2002, NEQ)

GB/T 20042.1 质子交换膜燃料电池 术语

3 术语和定义

GB/T 19596 和 GB/T 20042.1 确立的以及下列术语和定义适用于本部分。

3.1

Pt 担载量 platinum loading

单位面积膜电极上贵金属 Pt 的用量,单位为 mg/cm^2 。

3.2

反应气体化学计量比 reactant stoichiometry

反应气体实际供给量与依据法拉第定律计算的单电池实际输出电流所需反应气体量之比。

注:反应气体利用率与化学计量比呈倒数关系。

3.3

透氢电流密度 hydrogen crossover current density

一定温度、一定压力和相对湿度条件下,用电化学方法检测得到的氢气穿过膜电极的速度,单位为 A/cm^2 。

3.4

膜电极中电催化剂的电化学活性面积 (ECA) electrochemical area (ECA)

膜电极内用电化学方法测试的催化剂的活性比表面积。单位为 m^2/g 。

注:膜电极的 ECA 与质子交换膜燃料电池(PEMFC)电催化剂活性、电极结构等因素有关。

3.5

燃料电池内阻 fuel cell internal resistance

燃料电池内部离子流动阻力与导电性元件中电子流动阻力之和,以 R_i 表示,单位为 $\Omega \cdot \text{cm}^2$ 。

注: R_i 包括离子电阻($R_{i,i}$)、电子电阻($R_{i,e}$)和接触电阻($R_{i,c}$)三部分,即

$$R_i = R_{i,i} + R_{i,e} + R_{i,c} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

R_i ——燃料电池内阻,单位为欧姆平方厘米($\Omega \cdot \text{cm}^2$);

$R_{i,i}$ ——离子电阻,单位为欧姆平方厘米($\Omega \cdot \text{cm}^2$);

$R_{i,e}$ ——电子电阻,单位为欧姆平方厘米($\Omega \cdot \text{cm}^2$);

$R_{i,c}$ ——接触电阻,单位为欧姆平方厘米($\Omega \cdot \text{cm}^2$)。

3.6

活化极化过电位 activation overpotential

当电极表面电化学反应速度较快,而电极过程动力学速度较慢时,导致电极表面积累带某种电荷的粒子,从而引起的电极电位损失,又称为电化学极化过电位。单位为 V。

注:活化极化过电位通常由阳极活化极化过电位和阴极活化极化过电位组成。对 PEMFC,由于阴极反应的交换电流密度远小于阳极反应的交换电流密度(约低 10^6),因而电池的活化极化过电位主要由阴极活化极化过电位引起。

3.7

欧姆极化过电位 ohmic overpotential

由燃料电池欧姆极化引起的电位损失,单位为 V。

注:欧姆极化过电位主要来自于电解质(如质子交换膜及质子导体)对离子的流动阻力。欧姆损失遵循欧姆定律:

$$\eta_{\text{ohm}} = iR_i \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

η_{ohm} ——欧姆极化过电位,单位为伏特(V);

i ——流经燃料电池的电流,单位为安培(A);

R_i ——燃料电池内阻,单位为欧姆平方厘米($\Omega \cdot \text{cm}^2$)。

3.8

反应电阻 reaction resistance

催化层内电化学反应阻力的大小,单位为 $\Omega \cdot \text{cm}^2$ 。

注:反应电阻与质子交换膜燃料电池的电催化剂催化活性、膜电极结构、电池操作条件等有关。

4 厚度均匀性测试

本部分参考 GB/T 6672—2001 中关于薄膜材料厚度的机械测量方法进行测试。

4.1 测试仪器

测厚仪:精度不低于 0.001 mm。

4.2 样品制备

样品为正方形或圆形,有效面积至少为 25 cm^2 。

样品应无折皱、缺陷和破损。

样品为包括两张气体扩散层的膜电极。

4.3 测试方法

4.3.1 样品在温度为 $25 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$,相对湿度(RH)为 $50\% \pm 5\%$ 条件下放置 1 h。

