

ICS 27.070
CCS K 82



团 体 标 准

T/CI 1159—2025

燃料电池金属双极板表面涂层技术测试

Testing of surface coating technology for metallic bipolar plates of fuel cells

2025-09-01 发布

2025-09-01 实施

中国国际科技促进会 发布
中国标准出版社 出版

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 涂层缺陷测试	2
4.1 测试仪器	2
4.2 样品准备	2
4.3 测试方法	2
4.4 判定标准	2
5 涂层亲疏水快速测试	3
5.1 测试仪器	3
5.2 样品准备	3
5.3 测试方法	3
5.4 判定标准	3
6 涂层成分与厚度测试	3
6.1 测试仪器	3
6.2 样品准备	4
6.3 测试方法	4
6.4 数据处理	5
6.5 判定标准	5
7 涂层接触电阻测试	5
7.1 测试仪器	5
7.2 样品准备	5
7.3 测试方法	6
7.4 数据处理	6
7.5 判定标准	7
8 涂层耐蚀性测试(80℃)	7
8.1 测试仪器	7
8.2 测试环境	8
8.3 样品准备	8
8.4 测试方法	8
8.5 数据处理	9
8.6 判定标准	9
9 涂层耐蚀性测试(95℃)	10

9.1	测试仪器	10
9.2	测试环境	10
9.3	样品准备	10
9.4	测试方法	10
9.5	数据处理	10
9.6	判定标准	10
10	析出离子成分与含量测试	10
10.1	测试仪器	10
10.2	样品准备	10
10.3	测试方法	11
10.4	判定标准	11
11	涂层结合力测试	11
11.1	测试仪器	11
11.2	样品准备	11
11.3	测试方法	11
11.4	判定标准	12
12	涂层接触角测试	12
12.1	测试仪器	12
12.2	样品准备	12
12.3	测试方法	13
12.4	数据处理	13
13	涂层粗糙度测试	13
13.1	测试仪器	13
13.2	样品准备	13
13.3	测试方法	14
13.4	数据处理	14
13.5	判定标准	14
14	涂层寿命测试	14
14.1	测试仪器	14
14.2	样品准备	14
14.3	测试方法	14
14.4	数据处理	15
	参考文献	16

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。

本文件由深圳市氢瑞燃料电池科技有限公司提出。

本文件由中国国际科技促进会归口。

本文件起草单位：深圳市氢瑞燃料电池科技有限公司、苏州东风精冲工程有限公司、艾瑞森表面技术(苏州)股份有限公司、昆山施宝得精密模具有限公司、星氢源(上海)科技有限公司、金源(山东)新能源科技发展有限公司、西安交通大学、上海电气集团股份有限公司中央研究院、上海治臻新能源股份有限公司、中车工业研究院有限公司、哈尔滨科汇涂层技术有限公司、哈尔滨工程大学、烟台先进材料与绿色制造山东省实验室、苏州云帆氢能科技有限公司、宁波米菱智能科技有限公司、深圳市千懿氢能有限责任公司、北京宏研经发工程咨询有限公司。

本文件主要起草人：唐向春、但文涛、帅小锋、王俭华、王婷、赵培振、宋忠孝、唐道远、毕飞飞、薛龙昌、刘涛、刘瑞良、姜金龙、陈晓燕、荆少华、徐虹、王澜涛、谢铭丰、毛昌海、陆祖明、陈福平、姜天豪、周歌、吕晓玲、祖全先、李建锋。

燃料电池金属双极板表面涂层技术测试

1 范围

本文件规定了燃料电池金属双极板表面涂层的缺陷、亲疏水、成分与厚度、接触电阻、耐蚀性、析出离子成分与含量、结合力、接触角、粗糙度及寿命测试。

本文件用于燃料电池金属双极板表面石墨基涂层测试且适用于以下范围：

- a) 质子交换膜燃料电池金属极板涂层的测试方法及性能评价用；
- b) 金属极板涂层制造的质量管控用；
- c) 金属极板基材包括但不限于316L不锈钢、304不锈钢、TA1纯钛等。

其他贵金属、非贵金属、聚合物及复合涂层的测试与评价适当参考，燃料电池金属单极板的表面涂层测试参照执行。

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 230.2—2022 金属材料 洛氏硬度试验 第2部分：硬度计及压头的检验与校准
 GB/T 20042.1 质子交换膜燃料电池 第1部分：术语
 GB/T 20042.6 质子交换膜燃料电池 第6部分：双极板特性测试方法
 GB/T 28816 燃料电池 术语
 GB/T 30902 无机化工产品 杂质元素的测定 电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)
 GB/T 31563—2015 金属覆盖层 厚度测量 扫描电镜法

3 术语和定义

GB/T 20042.1、GB/T 20042.6、GB/T 28816界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

金属单极板 **metallic monopolar plate**

由金属材料制作的用于质子交换膜燃料电池的阴极板或阳极板。

3.2

金属双极板 **metallic bipolar plate**

电池堆中隔离单电池的导电板，作为电流集流体，并为电极或膜电极组件提供机械支撑。

注1：本文件中“金属双极板”简称为“双极板”。

注2：双极板通常在其两侧有为反应物分布（燃料和氧化剂）和生成物排出的流场，也可能包含传热通道。双极板提供了一个物理屏障，以避免氧化剂、燃料和冷却剂的混合。双极板也称为双极隔离板。

