



中华人民共和国国家标准

GB/T 20042.3—2009

质子交换膜燃料电池 第3部分：质子交换膜测试方法

Proton exchange membrane fuel cell—
Part 3: Test method for proton exchange membrane

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3部分。

本部分的附录 A 和附录 B 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：钟和香、张华民、王美日、张黛、邱艳玲、衣宝廉。

本部分为首次发布。

质子交换膜燃料电池

第3部分：质子交换膜测试方法

1 范围

GB/T 20042 的本部分规定了质子交换膜燃料电池用质子交换膜测试方法的术语和定义、厚度均匀性测试、质子传导率测试、离子交换当量测试、透气率测试、拉伸性能测试、溶胀率测试和吸水率测试等。

本部分适用于各种类型的质子交换膜。

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 1040.3—2006 塑料 拉伸性能的测定 第3部分:薄膜和薄片的试验条件(ISO 527-3:1995, IDT)

GB/T 1462—2005 纤维增强塑料吸水性试验方法

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 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。

3.1

质子传导率 proton conductivity

膜传导质子的能力,是电阻率的倒数,用 S/cm 来表示。

注:是衡量膜的质子导通能力的一项电化学指标,它反映了质子在膜内迁移速度的大小。

3.2

离子交换当量(EW) equivalent weight (EW)

每摩尔离子基团所含干膜的质量,单位为 g/mol。

注:它与表示离子交换能力大小的离子交换容量 IEC(Ion Exchange Capacity)成倒数关系,体现了质子交换膜内的酸浓度。

3.3

拉伸强度 tensile strength

在给定温度、湿度和拉伸速度下,在标准膜试样上施加拉伸力,试样断裂前所承受的最大拉伸力与膜厚度及宽度的比值,单位为 MPa。

3.4

吸水率 water uptake

在给定温度和湿度下单位质量干膜的吸水量,单位为质量百分比(wt%)。

3.5

溶胀率 swelling rate

在给定温度和湿度下相对于干膜在横向、纵向和厚度方向的尺寸变化,单位为%。

4 厚度均匀性测试

参照 GB/T 6672—2001 中的方法进行测试。

4.1 测试仪器

4.1.1 测厚仪:精度为 0.1 μm,用于测试厚度为 10 μm~200 μm 的膜厚度。

4.1.2 卡尺:精度为 0.01 mm,用于测试膜的长度和宽度。

4.2 样品制备

样品可以为正方形或圆形,有效面积至少为 100 cm²。

样品应无折皱、缺陷和破损。

4.3 测试方法

4.3.1 样品在温度为 25 °C±2 °C,相对湿度为 50%±5%条件下放置 12 h。

注:放置样品的恒温恒湿条件也可由供需双方协商确定。

4.3.2 每次测量前应校准测厚仪的零点,且在每个试样测量后应重新检查其零点。

4.3.3 测量时将测量头平缓放下,避免样品变形。测试过程测试头施加在样品表面的强度在 0.7 N/cm²~2 N/cm² 之间选取。

注:测试过程测试头施加在样品表面的强度为 1.75 N/cm² 时,Dupont 公司 NRE212 膜测试厚度为 53.5 μm。

4.3.4 在温度为 25 °C±2 °C,相对湿度为 50%±5%的恒温恒湿环境中进行测试。每 100 cm² 样品的测试点不少于 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相对厚度偏差表示。

4.4.1 最大值与最小值之差按公式(1)计算:

Δd = d_{max} - d_{min}(1)

式中:

Δd——膜的厚度最大值和最小值之差,单位为微米(μm);

d_{max}——膜的厚度最大值,单位为微米(μm);

d_{min}——膜的厚度最小值,单位为微米(μm)。

4.4.2 平均厚度按公式(2)计算

d = Σ d_i / n(2)

式中:

d——膜的平均厚度,单位为微米(μm);

d_i——某一点膜的厚度测量值,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(3)计算:

S = (d_i - d) / d × 100%(3)

式中:

S——膜的相对厚度偏差;

d_i——某一点膜的厚度测量值,单位为微米(μm);