4.3.2 首先校准测试仪的零点,再进行测试。测试时应避免造成样品折皱、破损。测试过程测试头施加在样品表面的压强为 5 N/cm^2 。

4.3.3 样品测试点不少于 9 个,且均匀分布,测试点距离样品边缘应大于 5 mm。

4.4 数据处理

样品的厚度均匀性用厚度最大值与最小值之差以及厚度相对偏差表示。

4.4.1 最大值与最小值之差按公式(3)计算:

$$\Delta d = d_{\text{max}} - d_{\text{min}} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

Δd ——膜电极的厚度最大值与最小值之差,单位为微米(μm);

$d_{\max}$ ——膜电极的厚度最大值,单位为微米(μm);

$d_{\min}$ ——膜电极的厚度最小值,单位为微米(μm)。

4.4.2 平均厚度按公式(4)计算

$$d = \sum_{i=1}^n d_i / n \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

d ——膜电极的平均厚度,单位为微米(μm);

d_i ——某一点膜电极的厚度测量值,单位为微米(μm);

n ——测量数据点数。

4.4.3 厚度相对偏差按公式(5)计算

$$S = (d_i - d) / d \times 100\% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

S ——膜电极的相对厚度偏差;

d_i ——某一点膜电极的厚度测量值,单位为微米(μm);

d ——膜电极的平均厚度,单位为微米(μm)。

5 Pt 担载量测试

5.1 测试仪器和设备

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

5.1.2 分析天平:精度为 0.1 mg 。

5.1.3 游标卡尺:测量范围 $0 \text{ mm} \sim 200 \text{ mm}$,测量精度 0.02 mm 。

5.1.4 马弗炉。

5.2 样品制备

样品面积: $\geq 20 \text{ cm}^2$ 。

测试样品应干净,边缘整齐,并且未受过化学氧化或电化学腐蚀。

5.3 测试方法

5.3.1 试剂和材料

5.3.1.1 浓硫酸(98%),优级纯。

5.3.1.2 浓盐酸(37%),优级纯。

5.3.1.3 浓硝酸(68%),优级纯。

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

5.3.1.5 30%双氧水,分析纯。

5.3.1.6 具盖刚玉坩埚。

5.3.2 待测样品处理

5.3.2.1 干燥。取面积为 20 cm^2 的 MEA 样品,置于 $80 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 烘箱中干燥 4 h。

5.3.2.2 制样。用游标卡尺准确测量其长度和宽度后,将其剪碎放入刚玉坩埚中。

5.3.2.3 样品氧化灰化。将装有样品的具盖坩埚放入马弗炉,先在 $400 \text{ }^\circ\text{C} \sim 500 \text{ }^\circ\text{C}$ 的空气氛围中氧化碳化 6 h,再升温至 $900 \text{ }^\circ\text{C} \sim 950 \text{ }^\circ\text{C}$ 进行氧化灰化 12 h 后,冷却到室温。

5.3.2.4 样品硝化。将经过氧化灰化后的样品用二次蒸馏水润湿后,沿坩埚壁缓慢加入 $5 \text{ mL} \sim 12 \text{ mL}$ 浓硫酸和浓硝酸混合液。其中,浓硫酸与浓硝酸体积比为 $1:3$ 。 $80 \text{ }^\circ\text{C}$ 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 $0.2 \text{ mL} \sim 0.6 \text{ mL}$ 的 30% 的双氧水,继续 $80 \text{ }^\circ\text{C}$ 加热硝化,

如此循环往复,直至溶液接近透明,没有悬浮物为止。

5.3.2.5 样品溶解。样品充分硝化后,再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。

5.3.2.6 测试样配制。将上述样品完全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。

5.3.3 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。

5.3.4 测试样中 Pt 浓度分析

ICP 分析待测样品中 Pt 的浓度。若为合金催化剂,则测试样品中 Pt 和金属 M 的浓度。

5.4 数据处理

根据公式(6)计算膜电极中的 Pt 担载量:

$$L_{\text{Pt}} = n \times C_{\text{Pt}} \times V_{\text{Pt}} / S_{\text{MEA}} \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

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

n ——将测试样配制为 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} ——配制的测试样初始体积,单位为升(L);

S_{MEA} ——膜电极的有效面积,单位为平方厘米(cm^2)。

按公式(7)计算膜电极中的合金金属 M 的担载量:

$$L_{\text{M}} = n \times C_{\text{M}} \times V_{\text{Pt}} / S_{\text{MEA}} \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