3.3

开路电位 **open circuit potential**

燃料电池中有燃料和氧化剂但没有外部电流流动时的端电压。

3.4

腐蚀电位 corrosion potential

燃料电池金属极板能发生腐蚀反应的电位。

注：单位为伏特(V)。

3.5

腐蚀电流密度 corrosion current density

单位面积的双极板或单极板在模拟燃料电池运行环境中,在腐蚀电位下由于电化学作用引起的破坏产生的电流值。

注1：腐蚀电流密度值反映了极板或极板材料腐蚀速率的快慢,是表征极板或极板材料及部件在模拟燃料电池运行环境下耐腐蚀性能的物理量。

注2：单位为微安每平方米($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)。

3.6

接触电阻 interfacial contact resistance

两种材料之间的接触部分产生的电阻。

注：单位为毫欧平方厘米($\text{m}\Omega\cdot\text{cm}^2$)。

3.7

水接触角 water contact angle

燃料电池极板表面气液界面切线与固液界面的夹角 θ 。

3.8

涂层结合力 coating adhesion force

燃料电池极板表面涂层与极板基材的结合强度。

4 涂层缺陷测试

4.1 测试仪器

LED灯,白光强度800 lx~1 200 lx。

4.2 样品准备

4.2.1 覆有涂层的金属极板。

4.2.2 样品表面应洁净,无油污、水气和污渍。

4.3 测试方法

4.3.1 打开LED白光灯,手持样品极板,使其置于光照下。

4.3.2 检视角与桌面成 45° ,上下左右转动 45° ,人眼与被检测极板表面的距离100 mm~300 mm,灯源与被检测极板表面的距离为100 mm~200 mm,观察其样品表面。

4.4 判定标准

符合以下标准的判定为合格,否则为不合格:

- a) 排除基材本身的缺陷,涂层表面无肉眼可见的异色、划伤、蹭伤、压伤、锈点及掉膜等缺陷;
- b) 排除基材本身的缺陷,镀膜后的极板表面无肉眼可见的形变、凹凸点等缺陷;
- c) 金属极板整体表面涂层应色泽一致,无明显色差,但极板装夹区除外。

5 涂层亲疏水快速测试

5.1 测试仪器

达因测试笔(40#)。

注：达因测试笔(又称表面张力测试笔、电晕笔、塑料薄膜表面张力检测笔等)是一种用于快速检测材料表面达因值(即表面张力系数,单位为dyne/cm或mN/m)的专业工具。

5.2 样品准备

5.2.1 样品为平板、单极板、双极板。

5.2.2 样品表面应洁净,无油污、水气和污渍。

5.2.3 样品数量为5个,保证得到3个有效数值,应无褶皱、划痕和破损。

5.2.4 对于不同批次的样本,应分别抽样。

5.3 测试方法

5.3.1 选取40#达因笔,确认能正常使用,将样品测试面放置在整洁的水平台面上,被测试面朝上。

5.3.2 拧开达因笔盖帽,达因笔头部垂直于测试区域平面,施加适当的压力,在样品所需测试的区域(平板或流道极板密封区)快速涂画一条长度超过20mm的线段,达因笔在画线时应适当施加大一点的压力。

5.3.3 观察整条画线的达因液是否在3s内收缩。

5.4 判定标准

判定标准如图1所示,仅[见图1a)]所示达因液状态(完全不收缩)判定为合格;其余状态[图1b)]部分收缩,[见图1c)]完全收缩)为不合格。

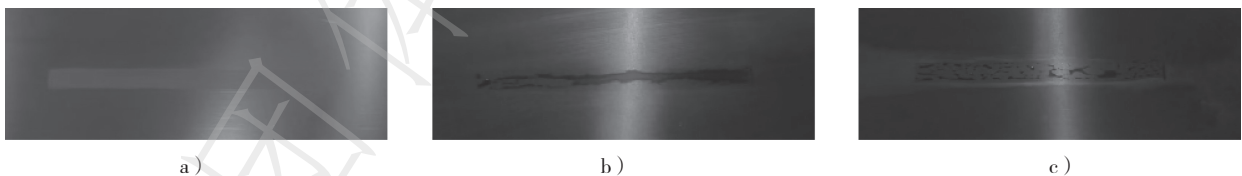


图1 涂层亲疏水快速判定示意图

6 涂层成分与厚度测试

6.1 测试仪器

测试仪器包含下列设备及工具:

- 金相显微镜,厚度测量不确定度在 $0.5\ \mu\text{m}$;
- 扫描电子显微镜(Scanning Electron Microscope, SEM),分辨率优于 $10\ \text{nm}$;
- 电子探针显微分析仪(Electron Probe Microanalysis, EPMA),分辨率优于 $5\ \text{nm}$;
- 金相切割机;
- 砂轮机;

- 试样镶嵌机；
- 预磨机；
- 抛光机。

6.2 样品准备

- 6.2.1 对于阴极板和阳极板表面处理工艺不同的双极板,应分别裁取样品。
- 6.2.2 按照GB/T 31563—2015中第7章规定的方法制备样品。
- 6.2.3 对样品进行金相镶嵌,并对切割横截面进行研磨、抛光。
- 6.2.4 经处理后的横截面垂直于涂层表面。
- 6.2.5 表面平整,测量时涂层整个厚度在使用的放大倍数下可同时聚焦。
- 6.2.6 排除所有在切割或者制备横截面时形成的材料变形。
- 6.2.7 涂层横截面的边界要能够通过对比外观或有窄而明显的界线,明显区分。
- 6.2.8 样品表面应洁净,无油污、水气和污渍。
- 6.2.9 样品数量为5个,保证得到3个有效数值,应无褶皱、划痕和破损。
- 6.2.10 对于不同批次的样本,应分别抽样。

