



中华人民共和国国家标准

GB/T 45092—2024

电解水制氢用电极性能测试与评价

Testing and evaluation of electrodes performance for hydrogen production
by water electrolysis



2024-11-28 发布

2025-03-01 实施

国家市场监督管理总局
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 测试与评价指标 2

5 超声失重量测试 2

 5.1 原理 2

 5.2 试剂 2

 5.3 设备 2

 5.4 样品 2

 5.5 测试条件 2

 5.6 测试步骤 3

 5.7 数据处理 3

6 过电位测试 3

 6.1 原理 3

 6.2 试剂 4

 6.3 设备 4

 6.4 样品 5

 6.5 参比电极 5

 6.6 对电极 5

 6.7 测试条件 6

 6.8 测试步骤 6

 6.9 数据处理 6

7 正反极化稳定性测试 6

 7.1 原理 6

 7.2 试剂 7

 7.3 设备 7

 7.4 样品 7

 7.5 参比电极和对电极 7

 7.6 测试条件 7

 7.7 测试步骤 7

 7.8 数据处理 7

8 小室平均电压与小室平均电压变化率测试 7

8.1 原理 7

8.2 试剂 8

8.3 设备 8

8.4 样品 9

8.5 测试条件 9

8.6 测试步骤 9

8.7 数据处理 9

9 波动电流电解测试..... 10

9.1 原理 10

9.2 试剂、设备、样品和测试条件 10

9.3 测试步骤 10

9.4 数据处理 11

10 试验报告 12

附录 A（规范性） 参比电极的电极电位校正 13

附录 B（资料性） 电位转换、电流密度、电位补偿计算 15

附录 C（资料性） 单池电解槽 16

参考文献 20



前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国氢能标准化技术委员会(SAC/TC 309)提出并归口。

本文件起草单位：北京化工大学、中国标准化研究院、国家电投集团科学技术研究院有限公司、无锡隆基氢能科技有限公司、中国科学院上海应用物理研究所、三一氢能有限公司、天津市大陆制氢设备有限公司、保时来新材料科技(苏州)有限公司、上海莒纳新材料科技有限公司、中船(邯郸)派瑞氢能科技有限公司、同济大学、北京众和青源科技有限公司、国网浙江省电力有限公司电力科学研究院、清华四川能源互联网研究院、中国科学院大连化学物理研究所、中国华能集团清洁能源技术研究院有限公司、清华大学、北京国氢中联氢能科技研究院有限公司、有研工程技术研究院有限公司、合肥盈锐高科新材料科技有限公司、苏州热工研究院有限公司、国华(赤城)风电有限公司、江苏双良氢能源科技有限公司。

本文件主要起草人：唐阳、杨燕梅、刘伟、许卫、马军、王建强、袁丹、张维涛、王现英、张存满、修凯、杨鑫、万燕鸣、俞红梅、周鲁立、唐城、刘敏、张信真、任志博、于庆和、谢鳌、庄姝娴、饶宏宇、焦乐、林道、张迦菲、李峰、崔元帅、金黎明、肖文涛、宋邦洪、赵万祥、贾永卿、王钢。



电解水制氢用电极性能测试与评价

警告：本文件不涉及与其应用有关的所有安全问题。在使用本文件时，使用者有责任制定相应的安全保护措施，明确其限定范围，并保证符合国家有关法律法规、强制性国家标准的规定。

1 范围

本文件描述了电解水制氢用电极超声失重量、过电位、正反极化稳定性、小室平均电压与小室平均电压变化率、波动电流电解的测试评价方法。

本文件适用于碱性电解水制氢用电极的性能测试与评价，氢氧根离子交换膜电解水制氢用的析氢电极、析氧电极参照执行。

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 678 化学试剂 乙醇（无水乙醇）
- GB/T 2306 化学试剂 氢氧化钾
- GB/T 2900.98 电工术语 电化学
- GB/T 3634.2 氢气 第2部分：纯氢、高纯氢和超纯氢
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 14599 纯氧、高纯氧和超纯氧
- GB/T 15724 实验室玻璃仪器 烧杯
- GB/T 21648 金属丝编织密纹网
- GB/T 28817 聚合物电解质燃料电池单电池测试方法

3 术语和定义

GB/T 2900.98 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

过电位 overpotential

电极上发生电极反应时，工作电位与理论电位之差的绝对值。

注：过电位需注明对应电流密度，工作电位和理论电位是相对于同一参比体系的数值。

3.2

小室平均电压 average cell voltage

在一定电流密度下进行电解时，一定时间段内的小室电压的平均值。

注：对于单池电解槽，小室平均电压是在一定时间段内电解槽电压的平均值；对于多池电解槽，则是一定时间段内的电解槽电压平均值除以串联小室数目后的数值。

3.3

可逆氢电极 reversible hydrogen electrode

一定 pH 溶液中，通入氢气达到饱和状态时，铂电极上氢气与氢离子的氧化还原反应达到平衡建立了平衡电极电势的电极。

注：可逆氢电极的电势和 pH 有关，25 °C 下可逆氢电极的电势为 $E = -0.059 2 \text{ pH}$ 。



4 测试与评价指标

电极性能测试与评价要求见表 1。

表 1 电极性能测试项目

序号	测试项目	测试方法	对应章编号	评价指标
1	超声失重量	超声处理	5	符合产品设计要求
2	过电位	计时电位法	6	符合产品设计要求
3	正反极化稳定性	电流阶跃法	7	符合产品设计要求
4	小室平均电压及小室平均电压变化率	恒电流电解法	8	符合产品设计要求
5	波动电流电解	电流阶跃法、计时电位法	9	符合产品设计要求

5 超声失重量测试

5.1 原理

将测试电极放置在超声失重量测试系统中,在一定的频率和功率下进行一段时间的超声振荡处理,测量超声振荡前后电极的质量,并计算超声失重量。

5.2 试剂

测试液为纯水,并应符合 GB/T 6682 中一级水的规定。

5.3 设备

5.3.1 真空烘箱

具有抽真空功能,最小真空度 133 Pa;具有恒温功能,温度应符合测试需求。

5.3.2 超声波清洗机

超声波清洗机的超声波频率宜为 40 kHz,超声换能器可施加电功率为 300 W,其产生的声辐射水平波束角为 360°、垂直波束角不低于 180°,超声波清洗机应具有恒温效果。超声波清洗机内槽尺寸宜为 300 mm×240 mm×180 mm。

