

团 体 标 准

T/CSEE XXXX—YYYY

质子交换膜水电解池膜电极性能测试方法

Performance test methods of membrane exchange assemblies
for PEM water electrolyzers

(征求意见稿)

20XX—XX—XX 发布

20XX—XX—XX 实施

中国电机工程学会 发布

目 次

前 言..... II

引 言..... III

1. 范围..... 1

2. 规范性引用文件..... 1

3. 术语和定义..... 1

4. 贵金属担载量测试..... 2

5. 厚度均匀性测试..... 2

6. 单电池活化..... 3

7. 极化曲线测试..... 3

8. 阻抗测试..... 4

9. 阳极产物氧中氢浓度测试..... 6

附录 A 测试仪器与设备 8

附录 B 性能测试准备 10

附录 C 试验报告 12

前 言

本文件按照 GB/T 20004.1-2016《团体标准化 第1部分：良好行为指南》和 GB/T 1.1-2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写的有关要求》的规定起草。

本文件由中国电机工程学会标准化工作专家委员会氢能技术专业委员会归口和解释。

本文件起草单位：华北电力大学、国网智能电网研究院有限公司、重庆大学。

本文件主要起草人：刘建国、谭爱东、刘萍、徐桂芝、宋洁、李佳、李俊、张亮、杨天让、李根蒂。

本文件首次发布。

本文件在执行过程中的意见或建议反馈至中国电机工程学会标准执行办公室（地址：北京市西城区白广路二条 1 号，100761，网址：<http://www.csee.org.cn>，邮箱：cseebz@csee.org.cn）。

引 言

质子交换膜水电解制氢是解决可再生能源电力系统功率和能量平衡的有效途径，而质子交换膜电解池膜电极是质子交换膜电解制氢设备的关键部件，电解池中绝大部分物化过程均在膜电极中进行，其性能直接决定了电解池的性能及成本。由此可见，膜电极的输出性能是评价水电解系统性能的关键参数之一。目前国内外针对质子交换膜水电解膜电极性能测试方法尚未出台标准，而文献中报道的有关膜电极性能的测试流程、工步和测试内容差距较大。因此，合理、规范、统一的膜电极性能评价手段是可再生能源耦合质子交换膜水电解制氢行业发展的基石，为促进该行业膜电极研发水平提升及快速发展，亟需制定标准的、系统全面的性能测试方法及评价方案。

质子交换膜水电解池膜电极性能测试方法

1 范围

本文件规定了质子交换膜水电解池膜电极的试验总则、测试条件、测量仪器、试验准备、性能测试项目及方法、测试报告。

本文件适用于各种类型的质子交换膜水电解池膜电极性能测试。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 19774 | 水电解制氢系统技术要求

GB/T 24499 | 氢气、氢能与氢能系统术语

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

GB/T 6672 | 塑料薄膜和薄片 厚度测定 机械测量法 (ISO 4593:1993, IDT)

GB/T 37562 | 压力型水电解制氢系统技术条件

GB/T 32311 | 水电解制氢系统能效限定值及能效等级

T/CAAMTB 12-2020 | 质子交换膜燃料电池膜电极测试方法

3 术语和定义

GB/T 37562 和 GB/T 24499 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1 质子交换膜水电解制氢 proton exchange membrane water electrolysis for hydrogen production