6.3 测试方法

6.3.1 厚度测试

根据涂层厚度、涂层界面分界线选择合适的测试方法:如果涂层厚度为微米级别,可采用金相显微镜对样品横断面进行形貌分析和初步的厚度测量;如果涂层厚度在亚微米至几十纳米级别,可采用扫描电子显微镜对样品横断面进行形貌分析和初步的厚度测量;如果金相显微镜和扫描电子显微镜初步测试得到极板基体和涂层界面的分界线不明显,可采用电子探针显微分析仪进行成分线扫描。

- a) 金相显微镜测量。
 - 1) 涂层厚度为微米级别,可以采用金相显微镜进行测量。
 - 2) 用验证或校准过的载物台测微计校准显微镜及其测量装置。
 - 3) 利用校正过的显微镜镜内标尺测量涂层横断面的宽度,在同一位置上,每次测量至少是3次读数的平均值;沿显微断面长度至少取五处位置进行测量;详细测量过程可参考GB/T 6462。
- b) 扫描电子显微镜测量。
 - 1) 涂层厚度为亚微米和数十纳米级,且极板基体界面与涂层界面清晰时,可以采用扫描电子显微镜进行测量。
 - 2) 最好在样品测试前对扫描电子显微镜进行校准,防止放大倍数随时间或设备参数调整带来的测量误差。
 - 3) 用样品涂层横断面清晰可见的边界线,制作带扫描电子显微镜标尺和试样图像的显微图片。
 - 4) 扫描涂层横断面微观图片,调入图像测量软件,获得涂层厚度数据。
 - 5) 沿显微断面长度至少取五处位置进行测量;详细测量过程可参考GB/T 31563—2015。
- c) 电子探针显微分析仪测量:
 - 1) 极板基体界面与涂层界面不清晰时,且涂层厚度小于50 nm时,可以采用电子探针显微分析仪进行测量(见图2);
 - 2) 选择极板基材主要元素成分(涂层不含该元素成分),对横断面靠近基体表层一定深度进行成分线扫描,获得试样材料成分随深度的变化曲线;

- 3) 或者选择涂层主要元素成分(极板基材不含该元素成分),对横断面靠近基体表层一定深度进行成分线扫描,获得试样材料成分随深度的变化曲线;
- 4) 通过元素成分阶梯变化曲线,将成分渐变开始到扫描结束定义为涂层的厚度值,沿显微断面长度至少取五处位置进行测量。

注:上述5处位置对应样品较均匀地分成5部分,其中至少包含一处样品边缘位置。

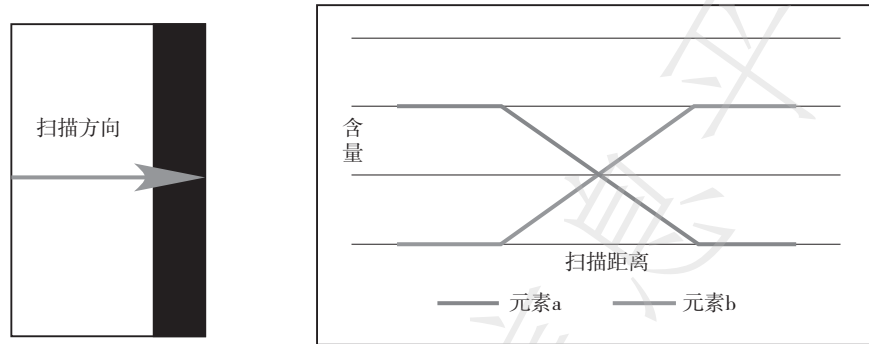


图2 采用EPMA成分线扫描测试涂层厚度示意图

6.3.2 成分测试

使用电子探针显微分析仪对涂层进行线扫描分析,获取涂层成分随深度的变化情况。

6.4 数据处理

涂层平均厚度按照公式(1)进行计算:

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

式中:

d ——涂层的平均厚度,单位为纳米(nm);

d_i ——涂层某一位置的测量厚度,单位为纳米(nm);

n ——涂层测量数量。

注:取3个有效样品为一组,计算出平均值作为试验结果。

6.5 判定标准

满足各区域厚度与设计值偏差小于5%,判定为合格,否则为不合格;而成分标准在此不做规定,但不应出现非预期的污染元素。

7 涂层接触电阻测试

7.1 测试仪器

仪器要求如下。

——低电阻测量仪:直流模式,精度为0.01 mΩ;加压装置精度满足0.5级要求。

——伺服电缸:定位精度±0.001 mm(<0.01 MPa)。

7.2 样品准备

7.2.1 样品形状为正方形(5 cm×5 cm),面积为25 cm²;样品形状和尺寸也可由测试双方协商决定。

- 7.2.2 样品表面应洁净,无油污、水气和污渍。
- 7.2.3 样品数量为5个,保证得到3个有效数值,应无褶皱、划痕和破损。
- 7.2.4 对于不同批次的极板材料,应分别抽样。