L_{M} ——膜电极中合金金属 M 的担载量,单位为毫克每平方米(mg/cm^2);

n ——将测试样配制为 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} ——配制的测试样初始体积,单位为升(L);

S_{MEA} ——膜电极的有效面积,单位为平方厘米(cm^2)。

6 单电池极化曲线测试

6.1 样品制备

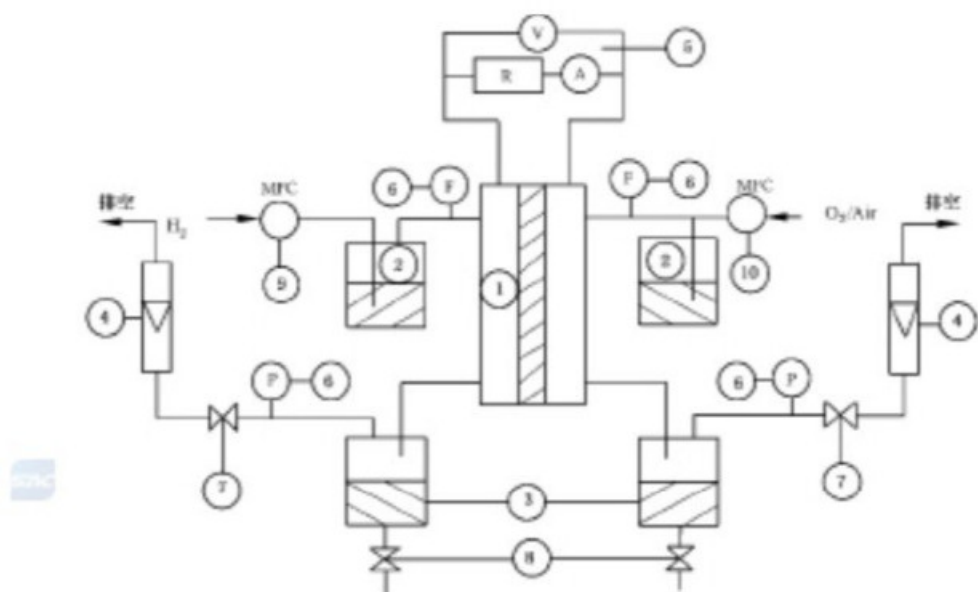
- a) 样品尺寸:膜电极样品有效面积为 50 cm^2 ,并对样品有效面积之外的四周进行密封处理;
- b) 测试样品应无油污、无折皱,也不应有缺陷和破损;
- c) 样品数应满足 3 次有效试验的要求。

6.2 测试仪器和设备

6.2.1 端板:抗压强度应满足质子交换膜燃料电池单电池组装力的要求。

6.2.2 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。

6.2.3 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 1 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，由质量流量计控制入口流量，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 0.1 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 1 质子交换膜燃料电池测试平台示意图

6.3 测试气体和水

6.3.1 H₂：纯度 $\geq 99.999\%$ 的压缩纯 H₂，经过鼓泡增湿，并进行管线保温后进入测试电池。

6.3.2 氧化剂：由纯度为 99.999%的高纯氮气和高纯氧配制成标准空气，其中氧气含量 21%。经过鼓泡增湿，并进行管线保温后进入测试电池。

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

6.4 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 2 所示顺序，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。

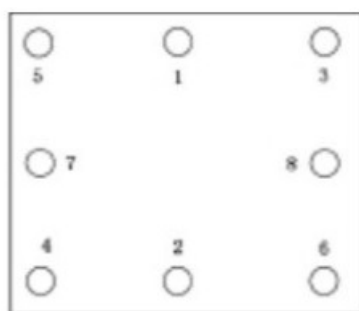


图2 单池的紧固螺栓位置

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 $<20\%$ 。

6.5 电池试漏

6.5.1 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 H_2 ，空气或 N_2 ）。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 $\leq 0.1\text{ MPa}$ 。

6.5.2 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，按照图3方法连结电池的气体接口与具有刻度的U型管压差计，即堵住电池的阳极入口，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。