以直流电接入由质子交换膜作为固体电解质的水电解池，获得氢气和氧气的工艺过程。

3.2 膜电极 membrane electrode assembly, MEA

由质子交换膜和分别置于其两侧的阳极和阴极催化层、多孔传输层，通过一定的工艺组合在一起构成的组件，是质子交换膜电解池的核心部件。

3.3 贵金属担载量 precious metal loading

膜电极单位活性面积上贵金属的量，单位为 mg/cm^2 。

注：要明确阳极、阴极担载量

3.4 质子交换膜水电解池 proton exchange membrane water electrolyzer, PEMWE

由一组膜电极及相应的单极板或双极板组成，以水为原料，质子交换膜作为固体电解质电解制取气态氢、氧的装置，是 PEM 水电解槽的基本单元。

3.5 水计量比 water stoichiometry, ξ

质子交换膜水电解池在运行状态时，在操作电流密度下理论上由水分解反应所消耗水（通过法拉第定律计算）的摩尔量与总供水（包括阳极和阴极供水）摩尔量之间的比值。

3.6 欧姆极化 ohmic polarization

由于欧姆电阻而引起的电池电压偏离其在内电阻为零时电池电压的现象，欧姆电阻由质子交换膜的离子电阻、多孔传输层和极板的电子电阻，以及各部件之间界面的接触电阻共同组成。

4. 贵金属担载量测试

本部分参考 T/CAAMTB 12-2020 中关于 Pt 担载量测试方法进行。

4.1 测试仪器

X 射线荧光仪（XRF）：可测 Ir、Ru、Pt 等贵金属元素，精度 $\leq 0.01\%$ 。

4.2 样品准备

样品面积应 $\geq 5 \text{ cm}^2$ ，阴阳极表面平整、干净，边缘整齐，并且未受过化学氧化或电化学测试。

4.3 标准曲线绘制

标准曲线绘制应参考每台 XRF 的标定方法和准则进行。

4.4 样品贵金属担载量分析

将被测物放置在测试模具中，模具窗口尺寸应在 $5\text{-}30 \text{ cm}^2$ 范围内，测试阳极担载量时，阳极面向 X 射线光源，测试阴极担载量时，阴极面向 X 射线光源。

通过 XRF 自带分析软件或者手动获得的较准曲线计算膜电极中贵金属的担载量，单位为 mg/cm^2 。

5. 厚度均匀性测试

本部分参考 GB/T 20042.5-2009 中关于厚度均匀性测试方法进行。

6. 单电池活化

6.1 样品准备

- 1) 样品尺寸：膜电极样品有效面积在 $5 - 30 \text{ cm}^2$ 范围内，并对样品有效面积之外的四周进行密封处理；
- 2) 测试样品应无油污、无折皱，不应有缺陷、分层和破损；
- 3) 膜电极组装按照附录 A.2 部分进行
- 3) 样品数应满足 3 次有效试验的要求；

6.2 仪器与设备

实验仪器按照附录 A.3 部分进行

6.3 活化过程

- 1) 将电导率小于 $1 \mu\text{S}/\text{cm}$ 、温度为 $80 \pm 2^\circ\text{C}$ 的超纯水引入电解池阳极室，水流量应大于 10 倍最大电流密度下的理论耗水量，即水计量比（ ξ ）大于 10，电解池的温度应保持在 $80 \pm 1^\circ\text{C}$ 。
- 2) 在上述条件下维持 2-10 h，以确保膜电极充分水合。
- 3) 电解池经充分水合后，维持 1) 所述环境，施加 1.6 V 的电压，启动运行。

6.4 判断标准

在 1.6 V 电解下，电解池电流值波动小于 $0.2 \text{ mA}/(\text{min cm}^2)$ ，可判定膜电极基本稳定。

7. 极化曲线测试

7.1 样品准备

参照 6.1 节中方法进行样品准备。

7.2 仪器与设备

实验仪器参照附录 A.3 部分准备。

7.3 电解池活化

参照第 6 章中方法进行活化。

7.4 测试方法

- 1) 在 6.3 节的电解池操作条件下，采用计时电流法，按照表 1 中的运行参数测试电解单池输出电流和电压，每隔 1 s 记录一次电压数据。

表 1 运行参数表

序号	电流密度区间	测试步长	测试时间
1	0.05 - 0.2 A/cm ²	0.05 A/cm ²	1 min
2	0.2 - 2.0 A/cm ²	0.1 A/cm ²	1 min
3	2.0 - ... A/cm ²	0.2 A/cm ²	1 min