7.3 测试方法

- 7.3.1 用低电阻测量仪测试电阻值,测试电极为镀金的铜电极。镀金铜电极与导线之间的连接方式由测试双方协商决定,将低电阻测量仪对测试结果的影响降至最低。
- 7.3.2 测量时将样品两侧放置燃料电池气体扩散层用的1层碳纸作为支撑物,支撑碳纸需在每组实验后进行更换,在两个铜电极中依次压放1层碳纸—金属板—1层碳纸,将铜电极向下逐步移动到两层碳纸附近,再缓慢移动铜电极,直至铜电极与碳纸接触开始测试。
- 7.3.3 按图3所示将样品安装在测试装置上,测试过程中,压力每增加0.15 MPa记录一个电阻值,并在每次达到目标压强时保压3 s~5 s,1.45 MPa压力下的电阻值记录为 R_1 。测试压力范围一般为0.1 MPa~2.0 MPa,压力值也可由测试双方协商决定,可以参考燃料电池装配压力。
- 7.3.4 按照7.3.2相同方法,将1层全新碳纸放置在两个铜电极之间,1.45 MPa压力下的电阻值记录为 R_2 。

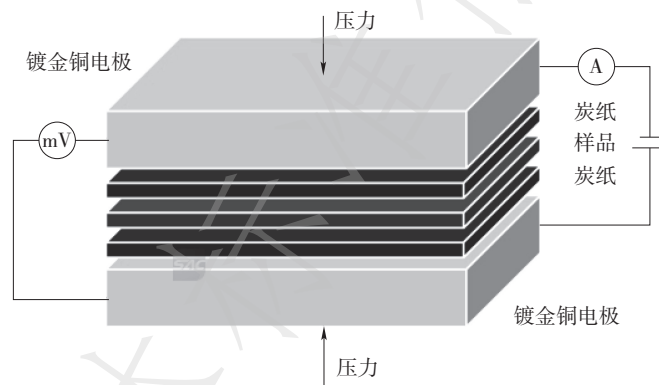


图3 接触电阻测试示意图

7.4 数据处理

以同一种碳纸为空白对照,对样品进行接触电阻测试,记录相同压力下的测试电阻 R_1 和 R_2 ,接触电阻计算方法如公式(2)所示:

$$R = (R_1 - R_2 - R_{BP} - R_{CP}) \times S / 2 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- R —— 样品与碳纸之间的接触电阻,单位为毫欧平方厘米($m\Omega \cdot cm^2$);
- R_1 —— 两层碳纸中间放置样品与镀金铜电极接触时的测试电阻,单位为毫欧($m\Omega$);
- R_2 —— 单层碳纸与镀金铜电极接触时的测试电阻,单位为毫欧($m\Omega$);
- R_{BP} —— 样品的本体电阻,单位为毫欧($m\Omega$);
- R_{CP} —— 碳纸的本体电阻,单位为毫欧($m\Omega$);
- S —— 样品与碳纸有直接接触部位的几何面积,单位为平方厘米(cm^2)。

- 注1: 因样品及碳纸本体电阻相对 R_1 ,数值比较小,因而忽略不计。
- 注2: R_1 和 R_2 取1.45 MPa压力下对应的电阻值。
- 注3: 样品若为流道极板, S 需考虑极板开孔率影响,一般情况下,开孔率取0.5。
- 注4: 每次测试注明所用气体扩散层厂家及型号。
- 注5: 取3个有效样品为1组,计算出平均值作为试验结果,保留2位小数。

7.5 判定标准

满足表1标准的判定为合格,否则为不合格。

表1 涂层接触电阻判定标准

样品	初始接触电阻 ($\text{m}\Omega\cdot\text{cm}^2$)@1.45 MPa	恒电位 1 ^a 后接触电阻 ($\text{m}\Omega\cdot\text{cm}^2$)@1.45 MPa	恒电位 2 ^b 后接触电阻 ($\text{m}\Omega\cdot\text{cm}^2$)@1.45 MPa
平板单板	<2.5	<4	<6
流场单板板	<3	<5	<8
焊接流场双极板	<5	<7	<10
^a 0.644 V(v.s Ag/AgCl)@24 h。 ^b 1.404 V(v.s Ag/AgCl)@10 h。			

8 涂层耐蚀性测试(80℃)

8.1 测试仪器

仪器要求如下:

- 电化学恒电位测试仪;
- 电化学测试池:测试池容量至少 300 mL,用于盛放电解质溶液,材料为耐腐蚀性玻璃或塑料等;
- 恒温水浴锅。

注1: 包含参比电极、辅助电极和工作电极。工作电极与辅助电极形成回路,用来监测回路中的电流的变化;工作电极与参比电极形成回路,用来检测工作电极与参比电极的电位差变化。

注2: 三电极体系示意图如图4所示,电解质溶液容量为测试池容量的2/3。测试池侧面留有开口a,测试时用于放置样品作为工作电极,利用样品对开口a进行密封,样品与电解质溶液接触侧的有效面积至少为1 cm²,或由测试双方协商决定。测试池上部设有五个开口:开口b用于放置与参比电极相连的盐桥、开口c用于放置通气管、开口d用于放置出气管、开口e用于放置辅助电极、开口f用于置换溶液,开口a、b、e呈一字排布。辅助电极正对工作电极表面,间距8 cm~10 cm。通气管远离侧壁,下端距离电极至少5 cm。盐桥为鲁金毛细管盛装饱和KCl琼脂溶液所构成的体系,毛细管下端放置在距离工作电极表面1 mm~3 mm处。参比电极与盐桥相连以减小液体界面电势,下端在电解质溶液液面以上至少5 mm处。测试池配备控温装置,控温偏差在±2℃以内,控温装置如需插入电解质溶液,则远离电极至少5 cm。