d——膜的平均厚度,单位为微米(μm)。

取 3 个样品为一组,计算出平均值作为试验结果。

5 质子传导率测试

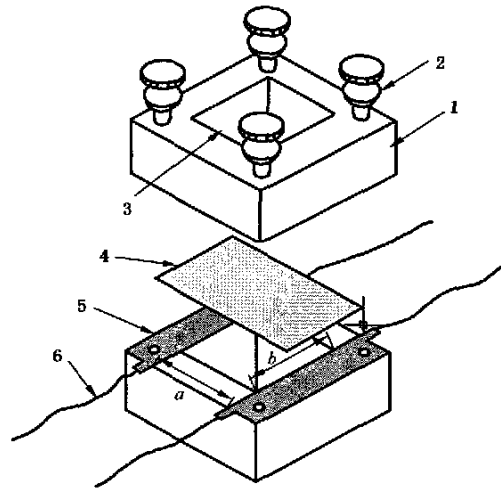
5.1 测试仪器

5.1.1 测厚仪:精度不低于 0.1 μm,用于测试厚度为 10 μm~200 μm 的膜厚度。

5.1.2 卡尺:精度不低于0.01 mm,用于测试膜的 lengths 和宽度。

5.1.3 电化学阻抗测试仪:阻抗频率范围为 $(1\sim 5\times 10^6)$ Hz,扰动电压为10 mV。

5.1.4 电导率测量池,见图1。膜样品两侧各放置一聚砜绝缘框作为端板,端板上开有一个方孔 $(2\text{ cm}\times 2\text{ cm})$,作为膜的有效测试面积,并可以使置于其中的膜与环境的温度、湿度保持一致;在一侧端板内侧放置一块相同尺寸的不导电的塑料薄膜,作为样品的支撑物。并在该端板的两端镶嵌一个镀金薄片和镀金电极导线,作为导电材料,与电化学阻抗测试仪连接。



- 1—聚砜绝缘框;
- 2—螺杆;
- 3—平衡开放区;
- 4—膜样品;
- 5—镀金薄片;
- 6—镀金电极导线。

图1 电导率测量池示意图

5.2 样品制备

截取一定尺寸的膜作为样品,在温度为 $25\text{ }^\circ\text{C}\pm 2\text{ }^\circ\text{C}$,相对湿度为 $50\%\pm 5\%$ 的恒温恒湿条件下放置4 h。

5.3 测试方法

5.3.1 在 $25\text{ }^\circ\text{C}\pm 2\text{ }^\circ\text{C}$,相对湿度为 $50\%\pm 5\%$ 的恒温恒湿条件下,利用测厚仪测量样品的厚度,取三点的平均值为计算厚度 d 的值。

5.3.2 将样品固定在图1所示的电导率测量池中,并用扭矩扳手以 $3\text{ N}\cdot\text{m}$ 的扭矩将螺栓拧紧。然后将电导率测量池置于温度为 $25\text{ }^\circ\text{C}\pm 2\text{ }^\circ\text{C}$,相对湿度为 $50\%\pm 5\%$ 的恒温恒湿环境中。在频率范围为 $(1\sim 2\times 10^6)$ Hz、扰动电压10 mV条件下用电化学阻抗测试仪测得样品的阻抗谱图。

5.4 数据处理

在测得的阻抗谱图中,从谱线的高频部分与实轴的交点读取样品的阻抗值 (R) ,根据公式(4)计算出样品的质子传导率。

$$\sigma = a / (R \times b \times d) \dots\dots\dots(4)$$

式中:

σ ——样品的质子传导率,单位为西门子每厘米(S/cm);

a ——两电极间距离,单位为厘米(cm);

- R——样品的测量阻抗,单位为欧(Ω);
- b——与电极垂直方向的膜的有效长度,单位为厘米(cm);
- d——样品的厚度,单位为厘米(cm)。

取 3 个样品为一组,计算出平均值作为试验结果。

6 离子交换当量(EW)测试

6.1 仪器与设备

- 6.1.1 分析天平:精度为 0.1 mg。
- 6.1.2 自动电位滴定仪:pH 值精度不低于 0.1。

6.2 样品准备

取质量不低于 0.5 g 的样品,剪碎后将其置于真空度为 0.1 MPa、温度为 80 °C 的真空烘箱内干燥 8 h。

6.3 测试方法

- 6.3.1 从烘箱中取出后,迅速用分析天平称量干膜的质量 W。
- 6.3.2 将样品放入密封的、装有饱和氯化钠溶液的试剂瓶中搅拌 24 h。
- 6.3.3 用一定浓度(C_{NaOH})的 NaOH 溶液利用自动电位滴定仪滴定至中性,记录消耗的 NaOH 溶液的体积 V_{NaOH} 。

6.4 数据处理

根据公式(5)计算出膜的 EW 值:

$$EW = W / (V_{NaOH} \times C_{NaOH}) \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- EW——膜的离子交换当量,单位为克每摩尔(g/mol);
- W——干质子交换膜的质量,单位为克(g);
- V_{NaOH} ——NaOH 溶液的体积,单位为升(L);
- C_{NaOH} ——NaOH 溶液的摩尔浓度,单位为摩尔每升(mol/L)。