5.4 样品



5.4.1 规格尺寸

测试电极 为 40 mm×40 mm 的矩形。一组测试电极数量为 3 片,3 片应来自同一批电极。对于需要活化的电极,应选用活化处理后的电极进行测试。

5.4.2 样品制备

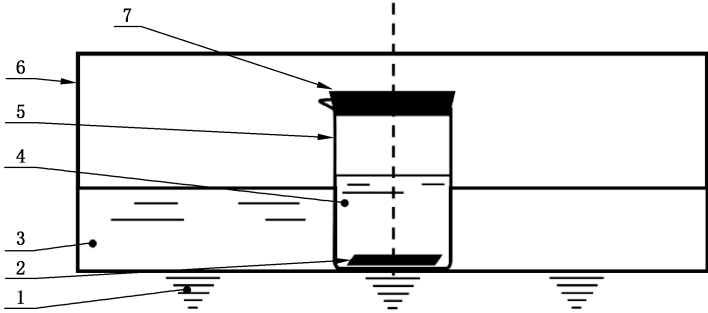
应按照测试电极的规格尺寸裁剪,尺寸误差小于 2%,剪裁后保持电极平整,并圆滑处理电极边缘毛刺、锯齿或尖锐凸起。

5.5 测试条件

超声波清洗机中测试液的温度为 30 ℃±1 ℃。

5.6 测试步骤

- 电极超声失重量测试步骤如下。
- a) 处理:用纯水对电极进行反复冲洗至少 3 次,再用无水乙醇(本文件中除另有规定外,无水乙醇应符合 GB/T 678 中分析纯的规定)对电极进行反复冲洗至少 3 次;并将电极在 70 ℃、真空度不大于 200 Pa 的真空烘箱中干燥处理 2 h 以上。
 - b) 称重:依次称量 3 片电极,分别记录 3 片电极的初始质量 $m_{i,0}$,精度为 0.1 mg。
 - c) 超声处理:每次处理 1 片电极,将电极水平置于盛有 200 mL 测试液的 250 mL 玻璃烧杯容器底部(本文件中除另有规定外,玻璃烧杯应符合 GB/T 15724 中 250 mL 标称容量的规格),将烧杯置于超声波清洗机最中间底部并固定,超声波清洗机中加入水至内槽水面高度为 50 mm,然后在温度为 30 ℃±1 ℃条件下连续处理 60 min。超声失重量测试时样品放置位置见图 1。
 - d) 取出测试电极按 a)和 b)所述步骤对超声后电极进行处理和称重,分别记录 3 片电极的终止质量 m_i 。



- 标引序号说明:
- | | |
|-------------|-------------|
| 1—— 超声波换能器; | 5—— 烧杯; |
| 2—— 测试电极; | 6—— 超声波清洗机; |
| 3—— 水; | 7—— 塞子。 |
| 4—— 测试液; | |

图 1 超声失重量测试样品放置位置示意图

5.7 数据处理

按公式(1)计算测试电极的超声失重量:

$$\Delta m = \frac{\sum_{i=1}^3 (| m_{i,0} - m_i |)}{\sum_{i=1}^3 A_i} \dots\dots\dots (1)$$

- 式中:
- Δm ——单位面积超声失重量,单位为毫克每平方厘米(mg/cm²);
 - $m_{i,0}$ ——每片电极的初始质量,单位为毫克(mg);
 - m_i ——第 i 片电极的终止质量,单位为毫克(mg);
 - A_i ——第 i 片电极的面积,单位为平方厘米(cm²)。

6 过电位测试

6.1 原理

在三电极测试系统中,采用计时电位法测量测试电极在一定电流密度下的工作电位,用工作电位与理论电位之差计算电极的过电位。

6.2 试剂

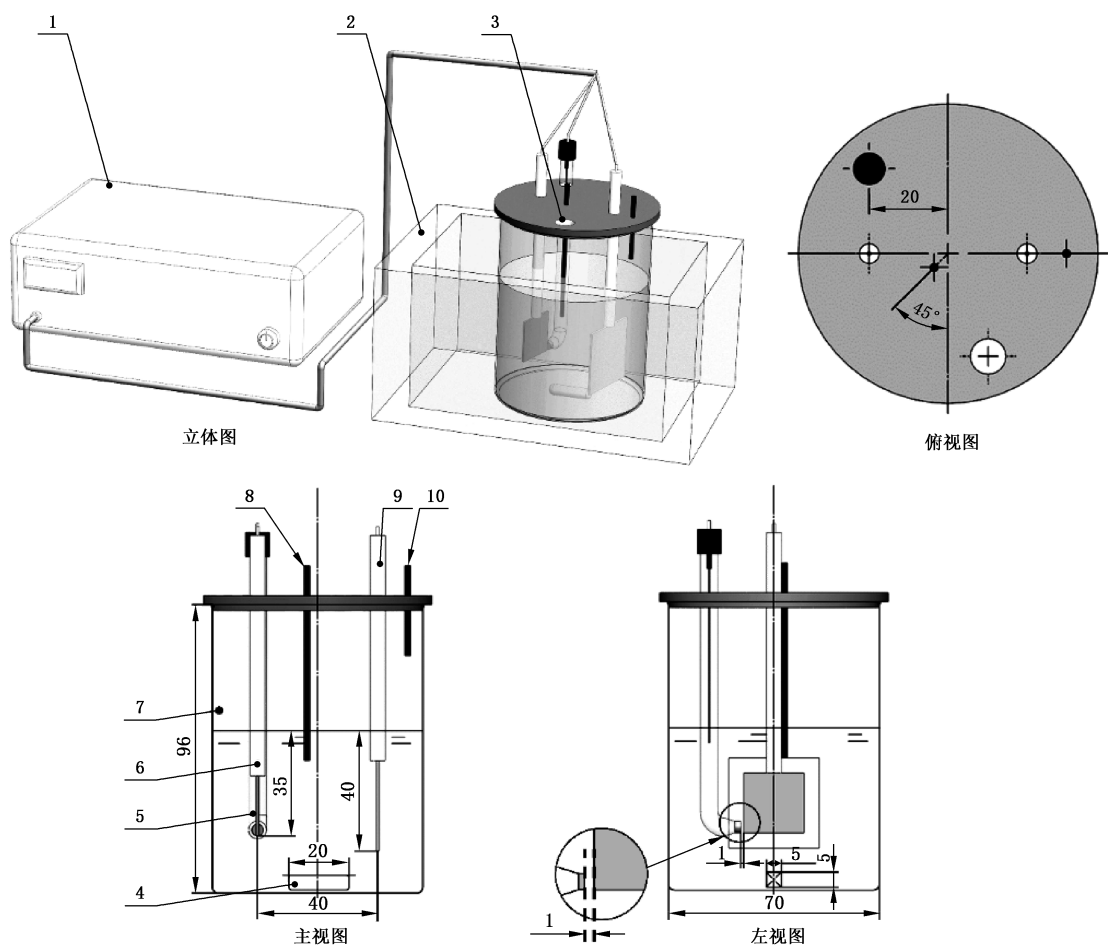
测试溶液为 200 mL、浓度 1 mol/L 的 KOH 溶液，氢氧化钾应符合 GB/T 2306 中优级纯或分析纯的规定，纯水应符合 GB/T 6682 中一级水的规定。