- 2) 当电解池工作电压高于 2.0 V 时，终止测试。
- 3) 前一次极化曲线测试结束后，重复测试第二次，每个电解池至少测试三次极化曲线。

7.5 数据整理

按照极化曲线测试中记录的电压、电流结果，绘制电解电压与电流密度的关系曲线。

8. 阻抗测试

8.1 样品准备

参照 6.1 节中方法进行样品准备。

8.2 测试仪器

实验仪器参照附录 A.3 部分准备。

电化学工作站：可测变频率阻抗谱，电流范围包括 0－0.3 A/cm²，电压范围包括 0－2.0 V，频率范围包括 0.1 - 100000 Hz。

8.3 电解池活化

参照第 6 章中方法进行活化。

8.4 测试方法

- 1) 电解池的水流量和温度参照 6.3 节，阻抗测试前，电化学工作站采用四线制方式与电解池连接,如图 1 所示,工作电极(WE)和工作电极电压传感线(WES)与电解池的阳极连接，对电极（CE）和参比电极（RE）与电解池的阴极连接。

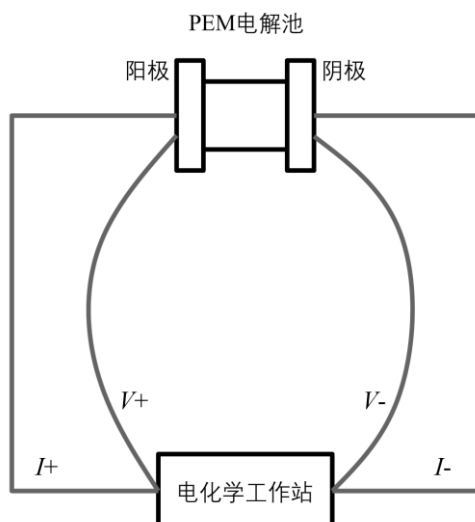


图 1 电化学工作站与电解池连接示意图

2) 电解池的阻抗测试宜在恒电流模式下进行，电解池运行的直流电流和扰动交流信号均由电化学工作站提供，直流电流值为 0.2 A/cm^2 ，电流扰动振幅为 10–15% 的直流电流值，频率宜包括 0.1–100000 Hz 范围，启动测试，并记录阻抗谱数据。

3) 在电化学工作站允许的条件下（最大电流可满足电解需求）可测试 0.5、1.0、1.5、 2.0 A/cm^2 等特征电流密度下的阻抗数据，电流扰动振幅和频率范围与 2) 中的设定值一致。

8.5 数据处理

根据 8.4 得到的阻抗谱图分别绘制 Bode 和 Nyquist 曲线，如图 2 所示，Bode 图宜展示模量图和相角图，Nyquist 图横纵轴单位宜为 $\text{m}\Omega \text{ cm}^2$ ，且横纵轴比例宜为 1: 1，图中曲线左侧高频区域与 $-Z''=0$ 的交点（五角星所示位置）实部坐标近似为电解池的欧姆电阻。