注3: Ag/AgCl电极作为参比电极(参比电极类型也可由测试双方协商决定,如Hg/Hg₂SO₄电极等),铂电极作为辅助电极,涂层极板为工作电极。

注4: 线性电位扫描范围根据所用参比电极类型进行相应换算。

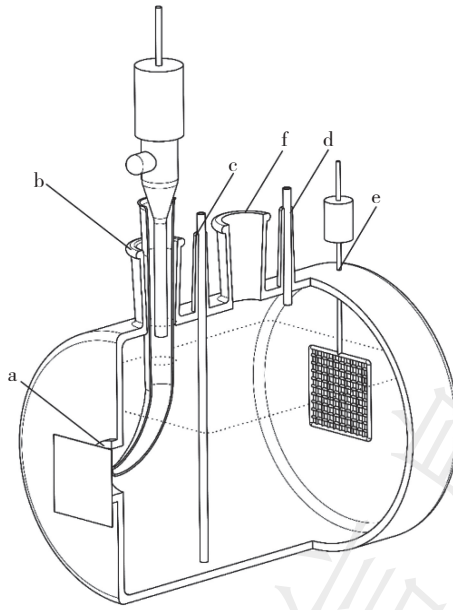


图4 测试池示意图

标引序号说明：

- a——工作电极安装口；
- b——参比电极安装口；
- c——进气管安装口；
- d——出气管安装口；
- e——辅助电极安装口；
- f——溶液置换及控温装置安装口。

8.2 测试环境

H_2SO_4 的pH值为3, HF的浓度为0.1 mg/L, 温度为80℃, 模拟阴极环境通入空气, 模拟阳极环境通入氢气, 流量为20 mL/min。

8.3 样品准备

- 8.3.1 裁取一定尺寸送试材料(平板样品、流场样本及随炉样本)作为样品, 保证样品有效面积至少为1 cm²; 样品形状和尺寸也可由测试双方协商决定。
- 8.3.2 用乙醇等溶剂清洗样品表面, 并在80℃氮气环境下干燥10 min。
- 8.3.3 将电极与样品表面连接, 除有效测试表面外, 其余表面予以绝缘密封。
- 8.3.4 样品表面应洁净, 无油污、水气和污渍。
- 8.3.5 样品数量为5个(保证得到3个有效值), 应无褶皱、划痕和破损。
- 8.3.6 对于不同批次的样品, 应分别抽样。

8.4 测试方法

8.4.1 开路电位测试(OCP)

在进行电化学测试时, 先测量试样的开路电压, 时间为60 min~120 min, 记录电压-时间曲线, 以确保样品表面达到稳定状态。稳定状态的判断方法为在测试最后2 min范围, 观察电压波动值是否超过5 mV, 若不超过5 mV, 认为已达到稳定状态; 若超过5 mV, 认为还未达到稳定状态, 需要进一步延长测试时间。

8.4.2 动电位测试

根据开路电位测试(OCP)结果,对样品进行线性电位扫描,扫描范围为 $-0.456\text{ V}\sim 1.444\text{ V}$ (vs. Ag/AgCl),扫描速度为 2 mV/s ,阴极通入空气,阳极通入氢气。对测得的线性电位扫描曲线进行塔菲尔(Tafel)拟合,塔菲尔直线的交点所对应的电流即为样品的腐蚀电流。

8.4.3 恒电位测试 1

每次都需使用新的样品,对样品施加一定电压,同时通入模拟气体,监测试样在不同时间下的电流变化,从而判断极板材料在长时间下的腐蚀性能。阴极施加 $+0.644\text{ V}$ (vs. Ag/AgCl),通入空气,流量为 20 mL/min 。测试时间保持至少 24 h ,实际时间也可由双方协商决定。

对测得的极化曲线进行数据处理,选取曲线最后 5 min 腐蚀电流的平均值为恒电位下的稳定腐蚀电流。

8.4.4 恒电位测试 2

每次都需使用新的样品,对样品施加一定电压,同时通入模拟气体,监测试样在不同时间下的电流变化,从而判断极板材料在长时间下的腐蚀性能。阴极施加 $+1.404\text{ V}$ (vs. Ag/AgCl),通入空气,流量为 20 mL/min 。测试时间保持至少 10 h ,实际时间也可由双方协商决定。

对测得的极化曲线进行数据处理,选取曲线最后 5 min 腐蚀电流的平均值为恒电位下的稳定腐蚀电流。

8.5 数据处理

腐蚀电流密度 I_{corr} 按照公式(3)进行计算:

$$I_{\text{corr}} = I/S \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

I_{corr} ——腐蚀电流密度,单位为微安每平方米($\mu\text{A}/\text{cm}^2$);

I ——腐蚀电流,单位为微安(μA);

S ——样品与溶液接触的测试面积,单位为平方厘米(cm^2)。

取3个有效样品为1组,计算出平均值作为试验结果,保留2位小数。

8.6 判定标准

符合表2标准的判定为合格,否则为不合格。

表2 耐蚀性判定标准($80\text{ }^\circ\text{C}$)