6.3 设备

6.3.1 测试装置

电极过电位的测试装置采用三电极测试系统见图 2。其中，对电极（辅助电极）正对测试电极工作面摆放，距离为 4 cm；参比电极端头或盐桥端头与测试电极底边平齐，与测试电极侧边相距 1 mm，端头中心位置处于测试电极平面的延伸面上。

单位为毫米



标引序号说明：

- | | |
|-------------|----------------|
| 1——电化学工作站； | 6 ——工作电极或测试电极； |
| 2——恒温加热锅； | 7 ——电解池； |
| 3——取样口； | 8 ——进气口； |
| 4——搅拌磁子； | 9 ——对电极(辅助电极)； |
| 5——参比电极或盐桥； | 10——出气口。 |

图 2 三电极测试系统示意图

6.3.2 电化学性能测试仪

电流应不小于 2 A,电流精度为满量程的 $\pm 0.1\%$;电压量程为 $-10\text{ V}\sim 10\text{ V}$,精度为 $\pm 1\text{ mV}$ 。

注：电化学性能测试仪也称电化学工作站。

6.3.3 电解池

电解池应为带有电极、充气管固定装置的圆柱状带盖容器,材质为聚四氟乙烯或耐碱玻璃,标称容积为 250 mL。

6.3.4 恒温加热锅

恒温加热锅应具备磁力搅拌和恒温功能,磁力搅拌转速范围为 $0\text{ r/min}\sim 500\text{ r/min}$,温度调节功能应符合测试要求。

6.3.5 搅拌磁子

搅拌磁子长度为 20 mm,直径 5 mm,外形为胶囊形,外部包裹四氟乙烯。

6.4 样品



6.4.1 测试电极形状为带极耳的正方形,极耳部分尺寸为 $10\text{ mm}\times 5\text{ mm}$,测试部分有效面积按几何面积计算,其尺寸为 $20\text{ mm}\times 20\text{ mm}$ 。典型测试电极规格尺寸见图 3。

单位为毫米

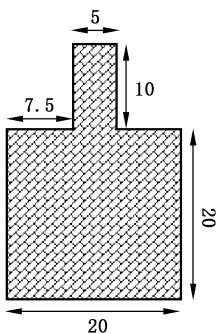


图 3 过电位测试用电极的规格尺寸

6.4.2 测试电极按 5.4.2 的规定进行制备。

6.4.3 测试电极的极耳部分与导线连接后绝缘封装,测试部分的有效面积及截面不进行绝缘封装。

6.4.4 一组测试电极数目应不少于 3 片,且均来自同一批电极;测试前宜按照 5.6 a) 的规定对测试电极进行清洗处理。对于需要活化步骤的电极,应选用活化处理后的测试电极。

6.5 参比电极

参比电极选用汞/氧化汞电极或外接盐桥的饱和甘汞电极,使用前应按附录 A 所述方法对参比电极进行电位校正。

6.6 对电极

对电极采用纯镍电极,纯度不小于 99.5%,有效尺寸为 $30\text{ mm}\times 30\text{ mm}$ 。

6.7 测试条件

电极过电位测试条件如下。

- 测试溶液温度控制为 $25.0\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- 测量析氢电极时,测试溶液中持续充氢气维持饱和状态;测量析氧电极时,测试溶液中持续充氧气维持饱和状态。本文件中除另有规定外,所用氧气应符合 GB/T 14599 中高纯氧的规定,氢气应符合 GB/T 3634.2 中高纯氢的规定。
- 搅拌测试溶液,保持磁子转速为 300 r/min 。
- 在采用计时电位法测量过电位之前,宜采用电化学阻抗谱(EIS)法测试待补偿电阻(内阻),测试方法符合 GB/T 28817 的规定。



6.8 测试步骤

电极过电位测试步骤如下。

- 测量工作电极的开路电位,持续时间不低于 10 min ,当电位波动稳定在 5 mV/min 以内,可进行下一步试验。
- 开启计时电位法测量功能,在电流密度为 100 A/m^2 和 $1\,000\text{ A/m}^2$ 下,分别测量析氧电极电位随时间变化曲线,采样频率应不低于 1 Hz ,测试时间应不低于 60 min ,记录测试电极的电位值,宜采用 $50\text{ min} \sim 60\text{ min}$ 之间的电位平均值作为该电流密度下的工作电位。
- 开启计时电位法测量功能,在电流密度为 -100 A/m^2 和 $-1\,000\text{ A/m}^2$ 下,分别测量析氢电极电位随时间变化曲线,采样频率应不低于 1 Hz ,测试时间应不低于 60 min ,记录测试电极的电位值,宜采用 $50\text{ min} \sim 60\text{ min}$ 之间的电位平均值作为该电流密度下的工作电位。

6.9 数据处理

过电位按公式(2)计算:

$$\eta = \frac{\sum_{i=1}^n (|E_{\text{comp},i} - E^{\theta}|)}{n} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- η —— 过电位,单位为毫伏特(mV);
- $E_{\text{comp},i}$ —— 经电阻补偿后,相对可逆氢电极(RHE)的工作电位,单位为伏特(V);
- E^{θ} —— 相对可逆氢电极,电极反应的理论电位,单位为伏特(V);
- n —— 测试电极数量。

注 1: 若无特殊说明,文中所有三电极体系测试中所使用的电位均是相对可逆氢参比电极时的电位, E_{comp} 的计算见附录 B。

注 2: 测量析氢电极时, E^{θ} 取 0.0 V ;测量析氧电极时, E^{θ} 取 1.23 V 。

7 正反极化稳定性测试

7.1 原理

测试析氧电极在较高电流密度下阳极极化(正极化)和较低电流密度下阴极极化(反极化)后性能的变化;测试析氢电极在较高电流密度下阴极极化(正极化)和较低电流密度下阳极极化(反极化)后性能的变化。在二电极体系下,对电极进行正反极化测试,运行 $1\,000$ 个周期;正反极化性能测试前后,在三电极体系下分别测试电极过电位,以所得过电位的差值表征为正反极化稳定性。

7.2 试剂

测试溶液应符合 6.2 的规定。测试过程中,通过定期补水和补充 KOH 溶液使 KOH 溶液浓度维持在 1.00 mol/L±0.05 mol/L,KOH 溶液可通过取样口采集。