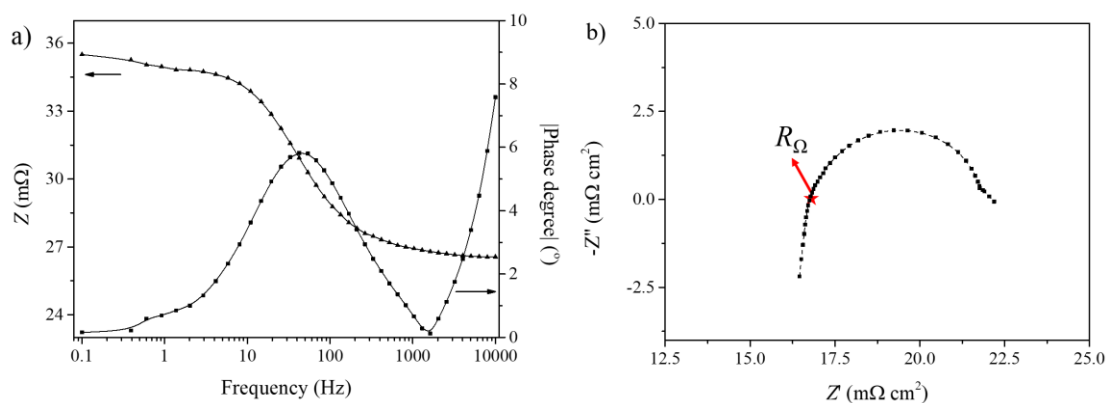


图 2 a) Bode 与 b) Nyquist 阻抗谱图

9. 阳极产物氧中氢浓度测试

9.1 样品准备

参照 6.1 节中方法进行样品准备。

9.2 测试仪器

实验仪器参照附录 A.3 部分准备。

气相色谱 (GC): 可检测 H_2 、 N_2 , H_2 含量检测宜包括 0.01%–4% 范围, 管路不漏气, N_2 含量 $<0.5\%$, 两种气体检测精度 $<0.01\%$ 。

9.3 电解池活化

参照第 6 章中方法进行活化。

9.4 仪器校准曲线绘制

标准曲线绘制应参考每台 GC 的标定方法和准则进行。

9.5 测试方法

1) 阳极气体产物进入气相色谱需满足以下最低要求:

- a) 进气温度为室温
- b) 气体组分无可见液态水
- c) 气体组分中的水蒸汽在管路内不凝结;

2) 在 6.3 节的电解池运行环境下, 分别测试电解池在 0.5、1.0、1.5、2.0 A/cm^2 至最大电流密度 (间隔为 0.5 A/cm^2) 下的氧中氢测试;

3) 在设定的电解条件下运行一定时间 ($\geq 10 \text{ min}$), 以充分置换 GC 样品管中的残余气体, 进行氧中氢浓度测试;

4) 测试结果经标准曲线校准, 得到 H_2 和 N_2 含量, 当 N_2 含量 $<0.5\%$ 时, 可记录该运行条件下 H_2 含量, 否则需重新对管路漏气点进行排查;

5) 测试下一电解条件下的氧中氢浓度, 重复 1-4) 操作, 直至采集完所有工作点。

9.6 数据处理

数据宜采用表 2 记录, 并绘制成曲线, 如图 3 所示, 横轴为电流密度 (A/cm^2), 纵轴为 H_2 和 N_2 的浓度 (%)。

表 2 阳极产物氧中氢含量分析结果

电流密度	0.5	1.0	1.5	2.0
------	-----	-----	-----	-----	-------

(A/cm ²)					
H ₂ (%)					
N ₂ (%)					

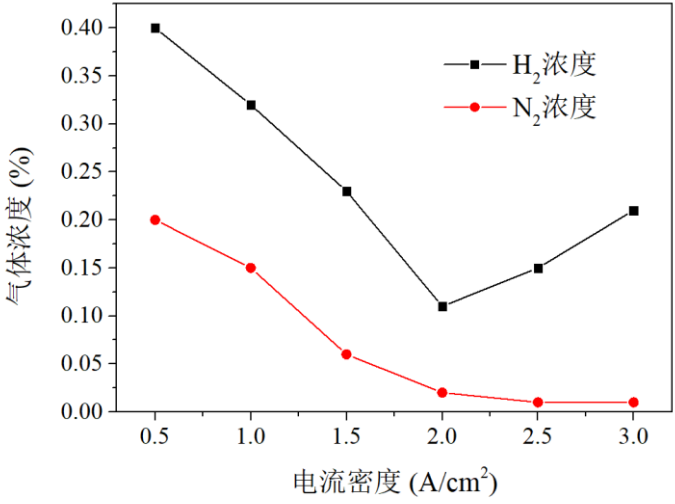
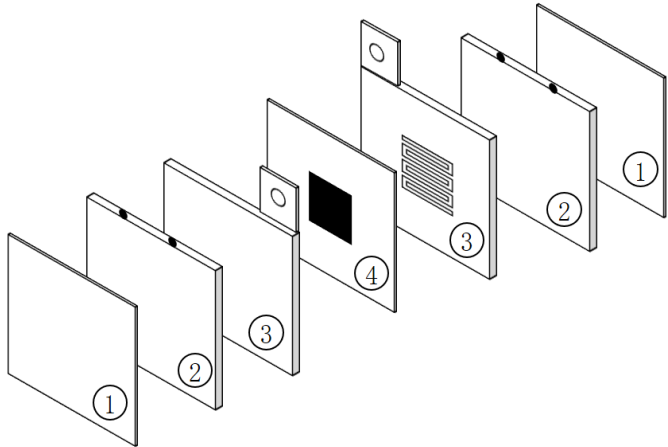