取 3 个样品为一组,计算出平均值作为试验结果。

7 透气率测试

7.1 测试仪器

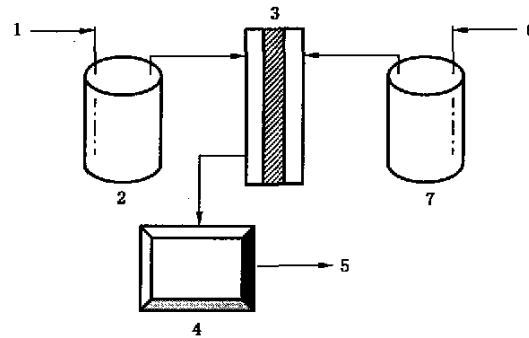
- 7.1.1 气相色谱仪:检测最低限 $\geq 100(10^{-6} \text{ m}^3/\text{m}^3)$ 。
- 7.1.2 渗透池。
- 7.1.3 透气率测试装置。

7.2 样品制备

- 7.2.1 按渗透池要求截取一定尺寸的方形或圆形送试材料作为样品。
- 7.2.2 样品数应满足 3 次有效试验的要求。样品应无折皱、缺陷和破损。

7.3 测试方法

- 7.3.1 将样品夹在两块均具有气体进口和出口的不锈钢夹具之间,将其密封,使两侧形成气室,作为试验渗透池。
- 7.3.2 将渗透池按照图 2 所示的试验装置示意图安装在试验装置上。
- 7.3.3 分别在气室的两侧通入温度为 25 °C \pm 2 °C,相对湿度为 50% \pm 5%,压力为 0.05 MPa 的氧气或氢气和惰性气体,使气室两侧的压力保持平衡。
- 7.3.4 在测试所要求的温度、湿度和压力下稳定至少 2 h,将惰性气体的出口通入气相色谱仪检测被测气体的渗透量。



- 1——氩气/氮气;
- 2——增湿罐;
- 3——渗透池;
- 4——气相色谱;
- 5——尾气;
- 6——氧气/氢气;
- 7——增湿罐。

注：增湿罐主要用于增湿氧气/氢气和惰性气体，以控制膜的相对湿度；将膜样品夹在具有气体进口和出口的两块不锈钢板夹具之间，将其密封，使两侧形成气室作为渗透池。流经增湿罐增湿的氧气/氢气和惰性气体进入渗透池在膜的两侧流动，从而可以维持膜两侧的压力保持平衡。两侧的压力平衡主要是通过两侧精密压力表来控制。被测气体渗透的推动力是膜两侧的气体分压，这样从渗透池流出的惰性气体中就含有从膜的另一侧渗透过来的被测气体；气相色谱仪用于检测渗透池出口被测气体的浓度。测试在恒温恒湿条件下进行。

图 2 质子交换膜的气体透气率测量装置示意图

7.4 数据处理

透气率用公式(6)计算：

$$C = q/S \dots\dots\dots(6)$$

式中：

- C——质子交换膜单位时间、单位面积的透气率，单位为立方厘米每平方厘米每分钟 (cm³/cm²·min)；
- q——单位时间的气体渗透量，单位为立方厘米每分钟 (cm³/min)；
- S——渗透有效测试面积，单位为平方厘米 (cm²)。

8 拉伸性能测试

参照 GB/T 1040.3—2006 中的方法进行测试。

8.1 仪器与设备

8.1.1 试验机

任何能满足本部分试验要求的试验机均可。

8.1.2 试验夹具

试验夹具不应引起试样在夹具处断裂。施加负荷时，应满足试样的纵轴与通过夹具中心线的拉伸方向重合。

8.1.3 测厚仪和卡尺

8.1.3.1 测厚仪：精度不低于 0.1 μm，用于测试厚度为 10 μm~200 μm 的膜厚度。

8.1.3.2 卡尺：精度不低于 0.01 mm，用于测试膜的长度和宽度。

8.2 样品制备

8.2.1 样品应沿送试材料长度(x 向)和宽度(y 向)双向分别等间隔裁取，按 GB/T 1040.3—2006 裁成

一定尺寸的哑铃或长条形状。样品边缘应平滑无缺口,可用低倍放大镜检查缺口,舍去边缘有缺陷的样品。

8.2.2 样品按每个试验方向为一组,每组样品数应满足3次有效试验的要求。

8.2.3 按样品尺寸要求准确打印或画出标线。此标线应对样品不产生任何影响。

8.2.4 样品应在温度为25℃±2℃,相对湿度为50%±5%的恒温恒湿条件下,放置时间至少4h。放置条件也可由相关双方商定。

8.3 测试方法

8.3.1 在温度为25℃±2℃,相对湿度为50%±5%的恒温恒湿条件下,测量样品厚度。每个样品的厚度及宽度应在标距内测量三点,取其平均值。厚度测量精确度为±0.2%,宽度测量精确度为±0.5%。