7.3 设备

7.3.1 正反极化稳定性的测试采用二电极测试系统和三电极测试系统,测试系统应符合 6.3.1 的规定,但二电极测试系统不含参比电极。

7.3.2 电化学性能测试仪、电解池、恒温加热锅应符合 6.3 的有关规定。

7.4 样品

测试电极应符合 6.4 的规定。

7.5 参比电极和对电极

参比电极应符合 6.5 的规定。对电极应符合 6.6 的规定。

7.6 测试条件

测试条件应符合 6.7 的相关规定。

7.7 测试步骤

正反极化稳定性测试步骤如下:

- a) 在三电极测试系统中,按照 6.8 的规定测量每一片测试电极正反极化前的过电位 $\eta_{i,0}$;
- b) 在二电极测试系统中,启动电流阶跃法测试,每一片测试电极在单个周期内进行 3 000 A/m² 下正极化 10 min 后,然后电流反向 300 A/m² 下进行反极化 10 min,周期性运行 1 000 次;
- c) 测试电极经历正反极化测试后,按照 6.8 的规定测量每一片测试电极的过电位 $\eta_{i,1\,000}$ 。

7.8 数据处理

电极经历 1 000 周期正反极化后的电位变化按公式(3)计算:

$$\Delta\eta = \frac{\sum_{i=1}^n |\eta_{i,0} - \eta_{i,1\,000}|}{n} \times 1\,000 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- $\Delta\eta$ ——电极经历 1 000 周期正反极化后的过电位变化,单位为毫伏特(mV);
- $\eta_{i,0}$ ——第 i 片测试电极正反极化测试前的过电位,单位为伏特(V);
- $\eta_{i,1\,000}$ ——第 i 片测试电极经 1 000 周期正反极化测试后的过电位,单位为伏特(V);
- n ——测试电极数量。

8 小室平均电压与小室平均电压变化率测试

8.1 原理

在电解槽测试系统中,采用恒电流电解法记录第 70 h~72 h 的平均电解电压,作为小室平均电压。继续运行一段时间($t \geq 500$ h)后,记录第($t+70$ h)~($t+72$ h)内的小室平均电压。通过记录这两个时间段的小室平均电压和间隔时间,计算小室平均电压变化率。恒定电流密度应根据电极测试需求设置,可采用 3 000 A/m²、4 000 A/m²、5 000 A/m²、8 000 A/m²、10 000 A/m² 等通用参数值。

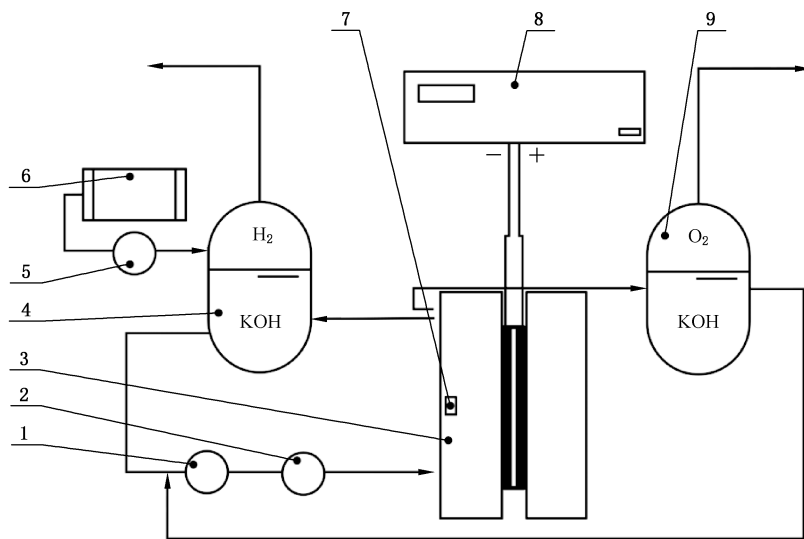
8.2 试剂

测试溶液为质量分数为 30% 的 KOH 溶液。氢氧化钾应符合 GB/T 2306 中优级纯或分析纯的规定,纯水应符合 GB/T 6682 中一级水的规定。

8.3 设备

8.3.1 电解槽测试系统

电解槽采用单池电解槽,测试系统见图 4。



标引序号说明:

- | | |
|-------------|-------------|
| 1——冷却加热一体机; | 6——纯水箱; |
| 2——碱液循环泵; | 7——温度探点; |
| 3——电解槽; | 8——恒流电源; |
| 4——阴极气液分离器; | 9——阳极气液分离器。 |
| 5——补液泵; | |

图 4 单池电解槽测试系统示意图

8.3.2 恒流电源

电流量程为 20 A~40 A,精度为满量程的 $\pm 0.5\%$;电压量程不小于 5 V,精度为满量程的 $\pm 0.5\%$ 。

8.3.3 单池电解槽

单池电解槽的结构、安装要求见附录 C。

注:单池电解槽为常压电解槽。

8.3.4 碱液循环泵

碱液循环泵流量宜为 0.5 L/min。

8.3.5 补液泵

补液泵流量不小于 20 mL/h。

8.3.6 气液分离器

气液分离器材质为聚丙烯、聚四氟乙烯、碳钢镀镍或 316L 不锈钢。

8.4 样品

测试电极应符合下列要求：

- a) 电极形状为矩形,尺寸为 50 mm×40 mm,长、宽尺寸误差均 $\leq \pm 1$ mm,采用游标卡尺测量电极实际尺寸;
- b) 测试电极为单一析氢电极或单一析氧电极时,采用基本目数(英制)为 46,丝径为 0.25 mm 的无涂层镍网作为对应的析氧阳极或析氢电极,镍网应符合 GB/T 21648 的规定;
- c) 测试电极裁剪后保持电极平整,圆滑处理电极边缘毛刺、锯齿或尖锐凸起;
- d) 对于需要活化的电极,应采用活化处理后的电极;
- e) 测试样品数量宜不少于 3 片。

8.5 测试条件

小室平均电压的测试应符合下列条件：

- a) 测试溶液温度为 $85\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$;
- b) 调节阴极、阳极出液口阀门保持两极气压动态平衡;
- c) 测试过程中,应进行补水以保证测试溶液密度在 $1.28\text{ g/cm}^3 \pm 0.03\text{ g/cm}^3$ 。

注：密度为 25 $^{\circ}\text{C}$ 下的对应值。

8.6 测试步骤

小室平均电压和小室平均电压变化率测试步骤如下。

- a) 测试电极装电解槽前,应按照 5.6 a) 的规定对测试电极进行清洗处理;处理后,称量电极的质量 $m_{i,0}$,精确为 0.1 mg。
- b) 开机预热:测试前 10 min,开通恒流电源进行预热。
- c) 在单池电解槽测试系统中,启动恒电流电解法测试,使得电解槽在恒定电流密度下持续运行至少 500 h,采样间隔应为 30 s。

注：电流密度通常设置为 3 000 A/m²、4 000 A/m²、5 000 A/m²、8 000 A/m² 或 10 000 A/m²,在报告中注明设置的测试电流密度值。

