

ICS 27.180

CCS F19



中华人民共和国国家标准

GB/TXXXXX—20XX

电解水制氢用电极性能测试方法

Methods for measuring the performance of electrode for hydrogen production by
water electrolysis

20XX-XX-XX 发布

20XX-XX-XX 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 总则	2
5 超声剥落率测试	2
6 过电位测试	4
7 正反极化稳定性测试	7
8 电解电压与电解电压变化率测试	8
9 波动电解稳定性测试	11
10 试验报告	12
附录 A	13
附录 B	15
附录 C	17

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/TC309)提出并归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

电解水制氢用电极性能测试方法

1 范围

本文件规定了碱性电解水制氢用电极超声剥落率、过电位、正反极化稳定性、电解电压与电解电压变化率、波动电解稳定性的测试方法。

本文件适用于碱性电解水制氢用电极性能测试，其他电解水制氢用电极参照本文件执行。

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 2306 化学试剂 氢氧化钾

GB/T 3634.2 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

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

超声剥落率 ultrasonic peeling rate

有催化层的电极被持续性施加一段时间超声振动后，电极的质量变化率，以电极在超声波振荡作用下的电极质量变化百分比进行表征。

3.2

过电位 overpotential

施加在电极上的工作电位与电极反应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。

3.3

正反极化稳定性 stability of forward and reverse polarization

对电极周期性施加工作电流以及反向电流运行不小于 1000 周期后，测试电极在一定电流密度下过电位的变化值。

3.4

电解电压 cell voltage of electrolysis

安装待测电极后的电解槽中，在一定电流密度下进行电解时的小室平均电压值。

3.5

电解电压变化率 gradient of electrolytic voltage

在恒定电流密度下测试时，电解电压随时间的变化速率，以恒定电流密度电解前后小室平均电压的差值与时间跨度之间的比值进行测算。

3.6

波动电解稳定性 stability of electrode after fluctuating electrolysis

电极进行波动性电解测试的稳定性。

注：在电解电压测试系统中，测量电极在设定的周期性波动变化的电流密度下电解运行一定时间后，测量计算电极在波动性电解前后过电位的变化。

3.7

可逆氢电极 reversible hydrogen electrode

一定 pH 水溶液中，铂电极与 100 kPa 压力下的氢气达到平衡时所构成的参比电极。

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

4 总则

电极性能测试项目、测试方法、测试系统见表 1。

表 1 电极性能测试项目、方法和系统

序号	测试项目	测试方法	测试系统
1	超声剥落率	超声处理	超声剥落率测试系统
2	过电位	计时电位法	三电极测试系统
3	正反极化稳定性	电流阶跃法	二电极测试系统、三电极测试系统
4	电解电压及电解电压变化率	恒电流电解法	电解槽测试系统
5	波动性电解稳定性	电流阶跃法、计时电位法	电解槽测试系统、三电极测试系统

5 超声剥落率测试

5.1 测试原理

在超声剥落率测试系统中,采用超声处理方法将浸没在超声仪测试溶液中的测试电极,在超声仪固定的频率和功率下进行一定时间的超声振荡处理,测量超声振荡前后电极质量的变化值,计算超声剥落率。

5.2 测试溶液

测试溶液为纯水,符合 GB/T 6682 中一级水规格。

5.3 测试设备

5.3.1 电热烘箱

电热烘箱应具有抽真空功能,最小真空度 133 Pa,具有恒温功能,温控范围为:室温至 150℃,精度 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 。

5.3.2 超声仪

超声仪的超声频率范围为 40 kHz,超声功率为 300 W,超声仪应具有恒温功能。

5.4 测试电极

5.4.1 测试电极制备

应按照电极规格尺寸裁剪,尺寸误差小于 0.5%,避免电极发生变形,保证电极平整,剪裁后圆滑处理电极边缘毛刺、锯齿或尖锐凸起。

5.4.2 测试电极规格、尺寸

测试电极的尺寸为 50 mm $\times$ 40 mm 的矩形。一组测试电极数目应为 3 片,3 片来自同一批电极。对于需要活化的电极,该部分的测试电极应是活化后的电极。