图 3 阳极产物中 H₂ 浓度与电流密度关系图

附录 A 测试仪器与设备

A.1 电解池

质子交换膜水电解池如图 A1 所示。



- ①——端板：抗压强度应满足质子交换膜水电解池单电解池组装力的要求；
- ②——加热板：内部具有水流通通道满足水浴加热或者具有加热棒通道满足加热器加热；
- ③——流场板：流场板为带有蛇形流场的镀铂钛板；
- ④——膜电极。

图 A1 质子交换膜水电解池示意图

A.2 电解池组装

本部分参考 GB/T 20042.5-2009 中关于电池组装方法进行。

根据定位孔位置，按顺序将端板、加热板、集流板、流场板及膜电极进行组装，按照图 A1 所示顺序，使用紧固螺栓、螺帽以及渐进型力矩扳手对电解池进行夹紧处理。

- 电解池组装力应满足如下条件：
- a) 多孔传输层与双极板之间的接触电阻最小；
 - b) 传输层厚度方向的压缩率在 20%~40%范围内。

A.3 水电解测试平台

质子交换膜水电解测试平台示意图如图 A2 所示。

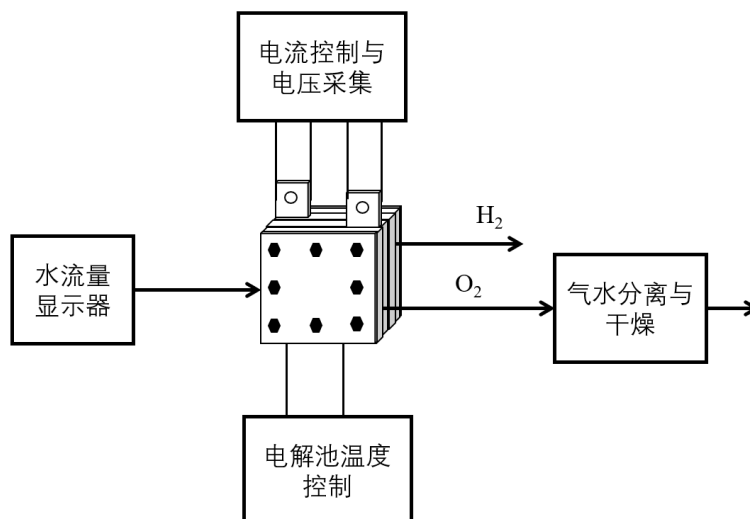


图 A2 质子交换膜水电解测试平台示意图

测试用水：去离子水，电导率 $<1\ \mu\text{S}/\text{cm}$ 。

试漏：通水后观测管线和电解池是否漏水。

附录 B 性能测试准备

B.1 概述

本附录描述具体的测试准备，测试前充分准备，以获得准确的和可靠的测试结果。

B.2 制定测试计划

根据测试目标和预期结果，制定一份详细的测试计划，下列各项应列入测试计划：

- a) 测试目的
- b) 测试规范
- c) 测试人员资格
- d) 质量保证标准
- e) 结果不确定度
- f) 对测量仪器及设备的要求
- g) 测试参数范围的估计
- h) 测试数据采集计划

B.3 测试环境

根据测试计划及测试目标，明确测试环境要求，测试所需硬件及水电等要求，确保测试环境安全可靠，以获得准确的测试结果。

B.4 测试仪器和设备

对于每项试验来说，应选择高精度的检测仪器及设备，以便降低测试中的不确定因素。选择适合测试试验类型和需求的测试工具和框架，确保所选设备、仪器、工具等与测试目标和技术需求相匹配。