- d) 记录测试时间内,第 70 h~72 h 和第 $(t+70\text{ h})\sim(t+72\text{ h})$ 的小室电压,其中 $t \geq 500\text{ h}$,将上述两段时间内小室电压的代数平均值作为小室平均电压值。
- e) 电解结束后,按照 5.6 a) 的规定处理电解后的测试电极,称量电极的质量 m_i ,精确为 0.1 mg。

8.7 数据处理

8.7.1 小室平均电压变化率

小室平均电压变化率按公式(4)计算：

$$\nu_d = \frac{\sum_{i=1}^n |V_i - V_{i,0}|}{n \times t} \times 10^6 \dots\dots\dots (4)$$

式中：

- ν_d ——小室平均电压变化率,单位为微伏特每小时($\mu\text{V/h}$);
- t ——运行 72 h 后,再继续运行时间,单位为小时(h);
- V_i ——第 i 片测试电极,在 $(t+70\text{ h})\sim(t+72\text{ h})$ 测试时间段内电解槽的小室平均电压值,单位为

伏特(V)；

$V_{i,0}$ ——第 i 片测试电极,在 70 h~72 h 测试时间段内电解槽的小室平均电压值,单位为伏特(V)；

n ——测试电极的数量。

注：在试验报告中注明运行时间 t 。

8.7.2 电极单位面积质量变化

分别记录小室平均电压测试前电极质量和测试后电极质量,测试电极在高温、强碱溶液长时间运行后的质量变化,电极单位面积质量变化按公式(5)计算：

$$\Delta m = \frac{\sum_{i=1}^n |m_{i,0} - m_i|}{\sum_{i=1}^n A_i} \dots\dots\dots (5)$$

式中：

Δm ——电极单位面积质量变化,单位为毫克每平方厘米(mg/cm²)；

$m_{i,0}$ ——每片电极的初始质量,单位为毫克(mg)；

m_i ——第 i 片电极的终止质量,单位为毫克(mg)；

A_i ——第 i 片电极的面积,单位为平方厘米(cm²)；

n ——测试电极的数量。

9 波动电流电解测试

9.1 原理

在电解槽测试系统中,安装了测试电极的电解槽在设定的周期性波动变化的电流密度下运行,依据第一周期和最后一周期相同电流密度下小室平均电压,计算小室平均电压变化差值。波动电流电解前,在三电极电化学性能测试系统中,记录测试电极同批次电极的过电位；波动电流电解结束后,从测试后的电极上取样,在三电极电化学性能测试系统中,记录测量电极的过电位,并计算波动电流电解前后电极过电位的变化。

9.2 试剂、设备、样品和测试条件

波动电流电解的试剂、设备、样品和测试条件应分别符合 8.2~8.5 中的规定。

9.3 测试步骤

波动电流电解测试步骤如下：

- 选择同批次的电极,按照第 6 章的规定进行过电位测试；
- 波动电流电解测试前,按照 8.6 a)中的相关规定测试电极质量 $m_{i,0}$ ；
- 应按照 8.6 b)的规定进行开机预热；
- 在单池电解槽测试系统中,启动电流阶跃法测试,使得电解槽在阶梯变化的电解电流密度下,依次按照 300 A/m²、1 000 A/m²、3 000 A/m²、5 000 A/m²、10 000 A/m²、8 000 A/m²、2 000 A/m²、0 A/m²(代表停机)持续运行 500 个周期,电流密度变化见图 5,每个电流密度运行 5 min,采样间隔应为 30 s,不同电流密度间的过渡时间不大于 10 s；

注：如采用高电流密度值(10 000 A/m²、8 000 A/m²)运行时小室平均电压大于 2.2 V,则波动电流电解测试取消对应高电流密度的阶跃分段。

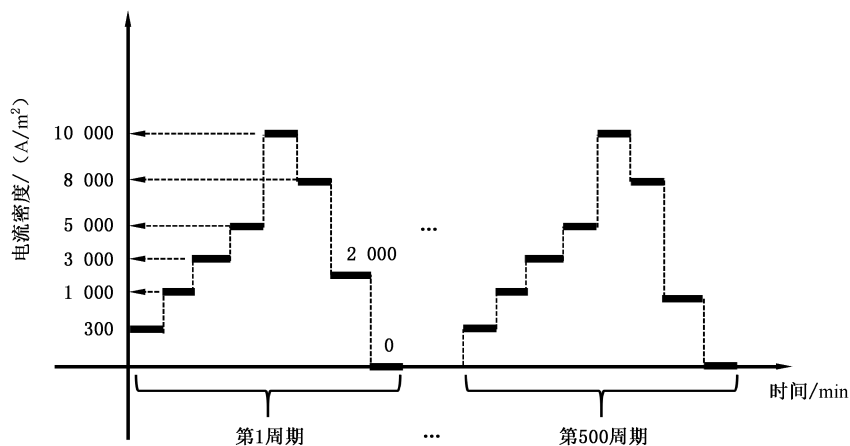


图 5 波动电流电解测试中的电流密度周期性阶跃示意图

- e) 分别记录第 1 和第 500 测试周期内,在 3 000 A/m² 电流密度下的小室电压,将上述两个周期内小室电压的代数平均值,分别记为第 1 周期和第 500 周期的小室平均电压值;
- f) 电解结束后,按照 8.6 e) 的规定,测试电极质量 m_i ;
- g) 波动电流电解测试后,取下测试电极,按照 6.4 中的规定进行裁剪(从 50 mm×40 mm 电极上裁剪 3 片用于过电位测试,电极裁剪方式见图 6),然后按照第 6 章规定进行过电位测试。

单位为毫米

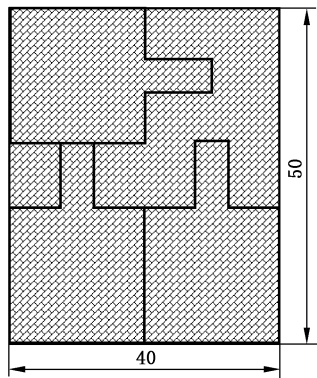


图 6 波动电流电解测后的电极裁剪示意图

9.4 数据处理

9.4.1 过电位变化

过电位变化按公式(6)计算:

$$\Delta\eta = \frac{\sum_{i=1}^n |\eta_{i,500} - \eta_{i,0}|}{n} \times 1\,000 \dots\dots\dots (6)$$

式中:

- $\Delta\eta$ ——过电位变化,单位为毫伏特(mV);
- $\eta_{i,500}$ ——第 i 片电极在 500 周期性波动电流电解测试后,测试得到的过电位,单位为伏特(V);
- $\eta_{i,0}$ ——测试电极进行波动电流电解测试前,电极的过电位,单位为伏特(V)。