5.5 测试条件

超声仪中测试溶液的温度为 $30^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ 。

5.6 测试步骤

电极超声剥离率测试步骤如下:

- (a) 处理:先后用纯水、乙醇对电极进行冲洗电极;并将电极在 70°C 、真空度不大于 200 Pa 下处理大于等于 2 小时;
- (b) 称重:进行 3 片电极初始质量的称量,精度为 0.1 mg;
- (c) 超声处理:将电极平躺置于盛有 200 mL 纯水的 250 mL 玻璃烧杯容器内(本标准中除另有规定外,玻璃烧杯应符合 GB/T 15724 中 250 mL 标称容量的规格),将烧杯置于超声仪最中间位置并固

定，超声仪中加入水至内槽液面高度为50 mm，然后在温度为30℃±1℃条件下处理60分钟。超声剥落率测试系统如图1所示。

- (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终止质量的称重；
- (e) 按照以上步骤先后处理3片电极，并记录电极的初始质量和终止质量。

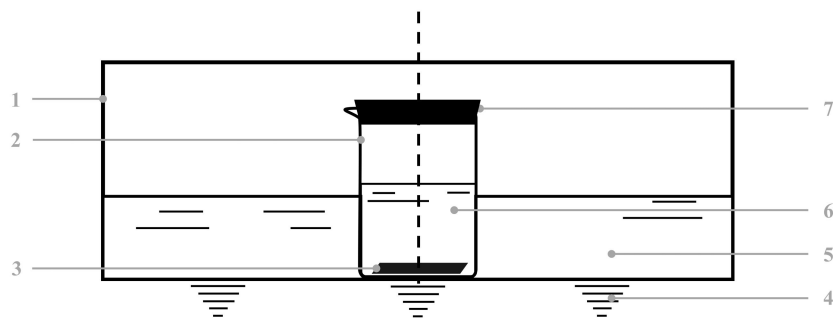


图 1 超声剥落率测试系统示意图

- | | | |
|----------|-------------|--------|
| 1—超声仪 | 2—250 ml 烧杯 | 3—测试电极 |
| 4—超声波换能器 | 5—水 | 6—测试溶液 |
| 7—塞子 | | |

5.7 数据处理

按公式（1）计算测试电极的超声剥落率：

$$M\% = \frac{\sum_1^3 (|M0-M1|/M0 \times 100\%)}{3} \quad (1)$$

式中：

- M0——初始质量，单位为毫克（mg）；
- M1——终止质量，单位为毫克（mg）；
- M%——超声剥落率。

6 过电位测试

6.1 测试原理

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极电位，用工作电极电位与理论电极电位之差计算电极的过电位。