B.5 测试资源规划和安排

确保足够的测试时间、人员和设备等测试资源，并规划测试任务的安排和优先级。

B.6 测试文档和报告模板

测试前准备相应的测试文档和报告模板，用于记录测试的过程和结果。

B.7 数据采集和记录

性能测试试验，应采集足够多的正确、清晰和客观的数据用来进行分析和参

考。

为满足目标误差要求，数据采集系统和记录设备应满足采集频次和采集速度的需要，其性能应优于性能测试设备。

附录 C 试验报告

C.1 概述

根据性能测试试验，生成试验报告，以记录测试的结果和分析。试验报告有三种形式，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。

C.2 报告内容

报告内容应包含测试环境、测试方法、测试结果、性能分析和评估、测试结论等。

C.2.1 标题页

标题页应介绍下列各项信息：

- a) 测试采用国家标准代号及名称
- b) 样品名称、材料组成、规格
- c) 测试样品状态及测试标准环境
- d) 测试设备型号
- e) 每次测试值以及平均值
- f) 测试人员及日期

测试报告标题的内容应包括：

- a) 测试报告编号（可选择项）
- b) 测试报告类型（摘要式、详细式和完整式）
- c) 测试报告的作者
- d) 测试实验操作人员
- e) 报告日期
- f) 测试场所
- g) 测试试验名称
- h) 测试日期和时间
- i) 测试试验申请单位

C.2.2 内容目录

每种类型的测试报告都应提供目录页

C.2.3 报告格式

C.2.3.1 摘要式报告

摘要式报告向测试申请单位提供性能测试试验关键信息和结论,应包括下列各项数据:

- a) 测试试验信息
 - 试验名称
 - 试验日期
 - 试验地点
 - 试验仪器和设备
- b) 测试试验目的
 - 简要描述试验目的和目标
- c) 测试试验结果概览
 - 所有试验的结果
 - 每个试验结果的不确定因素和确定因素
 - 试验结果是否与预期一致
- d) 结论
 - 摘要性结论: 提供主要结论和发现

C.2.3.2 详细式报告

详细式报告除包含摘要式报告的内容外,还应包括下列各项信息:

- a) 测试试验设计和方法
 - 试验具体设计和步骤
 - 试验仪器和设备的安排、布置和操作条件以及校准情况
 - 试验操作方式和试验流程等
- b) 试验数据采集和处理
 - 数据采集的过程和方法
 - 数据处理的步骤和技术
- c) 试验数据分析和结果
 - 分析试验数据并呈现结果
 - 用图标形式说明试验结果
- d) 结果讨论

- 试验结果的解读和讨论分析
- 试验结果与理论或者预期进行比较和讨论
- 试验结果的局限性和可能的解释
- e) 试验误差和不确定性
 - 试验中的误差来源和可能的不确定性因素
 - 提出减小误差和增加试验可靠性的建议
- f) 结论
 - 总结试验主要发现、结论和科学意义

C.2.3.3 完整报告

完整式报告除了包含详细式报告内容，还应有原始数据的副本，此外还应包含下列信息：

- a) 测试试验设计和方法
 - 详细阐述试验样本选择和试验参数设置
 - 用于试验的测试仪器和设备精度
 - 实验环境条件
- b) 数据采集和处理
 - 讨论数据预处理和整理步骤
 - 解释所使用的分析技术和方法
- c) 试验数据分析和结果
 - 执行适当的统计分析和数据处理
 - 展示试验结果并解释观察到的趋势和关系
 - 使用图标等形式详细呈现数据和分析结果
- d) 结果讨论
 - 分析试验结果并解释其实际或者理论意义
 - 将实验结果与理论或者已有研究进行比较和讨论
 - 强调结果的重要性、局限性和潜在影响
- e) 试验误差和不确定性
 - 完整和详细的不确定度分析
 - 识别试验中可能存在的误差来源

- 讨论误差对实验结果的影响和可靠性
- 提出改进实验设计和减小误差的建议

f) 结论