9.4.2 小室平均电压变化

小室平均电压的变化按公式(7)计算：

$$\Delta V_f = \frac{\sum_{i=1}^n |V_{i,500} - V_{i,1}|}{n} \dots\dots\dots (7)$$

式中：

ΔV_f ——3 000 A/m² 电流密度下小室平均电压的变化,单位为毫伏特(mV)；

$V_{i,500}$ ——第 i 片电极在第 500 周期波动电流电解测试时,在 3 000 A/m² 电流密度下的小室平均电压值,单位为伏特(V)；

$V_{i,1}$ ——第 i 片第 1 周期波动电流电解测试时,在 3 000 A/m² 电流密度下的小室平均电压值,单位为伏特(V)；

n ——进行波动电流电解测试电极的数量。

9.4.3 电极单位面积质量变化

分别记录波动电流电解测试前电极质量和波动电解测试后电极质量,测试计算电极在高温、强碱溶液波动电流电解运行后的质量变化,电极单位面积质量变化按公式(5)计算。

10 试验报告

试验报告包括但不限于如下的内容：

- a) 试验对象；
- b) 本文件编号；
- c) 所使用的方法；
- d) 结果；
- e) 观察到的异常现象；
- f) 试验日期。

附 录 A
(规范性)
参比电极的电极电位校正

A.1 原理

采用三电极测试体系,使用高纯 Pt 片作为测试电极和对电极,需要校准的电极作为参比电极。校正过程中,向测试溶液中通入氢气维持在饱和状态,再以 1 mV/s 的速率测试多周期的循环伏安曲线,依据在循环伏安曲线中过零电流的电位值,计算待校正电极的数值。

A.2 校正用试剂、设备和电极

A.2.1 试剂应符合 6.2 的规定。

A.2.2 设备应符合 6.3 的规定。

A.2.3 校正中使用的电极应符合以下要求:

- a) 测试电极为 Pt 电极,纯度高于 99.9%;电极有效尺寸为 10 mm×10 mm;
- b) 参比电极为待校准电极,选用汞/氧化汞电极或外接盐桥的饱和甘汞电极;
- c) 对电极为 Pt 电极,纯度高于 99.9%,电极有效尺寸为 20 mm×20 mm。

A.3 校正步骤

参比电极校正步骤如下:

- a) 开机预热:开始测试前 10 min,接通电化学性能测试仪电源预热;
- b) 充气:调节通入的气体流速至 50 mL/min,将测试溶液充氢气至饱和,所用氢气应符合 GB/T 3634.2 中高纯氢的技术要求;
- c) 恒温及搅拌:调节恒温加热锅,恒定测试溶液温度为 25 °C ± 0.5 °C,调节测试溶液中的磁子转速保持 300 r/min;
- d) 循环伏安曲线测量:开启循环伏安法测量功能,测量电位在 -50 mV~50 mV(相比于开路电位)范围内测试电极电位随电流的变化曲线,设置扫描速率为 1.0 mV/s,扫描周期数为 10 次,采样频率为 0.2 Hz~1 Hz,记录测试电极的电位值和电流值。

A.4 数据处理

取第 10 周期的电位值和电流值,做出循环伏安曲线,循环伏安曲线示意图见图 A.1。将循环伏安曲线中电流为 0 A 时的电位中间值,作为该待校正参比电极的校准值(E_{cal})。

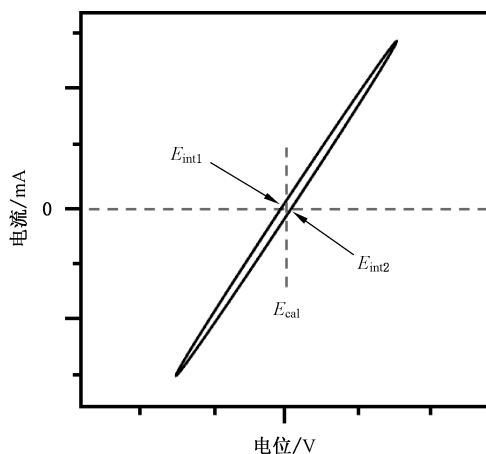


图 A.1 参比电极电位校准循环伏安曲线示意图

E_{cal} 为 Pt 电极(可逆氢参比电极)和三电极测试所用参比电极的电位差值。参比电极校准值 E_{cal} 按公式(A.1)计算:

$$E_{\text{cal}} = \frac{E_{\text{int1}} + E_{\text{int2}}}{2} \quad \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中:

E_{cal} ——参比电极的校准值,单位为伏特(V);

E_{int1} ——电流零线与循环伏安曲线左侧相交处,单位伏特(V);

E_{int2} ——电流零线与循环伏安曲线右侧相交处,单位伏特(V)。

附 录 B

(资料性)

电位转换、电流密度、电位补偿计算

B.1 电位转化计算

三电极测试系统中,将工作电极(测试电极)相对参比电极的电位转换为相对可逆氢电极的电位按公式(B.1)计算:


$$E_{\text{RHE}} = E_{\text{RE}} - E_{\text{cal}} \dots\dots\dots (\text{B.1})$$

式中:

- E_{RHE} ——工作电极相对于可逆氢电极的电位,单位为伏特(V);
- E_{RE} ——工作电极相对于参比电极的电位,单位为伏特(V);
- E_{cal} ——待校正参比电极的校准值,单位为伏特(V)。

B.2 电流密度归一化计算

基于几何面积归一化的电流密度按公式(B.2)计算:

$$J_{\text{geo}} = \frac{I}{S_{\text{geo}}} \dots\dots\dots (\text{B.2})$$

式中:

- J_{geo} ——基于几何面积归一化的电流密度,单位为安培每平方米(A/m²);
- I ——实际测得的电流,单位为安培(A);
- S_{geo} ——电极的几何表面积,单位为平方米(m²)。

B.3 电位补偿计算

补偿后的电位按公式(B.3)计算:

$$E_{\text{comp}} = E_{\text{RHE}} - x \times I \times R_{\text{u}} \dots\dots\dots (\text{B.3})$$