6.2 测试溶液

测试溶液为 200 mL 的 1 mol/L 的 KOH 溶液，配制溶液用氢氧化钾符合 GB/T 2306 规定的质量，配制用纯水按 5.2。

6.3 测试设备

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，示意图如图 2 所示。

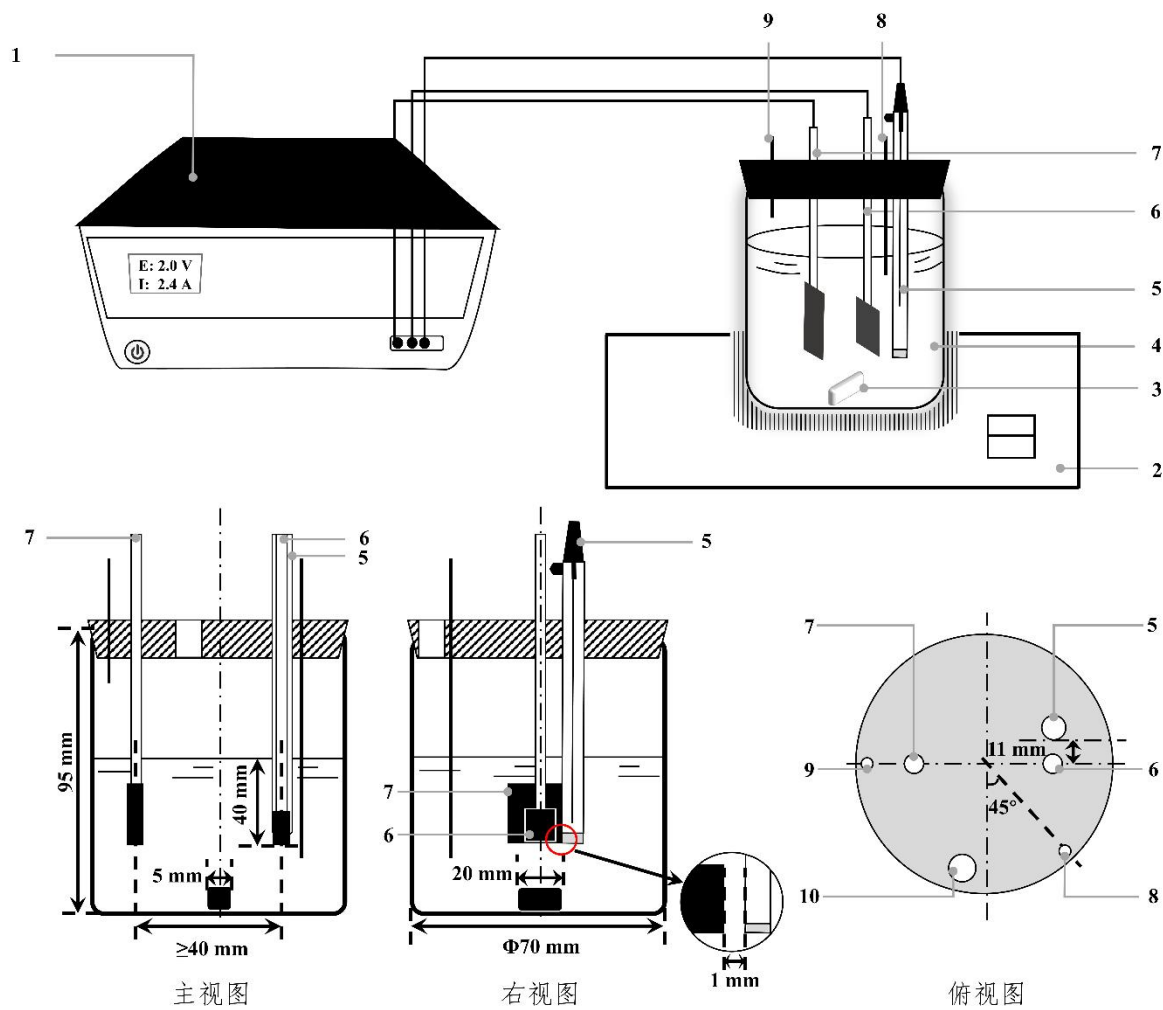


图 2 三电极性能测试系统示意图

- | | | |
|------------|---------|-------------|
| 1—电化学性能测试仪 | 2—恒温加热锅 | 3—搅拌磁子 |
| 4—电解池 | 5—参比电极 | 6—工作电极或测试电极 |
| 7—辅助电极 | 8—进气口 | 9—排气口 |

6.3.2 电化学性能测试仪

电化学性能测试仪电流量程为不小于 2 A、电流精度为 $\pm 0.1\%$ FS；电压量程为 10 V~ -10 V，精度为 $\pm 0.025\%$ FS。