测试项目	溶液条件	电位条件	合格标准
动电位测试		扫描范围: $-0.456\text{ V}\sim 1.444\text{ V}$ (vs. Ag/AgCl) 扫描速度: 2 mV/s	1) $I_{\text{corr}} < 0.05\ \mu\text{A}/\text{cm}^2$ 2) $I_{0.6\text{V}} < 1.0\ \mu\text{A}/\text{cm}^2$ 3)表面无明显腐蚀
恒电位测试 1	溶液:pH值3 H_2SO_4 + 0.1 mg/L HF 温度: $80\text{ }^\circ\text{C}$	测试时间: 24 h 阴极电位: 0.644 V (vs. Ag/AgCl)	1) $I_{\text{稳定}} < 0.5\ \mu\text{A}/\text{cm}^2$ 2)无尖峰 3)表面无明显腐蚀
恒电位测试 2		测试时间: 10 h 阴极电位: 1.404 V (vs. Ag/AgCl)	1) $I_{\text{稳定}} < 30\ \mu\text{A}/\text{cm}^2$ 2)无尖峰 3)表面无明显腐蚀

9 涂层耐蚀性测试(95℃)

9.1 测试仪器

按照8.1规定的仪器进行试验。

9.2 测试环境

H₂SO₄的pH值为3, HF的浓度为0.1 mg/L, 温度为95℃, 通入空气(阴极), 流量为20 mL/min。

9.3 样品准备

按照8.3规定的样品制备方法进行制备。

9.4 测试方法

按照8.4规定的测试方法进行测试。

9.5 数据处理

按照8.5规定的数据处理方式进行处理。

9.6 判定标准

符合表3标准的判定为合格, 否则为不合格。

表3 耐蚀性判定标准(95℃)

测试项目	溶液条件	电位条件	合格标准
动电位测试	溶液:pH值3 H ₂ SO ₄ + 0.1 mg/L HF 温度:95℃	扫描范围: -0.456 V~1.444 V(vs.Ag/AgCl) 扫描速度:2 mV/s	1) $I_{corr}<0.1 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ 2) $I_{0.6V}<2.0 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ 3)表面无明显腐蚀
恒电位测试1		测试时间:24 h 阴极电位:0.644 V(vs.Ag/AgCl)	1) $I_{稳定}<1 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ 2)无尖峰 3)表面无明显腐蚀
恒电位测试2		测试时间:10 h 阴极电位:1.404 V(vs.Ag/AgCl)	1) $I_{稳定}<50 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ 2)无尖峰 3)表面无明显腐蚀

10 析出离子成分与含量测试

10.1 测试仪器

电感耦合等离子体发射光谱检测仪器。

10.2 样品准备

采集8.4.3和8.4.4测试项目完成后的溶液作为样本。

10.3 测试方法

按照 GB/T 30902 规定的方法测定待测溶液中的铁离子或钛离子含量。

10.4 判定标准

满足以下要求的判定为合格,否则为不合格:

- 极板基材为不锈钢,Fe 离子含量 <0.2 mg/L;
- 极板基材为钛,Ti 离子浓度 <0.1 mg/L。

11 涂层结合力测试

11.1 测试仪器

测试仪器包含下列设备和工具:

- 划格器;
- 3M 胶带;
- 毛刷;
- 划痕仪;
- 金刚石压头:符合 GB/T 230.2—2022 的洛氏(HRC)硬度计要求。

11.2 样品准备

准备要求如下。

- a) 对于阴极板和阳极板表面处理工艺不同的极板,应分别裁取样品。
- b) 样品形状为正方形(5 cm \times 5 cm),面积为 25 cm²的平板;样品取样形状、尺寸和位置也可由测试双方协商决定。
- c) 样品表面应洁净,无油污、水气和污渍。
- d) 样品的基体、界面和涂层在划擦经过的范围内,应保持平整,组分、显微结构、密度、残余应力和厚度等应均匀一致。
- e) 样品的表面粗糙度 $Ra < 0.5$ μm 。
- f) 样品数量为 5 个,保证得到 3 个有效值,应无褶皱、划痕和破损。
- g) 对于不同批次的极板,应分别抽样。

11.3 测试方法

方法如下。

- a) 百格法。
 - 1) 用划格器在测试样本表面划 10 \times 10 个(100 个)小网格,每一条划线应深及涂层的底层。
 - 2) 用毛刷将测试区域的碎片刷干净。
 - 3) 用 3M 胶带粘住被测试小网格,并用橡皮擦用力擦拭胶带,以加大胶带与被测区域的接触面积及力度。
 - 4) 抓住胶带一端,以 90°垂直方向迅速扯下胶带,同一位置应进行不少于 2 次试验。观察测试区域的情况,可用放大镜观察划格结果。
- b) 划痕法。

- 1) 参考 GB/T 230.2—2022 中第 4 章规定的条件选择金刚石压头[圆锥顶角(120±0.35)°]。
- 2) 将试样固定在划痕仪上的样品台上,设置压头起始压力、压力增加速率和移动速率,开始划痕试验,在涂层表面的不同部分至少形成五道划痕,取其有效值的平均值作为测量值。
- 3) 利用金相显微镜观察划痕,对具有失效特征的划痕进行轴线长度的测量,此时出现多发聚集的薄膜分离,将该长度乘以压力增加速率(N/μm)得到临界压力。
- 4) 如果划痕仪带有声发射或者摩擦力的检测器,显微镜检查时可以参考声音或摩擦力的变化时刻作为临界压力特征的选取,此部分可参考 GB/T 30707—2014 中第 6 章。