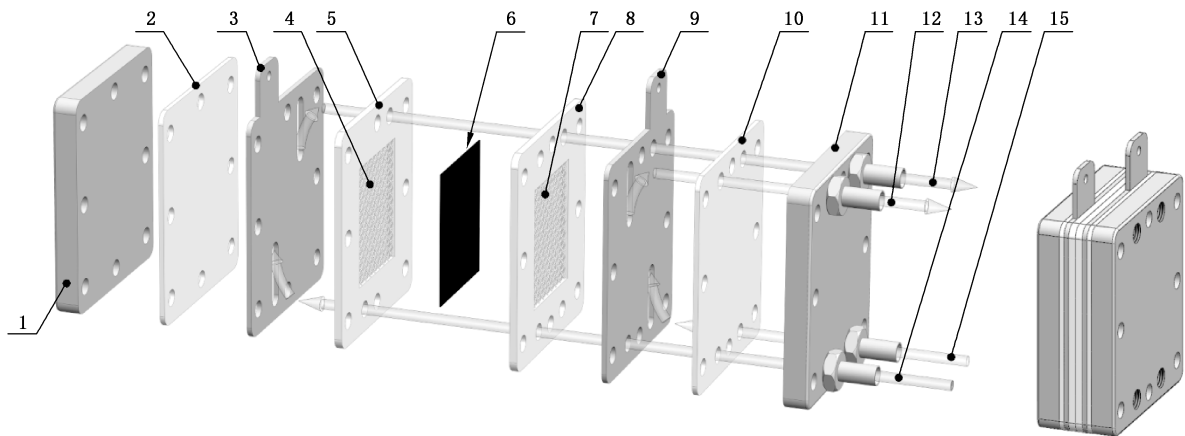
式中:

- E_{comp} ——补偿后的电位,单位为伏特(V);
- E_{RHE} ——工作电极相对于可逆氢电极的电位,单位为伏特(V);
- x ——补偿百分比,注明具体数据,建议值为 85%;
- I ——实际测得的电流,单位为安培(A);
- R_{u} ——待补偿电阻,单位为欧姆(Ω)。

附 录 C
(资料性)
单池电解槽

C.1 结构

单池电解槽由端板、隔板、极板、极框和隔膜等部件构成,各部件相对位置关系和阴极液、阳极液流动方向、组装后效果图见图 C.1。



标引序号说明:

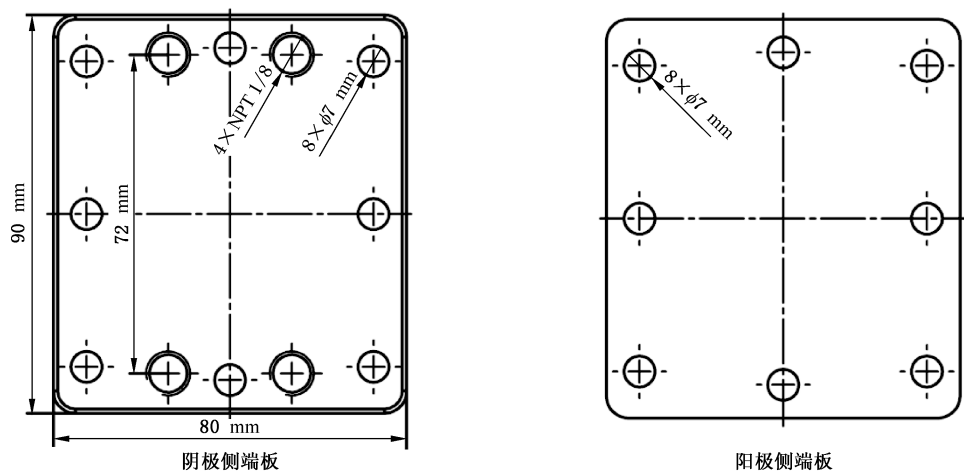
- | | |
|-------------|-------------------|
| 1——阳极侧端板; | 9 ——阴极极板; |
| 2——阳极侧绝缘隔板; | 10——阴极侧绝缘隔板; |
| 3——阳极极板; | 11——阴极侧端板; |
| 4——阳极和集流体; | 12——混合的阴极测试溶液和氢气; |
| 5——阳极侧极框; | 13——混合的阳极测试溶液和氧气; |
| 6——隔膜; | 14——阳极测试溶液; |
| 7——阴极和集流体; | 15——阴极测试溶液。 |
| 8——阴极侧极框; | |