6.3.3 电解池

电解池应带有电极、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 250 mL。

6.3.4 恒温加热锅

恒温加热锅应具有转速为 0 rpm~300 rpm 的磁力搅拌功能，恒温范围为：室温至 $100^{\circ}\text{C}\pm 0.1^{\circ}\text{C}$ 。

6.4 测试电极

测试电极形状为带极耳的正方形，极耳部分尺寸为 $5\text{ mm}\times 5\text{ mm}$ ，测试部分尺寸为 $20\text{ mm}\times 20\text{ mm}$ ；测试电极按 5.4.1 所述要求进行制备；测试电极与导线连接后绝缘封装。测试电极示意图如图 3 所示。

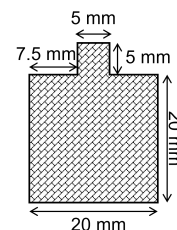


图 3 典型测试电极规格、尺寸

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 辅助电极

辅助电极采用纯镍电极，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

电极过电位在测试溶液恒温、充气、搅拌条件下测试：

- (a) 测试溶液温度控制为 $25^{\circ}\text{C}\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ ；
- (b) 测试溶液充氢气/氧气^[注]饱和，本文中除另有规定外，所用氧气和氢气应分别符合 GB/T 14599 和 GB/T 3634.2 中的高纯氧和高纯氢技术要求；
- (c) 搅拌测试溶液，转速：150 rpm。

注：测量析氢电极时，通氢气；测量析氧电极时，通氧气；

6.8 测试步骤

- (a) 安装三电极测试系统：调整电极位置：辅助电极正对测试电极工作面摆放，距离不小于 4 cm；参比电极端头或盐桥端头置于与测试电极平面平行的 1 mm 处。
- (b) 开启溶液电阻测量功能，测量测试电极和参比电极之间的溶液电阻。
- (c) 测量工作电极的开路电位，持续时间不低于 10min，确保电位波动稳定在 5 mV/min。
- (d) 测试参数设置：
 - 电流密度：100、1000 A/m² 或 -100、-1000 A/m²；
 - 测试时间：60min；
 - 采样频率：0.2 Hz~1 Hz。
- (e) 电极电位-时间曲线测量：开启电位-时间测量功能，在一定电流密度下测量电极电位随时间变化曲线 60min，记录测试电极的电位，采用 50min~60min 之间的电位平均值为该电流

密度下的工作电位。

6.9 数据处理

过电位按公式（2）计算：

$$\eta = |E_{comp} - E^0| \times 1000 \quad (2)$$

式中：

η ——过电位^注，单位为毫伏特（mV）；

E_{comp} ——经电阻补偿后的工作电位（vs. RHE^注），单位为伏特（V）；

E^0 ——理论电极电位（vs. RHE），单位为伏特（V）。

注：过电位应注明工作电流密度。

注：RHE 为可逆氢电极。

7 正反极化稳定性测试

7.1 测试原理

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），或析氢阴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（反极化）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，周期性运行 1000 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，以所得差值表征为正反极化稳定性。

7.2 测试溶液

测试溶液为 200 mL 的质量分数为 30% 的 KOH 溶液，配制溶液用氢氧化钾符合 GB/T 2306 规定的质量，配制用纯水按 5.2。长时间测试时，应保持 KOH 溶液比重一致。

7.3 测试设备

7.3.1 测试装置

正反极化稳定性的测试装置采用三电极测试系统，按 6.3.1 规定进行组装；二电极测试系统在三电极测试系统上去除参比电极。

7.3.2 电化学性能测试仪、电解池、恒温加热锅

电化学性能测试仪、电解池、恒温加热锅分别按 6.3.2、6.3.3、6.3.4 所述要求。

7.4 测试电极和辅助电极

测试电极和辅助电极分别按 6.4、6.6 所述要求。

7.5 测试条件

正反极化前后的过电位测试采用的三电极测试系统按 6.7；正反极化测试用的二电极测试系统规定：

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/148120135121006115>