11.4 判定标准

标准如下。

a) 百格法判定标准。

涂层结合力满足 ISO-0 级或 ASTM-5B 要求的判定为合格,否则为不合格。具体判定标准如表 4 所示。

表 4 涂层结合力判定标准

ISO 等级	ASTM 等级	脱落表现
0	5B	切口的边缘完全光滑,格子边缘没有任何剥落
1	4B	切口的相交处有小片剥落,划格区内实际破损程度不超过 5%
2	3B	切口的边缘和/或相交处有被剥落,其面积大于 5%~15%
3	2B	切口边缘有大片剥落,或者部分格子被整片剥落,剥落面积超过 15%~35%
4	1B	切口边缘大片剥落或者一些方格部分或全部剥落,剥落面积大于划格区的 35%~65%
5	0B	划线的边缘及交叉点处有成片脱落,且脱落总面积大于 65%

b) 划痕法判定标准。

划痕仪测试的涂层测试临界压力大于 30 N 要求的判定为合格,否则为不合格。

12 涂层接触角测试

12.1 测试仪器

测试仪器包含下列设备和工具:

- 光学接触角测量仪;
- 载玻片;
- 无尘布。

12.2 样品准备

- 12.2.1 对于阴极板和阳极板表面处理工艺不同的样品,应分别截取样品。
- 12.2.2 样品取样尺寸和位置由测试双方协商决定。
- 12.2.3 用乙醇等溶剂清洗样品表面并干燥。
- 12.2.4 注意保护好样品表面,不应触摸待测区域。
- 12.2.5 样品表面应洁净,无油污、水气和污渍。
- 12.2.6 样品数量为 5 个(保证得到 3 个有效值),应无褶皱、划痕和破损。

12.2.7 对于不同批次的样品,应分别抽样。

12.3 测试方法

12.3.1 参考GB/T 30693,将样品置于仪器的试样台上。确保样品放置平整,不产生皱纹和扭曲。

12.3.2 在针头末端悬挂 $1\mu\text{L}\sim 2\mu\text{L}$ 水滴。升高样品台使样品表面接触悬挂的水滴,然后移开样品以完成水滴转移(见图5)。此过程中,不应令水滴滴落或喷出到样品表面。

注:也能使用较大的水滴(如 $5\mu\text{L}\sim 8\mu\text{L}$)。但水滴较大时不能保持球形,会导致测量出现一定程度的误差。

12.3.3 使用相机功能记录水滴浸润状态,使用切线法计算涂层水接触角,固液界面与气液界面切线的夹角即为涂层与水接触角。

12.3.4 更换样品,使下1滴水滴滴在样品的新测试部位。

12.3.5 重复测试5个样品的接触角。

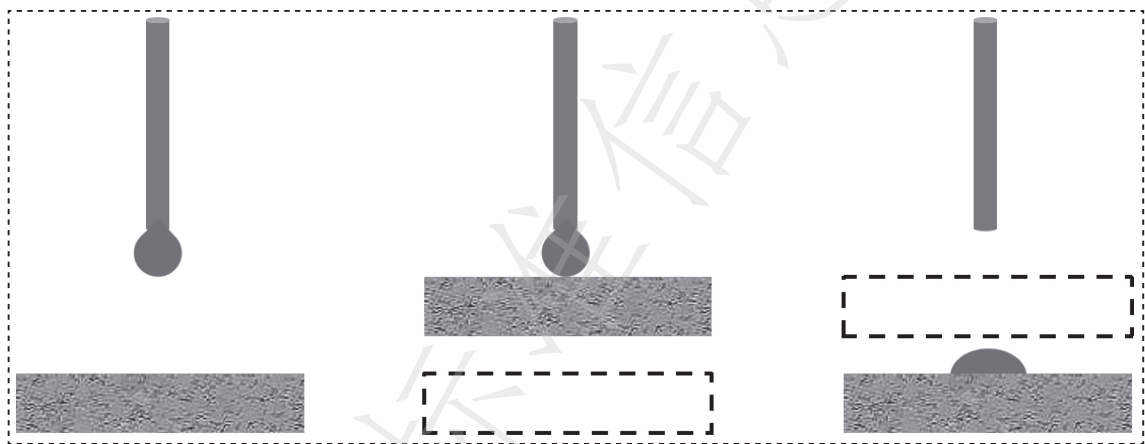


图5 水滴转移示意图

12.4 数据处理

样品水滴角平均值计算按照公式(4)进行

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

式中:

θ ——样品的平均接触角,单位为度($^{\circ}$);

θ_i ——不同样品水接触角测量值,单位为度($^{\circ}$);

n ——样品数量。

13 涂层粗糙度测试

13.1 测试仪器

粗糙度测试仪:精度为 $0.1\mu\text{m}\sim 1.0\mu\text{m}$ 。

13.2 样品准备

13.2.1 样品形状为正方形($5\text{cm}\times 5\text{cm}$),面积为 25cm^2 的平板;样品形状和尺寸也可由测试双方协商决定。

13.2.2 样品表面应洁净,无油污、水气和污渍。

13.2.3 样品数量为5个,保证得到3个有效值,应无褶皱、划痕和破损。

13.2.4 对于不同批次的样品,应分别抽样。

13.3 测试方法

利用针尖曲率半径为2 μm左右的金刚石触针沿被测表面缓慢滑行,探头移动长度为4 mm,金刚石触针的上下位移量由电学式长度传感器转换为电信号,经放大、滤波、计算后由显示仪表指示出表面粗糙度数值 Ra (轮廓的算术平均偏差)。