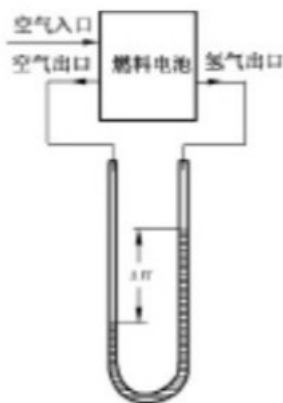


图3 压差试漏法示意图

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。

6.6 单电池活化

6.6.1 将单电池安装到燃料电池测试平台上。

6.6.2 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 $75\text{ }^{\circ}\text{C}$ ；

- 反应气体相对湿度(RH):RH 100%;
- 反应气体化学计量比:St H₂:1.2, St Air:2.5;
- 出口背压: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。

6.7 极化曲线测试

6.7.1 电池操作条件

单电池的极化曲线测试分为常压与加压测试两种。

6.7.1.1 常压测试

- 燃料:纯度为 99.999% 的 H₂, 化学计量比为 1.2, RH 100%;
- 氧化剂:由纯度为 99.999% 的高纯氮气和高纯氧配制成标准空气, 其中氧气含量 21%。化学计量比为 2.5, RH 100%;
- 电池温度:75 ℃;
- 出口背压:表压 0 MPa。

6.7.1.2 加压测试

- 燃料:纯度为 99.999% 的 H₂, 化学计量比为 1.2, RH 100%;
- 氧化剂:由纯度为 99.999% 的高纯氮气和高纯氧配制成标准空气, 其中氧气含量 21%。化学计量比为 2.5, RH 100%;
- 电池温度:75 ℃;
- 出口背压:表压 0.2 MPa。

注:电池测试条件(包括增湿条件、压力以及电池温度等)也可由供样方提供或者由供样方和测试方协商确定。

6.7.2 单池极化曲线测试

6.7.2.1 在规定电池操作条件下,采取恒定电流方式,按照表 1 中的运行参数测试单池输出电流和电压。从电池开路开始,电流密度每增加 50 mA/cm²~100 mA/cm²,恒电流放电 15 min,记录电压值。

表 1 运行参数表

序号	电流 A	电流密度 mA/cm ²	H ₂ 入口流量 slpm	Air 入口流量 slpm
0	0	0	0.023	0.149
1	2.5	50	0.023	0.149
2	5	100	0.046	0.298
3	7.5	150	0.068	0.447
4	10	200	0.091	0.596
5	15	300	0.137	0.894
6	20	400	0.183	1.191
7	25	500	0.228	1.489
8	30	600	0.274	1.787
9	35	700	0.320	2.085
10	40	800	0.365	2.383

表 1 (续)

序号	电流 A	电流密度 mA/cm ²	H ₂ 入口流量 slpm	Air 入口流量 slpm
11	45	900	0.411	2.681
12	50	1 000	0.456	2.979
13	55	1 100	0.502	3.277
14	60	1 200	0.548	3.574
.....				

6.7.2.2 当电池工作电压低于 0.2 V 时终止测试。

6.7.2.3 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。

6.8 数据整理

6.8.1 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。

6.8.2 按照公式(8)计算单电池功率密度。

$$p_s = I \times V / S_{\text{MEA}} \quad \text{..... (8)}$$

式中:

p_s ——单电池功率密度,单位为瓦每平方厘米(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(cm²)。

绘制单电池功率密度与电流密度的关系曲线。

6.8.3 按照公式(9)计算质量比活性:

$$i_m = I / (L_{\text{Pt}} \times S_{\text{MEA}}) \quad \text{..... (9)}$$

式中:

i_m ——膜电极中的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/cm²);

S_{MEA} ——膜电极的有效面积,单位为平方厘米(cm²)。

绘制单电池质量比活性与电流密度的关系曲线。

6.8.4 按照公式(10)计算质量比功率:

$$P_m = i_m \times V \quad \text{..... (10)}$$

式中:

P_m ——膜电极中电催化剂的质量比功率,单位为瓦每毫克(W/mg);

i_m ——膜电极中的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)。

绘制单电池质量比功率与电流密度的关系曲线。

7 透氢电流密度测试

7.1 测试仪器

7.1.1 电化学恒电位扫描仪:电流量程应能满足测试需要。

7.1.2 质子交换膜燃料电池评价平台:要求同 6.2.3。

7.2 样品制备

a) 样品尺寸:有效面积 $\geq 5 \text{ cm}^2$ 。并对样品有效面积之外的四周进行密封处理;

- b) 测试试样应无油污、无折皱、缺陷和破损；
- c) 样品数应满足 3 次有效试验的要求。

7.3 实验方法

- 7.3.1 将膜电极样品按照 6.4 相同的方法组装为单电池,并按照图 1 所示的示意图安装在燃料电池评价系统中,控制电池温度为 $75\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- 7.3.2 分别在燃料电池的阴极、阳极通入 RH 为 100% 增湿的高纯 N_2 和 H_2 ,控制 H_2 流速为 10 mL/min, N_2 流速为 20 mL/min。
- 7.3.3 控制电池出口背压为 0.2 MPa。
- 7.3.4 在测试所要求的温度、湿度和压力下稳定 4 h 后,以阳极作为对电极和参比电极,阴极作为工作电极,将上述单电池组件与电化学系统进行连接。按照下列实验条件进行透氢电流的电化学检测,记录透氢电流随时间的变化曲线 I-t。

测试透氢电流实验条件:

- 施加电压范围:应能保证从阳极渗透至阴极的 H_2 完全氧化,为 0 V~0.5 V(vs RHE);
- 电池温度:低于质子交换膜的玻璃化温度,对于全氟磺酸树脂膜,一般为 $80\text{ }^{\circ}\text{C}$;
- 扫描速度:2 mV/s。

7.4 数据整理

典型的透氢电流测试曲线如图 4 所示:

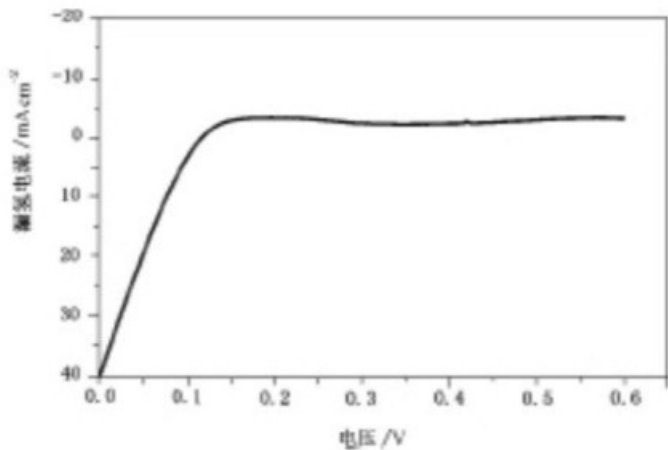


图 4 典型的电化学透氢电流曲线

按照公式(11)计算膜电极的透氢电流密度:

$$i_{\text{cross}} = I_{\text{cross}}/S_{\text{MEA}} \dots\dots\dots (11)$$

式中:

- i_{cross} ——膜电极样品的透氢电流密度;
- I_{cross} ——从电化学方法测试的 I-t 曲线的平台部分读取电流值(一般取 0.4 V 左右的电流值),单位为安(A);
- S_{MEA} ——膜电极样品的有效面积,单位为平方厘米(cm^2)。

8 活化极化过电位与欧姆极化过电位测试

8.1 测试仪器

8.1.1 数字存储式示波器。

注:推荐带宽 $\geq 500\text{ MHz}$,采样率 $\geq 1\text{ Gs/s}$ (电位阶跃测试时间 10 μs ~数 100 μs ;采样周期越短越能满足要求)。

8.1.2 燃料电池用可控电子负载:电流调解精度 ≤ 0.1 A。

8.2 测试样品

- a) 样品尺寸: ≥ 25 cm²;
- b) 测试试样应无折皱,也不应该有缺陷和破损;
- c) 样品数应满足 3 次有效试验的要求。

8.3 测试方法

采用电流中断技术进行测试。

8.3.1 将膜电极测试样品按照 6.4 中方法组装为单电池,并按照 6.5 及 6.6 所述方法进行单电池试漏和活化。

8.3.2 按照图 5 的电路示意图,将示波器接入燃料电池测试系统,控制操作条件如下:

8.3.2.1 常压测试

- 燃料:纯度为 99.99% 的 H₂,化学计量比为 1.2,RH 100%;
- 氧化剂:由纯度为 99.999% 的高纯氮气和高纯氧配制成标准空气,其中氧气含量 21%。化学计量比为 2.5,RH 100%;
- 电池温度:75℃;
- 出口背压:表压 0 MPa。

8.3.2.2 加压测试

- 燃料:纯度为 99.99% 的 H₂,化学计量比为 1.2,RH 100%;
- 氧化剂:由纯度为 99.999% 的高纯氮气和高纯氧配制成标准空气,其中氧气含量 (20.5 ± 1)%。化学计量比为 2.5,RH 100%;
- 电池温度:75℃;
- 出口背压:表压 0.2 MPa。

8.3.3 调节电子负载,使电池在 600 mA/cm² 电流密度下稳定运行至少 2 h。

8.3.4 突然切断电流,用示波器记录电压-时间曲线。

注:(1) 电池测试条件(包括增湿条件、压力以及电池温度等)也可由供样方提供或者由供样方和测试方协商确定。

(2) 切断电流的时间应该远远小于脉冲时间 t 。

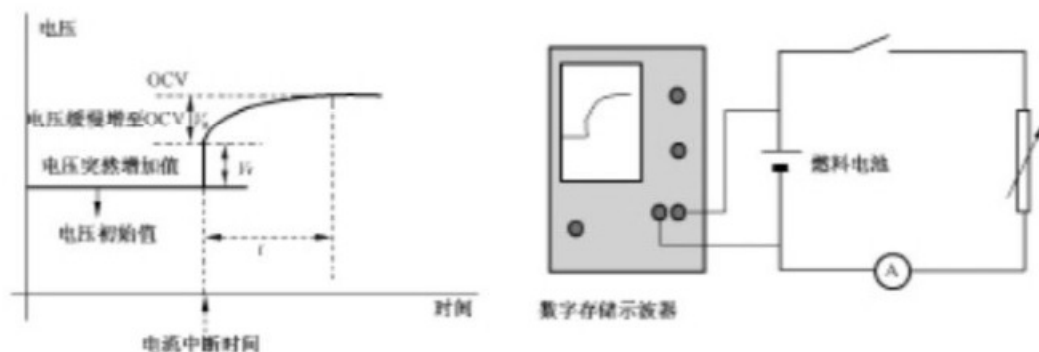


图 5 电流中断法测试燃料电池过电位损失示意图与电路示意图

8.4 数据整理

从示波器的电压-时间变化曲线上读取电压突然增加部分,作为欧姆损失极化过电位 V_r ,电压缓慢增加部分则对应于活化极化过电位 V_o 。

9 电化学活性面积测试

9.1 测试仪器

9.1.1 电化学恒电位测试仪。

9.1.2 质子交换膜燃料电池测试平台:电流最低分辨率 ≤ 0.1 A,电压相应速度 ≤ 100 ms。

9.2 测试取样

- 样品尺寸: ≥ 1 cm²,并对样品有效面积之外的四周进行密封处理;
- 测试试样应无油污、无折皱,也不应该有缺陷和破损;
- 样品数应满足3次有效试验的要求。

9.3 测试方法

9.3.1 按照6.4中方法将膜电极测试样品组装为单电池。

9.3.2 按照6.5及6.6所述方法进行单电池试漏和活化。

9.3.3 用高纯N₂吹扫工作电极及其反应腔、气体管线等,吹扫时间不少于4 h。

9.3.4 将单电池与电化学综合测试系统相连接。

9.3.5 阳极侧通入RH 100%的H₂,作为参比电极和对电极,阴极侧通入RH 100%的N₂作为工作电极。

9.3.6 控制H₂流速为10 mL/min,N₂流速为20 mL/min。

9.3.7 按照下列实验条件对单电池进行循环伏安(CV)扫描,待CV曲线稳定后,进行记录。

CV实验扫描条件:

——电压扫描范围:0 V~1.2 V(vs SHE.);

——扫描速度:20 mV/s。

注:测试条件(如吹扫时间、气体流速、以及电池增湿条件和电池温度等)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。

9.4 数据整理

单电池测试ECA获得的典型CV曲线如图6所示。

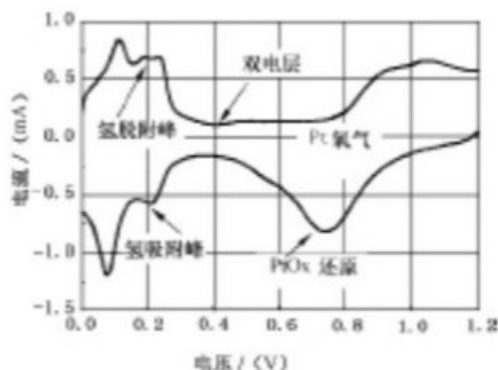


图6 测试单电池的ECA得到的典型CV曲线

根据测试得到的氢脱附峰面积 S_H (mA·V),按公式(12)计算求出膜电极中工作电极侧Pt/C催化剂的电化学表面积 S_{ECA} :

$$S_{ECA} = 0.1 \times S_H / (Q_r \times \nu \times M_{Pt}) \quad \dots\dots\dots (12)$$

式中:

S_{ECA} ——工作电极中Pt的电化学活性面积,单位为平方米每克(m²/g);

S_H ——循环伏安曲线上氢的氧化脱附峰面积,单位为安伏(A·V);

Q_r ——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 mC/cm²);

ν ——循环伏安扫描速率,单位为伏每秒(V/s);

M_{Pt} ——电极中的Pt的质量,单位为克(g)。

附 录 A
(资料性附录)
测 试 准 备

A.1 概述

本附录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。

附录 B
(资料性附录)
试验报告

B.1 概述

根据所做试验,试验报告应提供足够多的正确、清晰和客观的数据用来进行分析和参考。报告有三种形式,摘要式、详细式和完整式。每个类型的报告都应包含相同的标题页和内容目录。

B.2 报告内容**B.2.1 标题页**

标题页应介绍下列各项信息:

- a) 国家标准代号;
- b) 样品名称、材料组成,规格;
- c) 试样状态调节及测试标准环境;
- d) 试验机型号;
- e) 每次测试的 EW 值以及 EW 的平均值;
- f) 试验日期、人员。

标题页的内容包括:

- 报告编号(可选择);
- 报告的类型(摘要式、详细式和完整式);
- 报告的作者;
- 试验者;
- 报告日期;
- 试验的场所;
- 试验的名称;
- 试验日期和时间;
- 试验申请单位。

B.2.2 内容目录

每种类型的报告都应提供一个目录。

B.3 报告格式**B.3.1 摘要式报告**

摘要式报告应包括下列各项数据:

- 试验的目的;
- 试验的种类,仪器和设备;
- 所有的试验结果;
- 每个试验结果的不确定因素和确定因素;
- 摘要性结论。

B.3.2 详细式报告

详细式报告除包含摘要式报告的内容外,还应包括下列各项数据:

- 试验操作方式和试验流程图;

- 仪器和设备的安排、布置和操作条件的描述；
- 仪器设备校准情况；
- 用图或表的形式说明试验结果；
- 试验结果的讨论分析。

B.3.3 完整式报告

完整式报告除了包含详细式内容,还应有原始数据的副本,此外还应包括下列各项:

- 试验进行时间；
- 用于试验的测量设备的精度；
- 试验的环境条件；
- 试验者的姓名和资格；
- 完整和详细的不确定度分析。



附录 C

(资料性附录)

燃料电池内阻与反应电阻测试

本附录介绍了膜电极的膜电阻和反应电阻的测试方法。

通过对 PEMFC 内阻的测试,可以确定电池组装过程、质子交换膜的润湿程度以及气体扩散层、双极板等本体和各界面的接触电阻对电池性能的影响。有时,为研究需要,通常需要对 PEMFC 的极化曲线进行欧姆极化过电位的校正,以真实的反映膜电极组件的性能及活化极化和浓差极化对 MEA 性能的影响;此外,通过对单电池进行阻抗测试,还可以获得有关膜电阻、反应电阻以及扩散电阻等信息。