8.3.2 将样品置于试验夹具中,使样品纵轴与上、下夹具中心连线相重合,并将其夹紧。气动夹具的压力值在0.3MPa~0.7MPa范围内选取。

8.3.3 试验机的拉伸速度在50mm/min~200mm/min范围内选取。

8.3.4 样品断裂后,读取相应的负荷值。若样品断裂在标线外的部位时,该次试验无效。

注:在温度为25℃±2℃,相对湿度为50%±5%的条件下,气动夹具的压力值为0.4MPa,拉伸速度为50mm/min时,Dupont公司NRE212膜测试拉伸强度为32.5MPa。

8.4 数据处理

根据测出的拉伸曲线读取所需负荷及相应的膜厚度、宽度,根据公式(7)计算出膜的最大拉伸强度。

σ = p / (b × d) (7)

式中:

σ——膜的最大拉伸强度,单位为兆帕(MPa);

p——最大负荷,单位为牛(N);

b——试样宽度,单位为毫米(mm);

d——试样厚度,单位为毫米(mm)。

取3个样品为一组,计算出平均值作为试验结果。

9 溶胀率测试

9.1 测试仪器

9.1.1 测厚仪:精度不低于0.1μm,用于测试厚度为10μm~200μm的膜厚度。

9.1.2 卡尺:精度不低于0.01mm,用于测试膜的长度和宽度。

9.1.3 恒温水浴:温度控制精度为±0.2℃。

9.2 样品制备

9.2.1 截取一定尺寸的方形或圆形送试材料作为样品。

9.2.2 样品数量至少为3个,应无折皱、缺陷和破损。

9.3 测试方法

9.3.1 用卡尺测量样品的初始长度和宽度,用测厚仪测试样品的厚度。

9.3.2 将样品放入温度分别是25℃±2℃和沸水温度100℃±2℃恒温水浴中,保持时间至少为30min。

9.3.3 将样品平稳地从恒温水浴中取出,将其平铺于测量平台,并迅速测量其尺寸。

9.4 数据处理

样品的溶胀率可以取线性的变化率、面积的变化率或体积的变化率表示。

分别由公式(8)~(10)计算:

ΔL = (L1 - L0) / L0 × 100% (8)

式中:

ΔL ——线性的变化率,单位为%;

L_1 ——样品在恒温水浴浸泡后的尺寸,单位为微米(μm);

L_0 ——样品的初始尺寸,单位为微米(μm)。

$$\Delta S = (S_1 - S_0) / S_0 \times 100\% \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中:

ΔS ——面积的变化率,单位为%;

S_1 ——样品在恒温水浴浸泡后的面积,单位为平方微米(μm^2);

S_0 ——样品的初始面积,单位为平方微米(μm^2)。

$$\Delta V = (V_1 - V_0) / V_0 \times 100\% \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中:

ΔV ——体积的变化率,单位为%;

V_1 ——样品在恒温水浴浸泡后的体积,单位为立方微米(μm^3);

V_0 ——样品的初始体积,单位为立方微米(μm^3)。

取3个样品为一组,计算出平均值作为试验结果。

若一组样品中任意两个样品间的溶胀率之差超过5%,则应查明原因重新测定。

10 吸水率测试

参照 GB/T 1462—2005 规定的方法。

10.1 概述

本部分规定了燃料电池用质子交换膜在规定尺寸、温度和浸水时间下吸水量的测定方法。

本部分规定的两种方法的浸水温度分别是 $25\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 和沸水温度 $100\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 。

10.2 测试仪器

10.2.1 分析天平:精度为 0.1 mg。

10.2.2 烘箱:能控制在 $80\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 或其他由双方商定的温度。

10.2.3 恒温水浴:温度控制精度为 $\pm 0.2\text{ }^\circ\text{C}$ 。

10.3 样品制备

10.3.1 截取一定尺寸的方形或圆形送试材料作为样品。

10.3.2 样品数量至少为 3 个,应无折皱、缺陷和破损。

10.4 测试方法

10.4.1 将样品置于 $80\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 的烘箱中干燥 24 h,移至干燥器中冷却至室温后,用分析天平称取样品的初始质量 W_0 。

10.4.2 将样品放入给定温度的恒温水浴中,保持时间至少为 24 h。

10.4.3 将样品从恒温水浴中取出,将其表面用滤纸吸干,并迅速测量其质量 W_1 。

10.5 数据处理

由公式(11)计算:

$$\Delta W = (W_1 - W_0) / W_0 \times 100\% \quad \dots\dots\dots (11)$$

式中:

ΔW ——吸水率,单位为%;

W_1 ——样品在恒温水浴浸泡后的质量,单位为克(g);

W_0 ——样品的初始质量,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。

若一组样品中任意两个样品间的吸水率之差超过5%,则应查明原因重新测定。

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) 每次测试的结果以及结果的平均值;
- f) 试验日期、人员。

标题页应包括以下内容:

- 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 报告类型**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。
-