13.4 数据处理

选取不同的区域测试3次,取 Ra 的算术平均值, Ra 的计算方法如公式(5)所示。

$$Ra = \sum_{i=1}^n Ra_i / n \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- Ra ——样品的平均粗糙度,单位为微米(μm);
- Ra_i ——不同样品的粗糙度测量值,单位为微米(μm);
- n ——样品数量。

13.5 判定标准

满足 $Ra < 0.5 \mu\text{m}$,判定为合格,否则为不合格。

14 涂层寿命测试

14.1 测试仪器

测试仪器包含下列设备和工具:

- 电化学恒电位测试仪;用于进行恒电位测试;
- 电化学测试池:测试池容量至少300 mL,用于盛放电解质溶液,材料为玻璃或塑料等耐腐蚀性;
- 恒温水浴锅;
- 参比电极(KCl盐桥的饱和甘汞电极,参比电极类型也可由测试双方协商决定);
- 辅助电极(铂电极);
- 低电阻测量仪;
- 扫描电子显微镜;
- 电感耦合等离子体发射光谱检测仪器。

14.2 样品准备

按照8.3的样品准备方法进行。

14.3 测试方法

14.3.1 分别在模拟环境及加速环境中进行恒电位测试,每间隔相同时间进行记录、测试样本,包括接触电阻、腐蚀电流密度、金属离子浓度(铁离子或钛离子)、样品宏观及微观形貌。

14.3.2 模拟正常运行环境及测试参数设定:测试模拟环境, H_2SO_4 的pH值为3,HF的浓度为0.1 mg/L,温度为80 °C,阴极通入流量为20 mL/min的空气,恒电位测试参数为+0.644 V(v. s Ag/AgCl);样本信息记录间隔时间为24 h。

14.3.3 模拟加速环境及测试参数设定： H_2SO_4 的浓度为0.5mol/L，HF的浓度为5 mg/L，温度为80℃，阴极通入流量为20 mL/min的空气；恒电位测试参数为1.044 V(v. s Ag/AgCl)；样本信息记录间隔时间为8 h。

注：取一个合适的加速环境，既保证快速获取加速寿命，同时又不至于数据失真(加速越快，失真概率越大)，能适当调整加速环境及测试参数。

14.3.4 按照14.3.2及14.3.3的测试环境及测试参数持续进行恒电位试验，并按规定时间间隔记录样本相关信息，直至达到寿命测试终止条件，寿命终止条件如表5所示。

表5 涂层寿命终止条件

序号	指标	内容	终止标准	检测方法
1	主指标	接触电阻	电压降 $\geq 10\%$ 的初始指定电压 ^a 所对应的接触电阻	四探针法
2	副指标	腐蚀电流密度	相比初始腐蚀电流密度上升10倍	恒电位测试法
3		涂层形貌	涂层脱落区域明显暴露过渡层或基层	SEM/光学显微
4		析出离子浓度	Ti离子浓度 ≥ 0.2 mg/L; Fe离子浓度 ≥ 1 mg/L	ICP检测
^a 电压可根据客户要求指定，如基准工况电压或额定电压等。				

14.4 数据处理

14.4.1 通过14.3.2模拟正常运行环境测试，获取不同时间下的样本信息，包括接触电阻、腐蚀电流密度、金属离子浓度(铁离子或钛离子)、样品宏观及微观形貌。对不同时间下的获取的接触电阻数据拟合，得到模拟正常运行环境下接触电阻 R_T 与测试时间 T (真实寿命)的函数关系：

$$R_T = f(T) \quad \dots\dots\dots (6)$$

注：为保证拟合数据的准确性，推荐测试时长 ≥ 480 h。

14.4.2 通过14.3.3模拟加速环境测试，获取不同时间下的样本信息，包括接触电阻、腐蚀电流密度、金属离子浓度(铁离子或钛离子)、样品宏观及微观形貌。对不同时间下的获取的接触电阻数据拟合，数据拟合得到模拟加速环境下接触电阻 R_t 与测试时间 t (加速寿命)的函数关系：

$$R_t = f(t) \quad \dots\dots\dots (7)$$

注：为保证拟合数据的准确性，推荐测试时长 ≥ 160 h。

14.4.3 令模拟正常运行环境下的接触电阻 R_T 等于模拟加速环境下的接触电阻 R_t ，得到真实寿命 T 与加速寿命 t 之间的函数关系：

$$T = f(t) \quad \dots\dots\dots (8)$$

方程式(8)即为寿命评价体系下的寿命预测映射关系，因此测得涂层加速寿命 t 即可推算涂层的真实寿命 T 。

14.4.4 将涂层寿命终止时的接触电阻值代入方程式(7)，可计算出加速环境下的加速寿命 t ，再将加速寿命 t 代入方程式(8) $T=f(t)$ 中即可得到涂层真实寿命 T 。

注：寿命预测模型的有效性，取决于加速测试下的失效机理与正常工况下的失效机理是否一致。为保证预测的准确性，在测试前后通过相关分析对比，以验证失效模式的一致性。

参 考 文 献

- [1] GB/T 6462 金属和氧化物覆盖层 厚度测量 显微镜法
 - [2] GB/T 30693 塑料薄膜与水接触角的测量
 - [3] GB/T 30707—2014 精细陶瓷涂层结合力试验方法 划痕法
-

中国国际科技促进会
团体标准
燃料电池金属双极板表面涂层技术测试
T/CI 1159—2025

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1.5 字数 33 千字
2025年11月第1版 2025年11月第1次印刷

*

书号:155066·5-18249 定价 49.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68510107



T/CI 1159-2025