C.1 测试仪器

——燃料电池阻抗测试仪;

注:上限频率以 PEMFC 的阻抗谱与实轴相交为宜,不应过低,一般 ≥ 10 kHz;下限频率以能正确反映膜电极扩散电阻信息为宜,一般 < 10 mHz。

——燃料电池测试平台。电流最低分辨率 ≤ 0.1 A,电压响应速度 ≤ 100 ms。

C.2 测试取样

- 样品尺寸:为保证测试结果具有代表性,测试用 MEA 样品有效面积应 ≥ 25 cm²;
- 测试试样应无折皱,也不应该有缺陷和破损;
- 样品数应满足 3 次有效试验的要求。

C.3 测试条件

C.3.1 操作工况

——电池工作温度:65℃~90℃;

——背压:0.02 MPa~0.2 MPa;

——反应气体相对湿度:(50~100)%;

——反应气体化学计量比:氧化剂为空气时,ST 为 2~2.5;氧化剂为 O₂ 时,ST 为 1~1.2;燃料气为 H₂ 时,ST 为 1~1.2。

注:测试条件(如气体流速、以及电池增湿条件和电池温度等)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。

C.3.2 PEMFC 运行电流

C.3.2.1 低挡: $i \leq 100$ mA/cm², PEMFC 处于活化极化控制区, EIS 测试主要反映 PEMFC 内阻和反应电阻的信息。

C.3.2.2 中挡: $i \geq 400$ mA/cm², PEMFC 主要处于欧姆极化及部分传质极化控制区, EIS 测试可反应 PEMFC 内阻、反应电阻以及扩散电阻的综合信息。

C.3.2.3 高挡: $i \geq 1000$ mA/cm², PEMFC 主要处于传质极化控制区, EIS 测试主要反应 PEMFC 的传质阻力的信息。

C.4 测试方法与测试过程

采用单电池交流阻抗测试法。测试中,使用两电极结构,将阳极作为参比和对电极,阴极作为工作电极。

C.4.1 将膜电极测试样品按照 6.4 中方法组装为单电池,并按照 6.5 及 6.6 所述方法进行单电池试

漏和活化。

C.4.2 高频阻抗测试(HFR)

C.4.2.1 在一定电流、一定高频频率的交流信号条件下,测试 PEMFC 内阻随时间的变化。测试时间 ≥ 4 h。

C.4.2.2 实验条件:

- 电池工作电极:阴极, N_2 ;
- 电池参比电极:阳极, H_2 。

C.4.3 全频阻抗测试

在一定频率范围、一定电流或电压下,向 PEMFC 施加一定幅值的交流信号,测试全频阻抗图谱。

注 1: 叠加的交流电流幅值通常 $\leq I \times 5\%$, 其中 I 为燃料电池的运行电流。

注 2: 在每个数量级的频率范围内,推荐取 5 个以上频率点进行测试。

C.5 数据整理

C.5.1 高频阻抗测试结果以在测试时间内电池内阻的平均值形式给出。

C.5.2 全频阻抗谱图以 Nyquist 图形式(图 C.1)给出。使用专用模拟软件对相关参数进行计算。

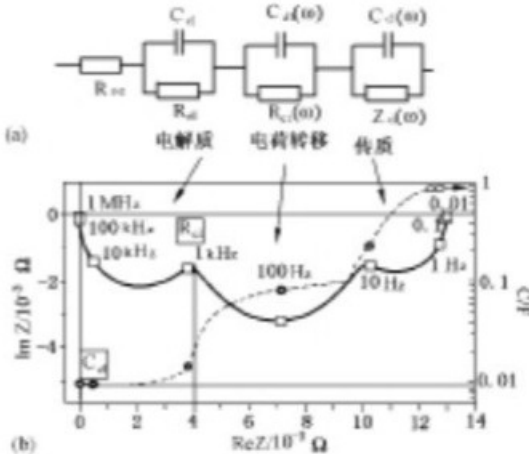


图 C.1 全频阻抗测试得到的 Nyquist 图及对应的等效电路