图 C.1 单池电解槽结构示意图

C.2 组件

C.2.1 端板

端板材质为纯镍,纯度高于 99.95%;或碳钢镀镍,镍镀层厚度不低于 80 μm,纯度高于 99.9%。端板和进出液接口尺寸见图 C.2。

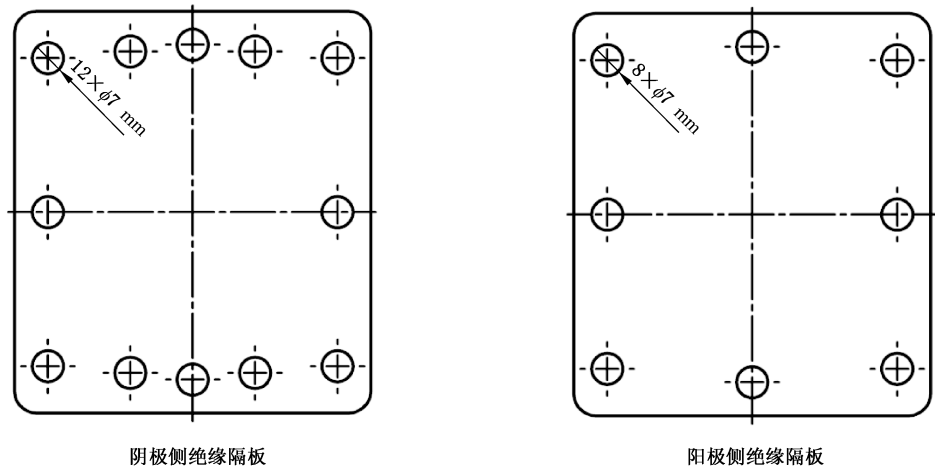


注：端板厚度均为 10 mm。

图 C.2 单池电解槽端板和进出液接口尺寸示意图

C.2.2 隔板

隔板为聚四氟乙烯绝缘材料(本文件中除另有规定外,聚四氟乙烯符合 QB/T 5257 的技术规定)。单池电解槽隔板示意图见图 C.3。



注：绝缘隔板厚度均为 2 mm。

图 C.3 单池电解槽绝缘隔板示意图

C.2.3 极板

阳极或阴极极板材质均为纯镍,纯度高于 99.95%。单池电解槽极板示意图见图 C.4。

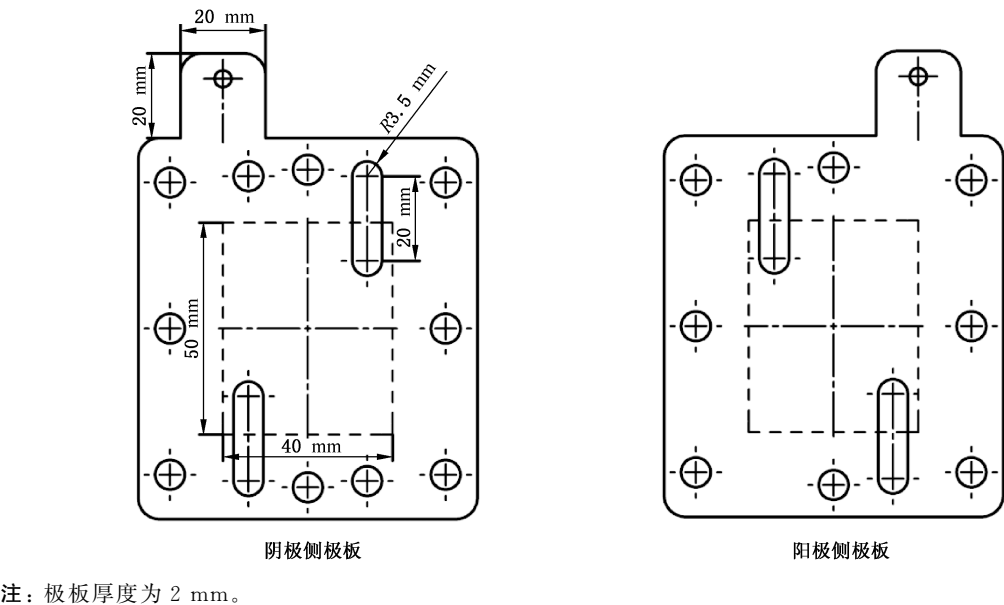


图 C.4 单池电解槽极板示意图

C.2.4 极框

极框符合下列要求：

- a) 采用聚四氟乙烯绝缘材料,或其他具有变形量的耐高温、耐碱腐蚀、抗氧化材料；
- b) 内部空心区域为集流体和电极所在位置,尺寸为 50 mm×40 mm×3 mm；
- c) 极框外部尺寸与端板尺寸一致。

单池电解槽极框示意图见图 C.5。

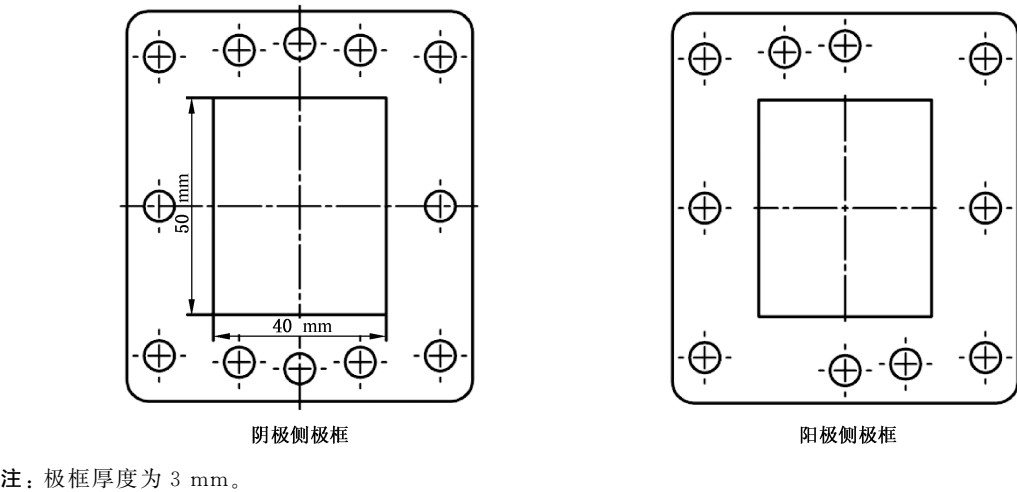


图 C.5 单池电解槽极框示意图

C.2.5 隔膜

C.2.5.1 隔膜可采用聚苯硫醚(PPS)隔膜、有机-无机复合隔膜或氢氧根离子交换膜等。宜选择 PPS 隔膜。

C.2.5.2 隔膜尺寸为 56 mm×46 mm。测试时,注明隔膜厚度和面电阻。

C.2.5.3 如采用 PPS 隔膜,厚度为 0.5 mm~1.0 mm;如采用有机-无机复合隔膜,厚度为 0.2 mm~0.8 mm;如采用氢氧根离子交换膜,厚度为 0.01 mm~0.2 mm。

C.2.6 集流体

集流体宜采用一片镍网和一片泡沫镍。镍网符合 GB/T 21648 技术要求,基本目数(英制)为 46,厚度为 0.6 mm,丝径为 0.25 mm,纯度高于 99.5%。泡沫镍符合 GB/T 20251 要求,厚度 1.6 mm~2.2 mm,孔数 110 PPI $\pm$ 10 PPI,面密度为 480 g/m² $\pm$ 40 g/m²。保持集流体与电极总厚度为 3.2 mm $\pm$ 0.1 mm。

注: PPI 表示一平方英寸泡沫镍上的平均孔数。

C.3 安装要求

单池电解槽的安装符合下列要求。

- a) 单池电解槽组装顺序参考图 C.1,从右至左分别为:阴极侧端板、阴极侧绝缘隔板、阴极极板、阴极侧极框、阳极侧极框、阳极极板、阳极侧绝缘隔板和阳极侧端板。其中,两极框之间使用隔膜隔开,隔膜中心与电极中心对齐,实现对极框空心区域(50 mm $\times$ 40 mm)的完整覆盖,膜两侧分别为阴极室和阳极室。阴极极框内从右到左分别是阴极集流体、析氢电极,阳极极框内从右到左分别是析氧阳极、阳极集流体。
 - b) 槽体在紧固时,首先在对角线方向预装两根螺栓并初步紧固,维持槽体各部件始终处于压紧的状态,防止内容物错位。随后安装剩余螺栓,每根螺栓都需配备 1 个平垫+1 个弹垫,所有螺栓需进行绝缘处理。全部螺栓紧固后,测量槽体四边厚度,厚度误差小于 $\pm$ 0.1 mm。
 - c) 槽体紧固后总厚度宜控制为单池电解槽初始加工厚度减去 0.7 mm~0.8 mm。
- 注: 0.7 mm~0.8 mm 为 2 片绝缘隔板+2 片极框在厚度方向的总压紧量。
- d) 槽体置于绝缘平板上,极耳朝上,测试仪正、负极分别与电解槽一端阳极极板、一端阴极极板通过导线相连;电解槽阴极侧端板的上端两个流道口为出液口,下端两个流道口则作为进液口。槽体放置好后,将管道盘放为螺旋状放置于恒温加热锅内(内置加热油),再将管道与进液口相连;将出液口通过管道与气液分离罐相连。
 - e) 槽体放置好后,向气液分离罐中加入测试溶液,然后打开碱液循环泵,通过电解槽出液阀门调整阴、阳极出液流速,阳极出液速度约等于阴极出液速度。
 - f) 槽体和气液分离罐均需做好保温措施。

参 考 文 献

- [1] GB/T 20251 电池用泡沫镍
 - [2] QB/T 5257 聚四氟乙烯(PTFE)板材
-



