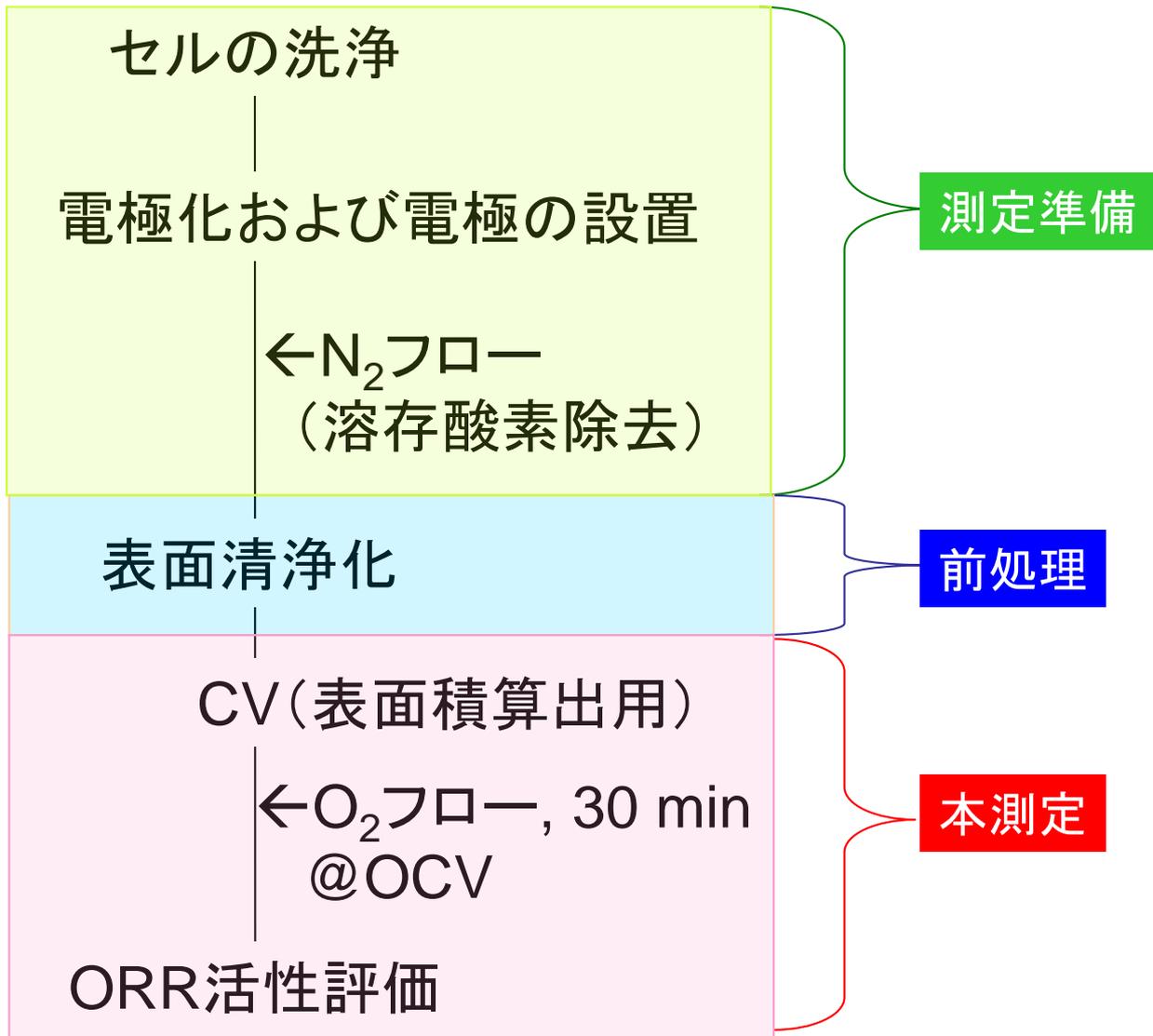


O R R 評価法

(FCCJ **プロトコル**)

～H23～

ORR測定基本フロー（概略）



必要に応じて耐久試験を行う

電解セルの洗浄方法

セルの洗浄(毎日)

中性洗剤※を用いて、自動洗浄(10分)

超純水中で煮沸(30分以上)

超純水中で超音波洗浄(30分)

電解液で共洗い(3回)

電解液を注ぐ

セル酸洗浄(2, 3週間に一度)

濃硫酸に浸漬(一晩)し、
超純水で洗浄

超純水中で煮沸(3時間以上)

※中性洗剤の影響は未検討
煮沸や超音波洗浄は効果的であることは確認済み

試験電極の作製法

電極前処理

GC電極 ($\phi 5 \text{ mm}$, 0.196 cm^2)

アルミナ ($0.05 \mu\text{m}$) で
電極表面を研磨

超純水で超音波洗浄 (10分)

自然乾燥

GC電極の乾燥
(60°C 恒温槽内、約15分)

試験電極

触媒インク作製

サンプル瓶 (50 mL)

サンプル瓶内に触媒
(TEC10E50E : 18.5 mg)

混合溶媒*
(25ml = 水 6mL + IPA 19 mL)

※25 mLメスフラスコで調整

5% Nafion分散溶液 100 μl

超音波照射 (氷水中、約30分)

電極作製

超音波照射直後に触媒インクを
GC電極上にマイクロピペットで $10 \mu\text{L}$ 滴下
(TEC10E50Eは $17.3 \mu\text{g}_{\text{-Pt}}/\text{cm}^2_{\text{-geo}}$)

測定プロトコル (ORR活性評価、ハーフセル、RDE推奨)

測定準備

(セルに所定の濃度に調製した電解液を注ぐ)

N₂バブリング

表面清浄化と表面積測定

CV参考条件 : (回転なし, 0.05 – 1.2 V vs. RHE, 50 mV s⁻¹)

O₂バブリング, 30分

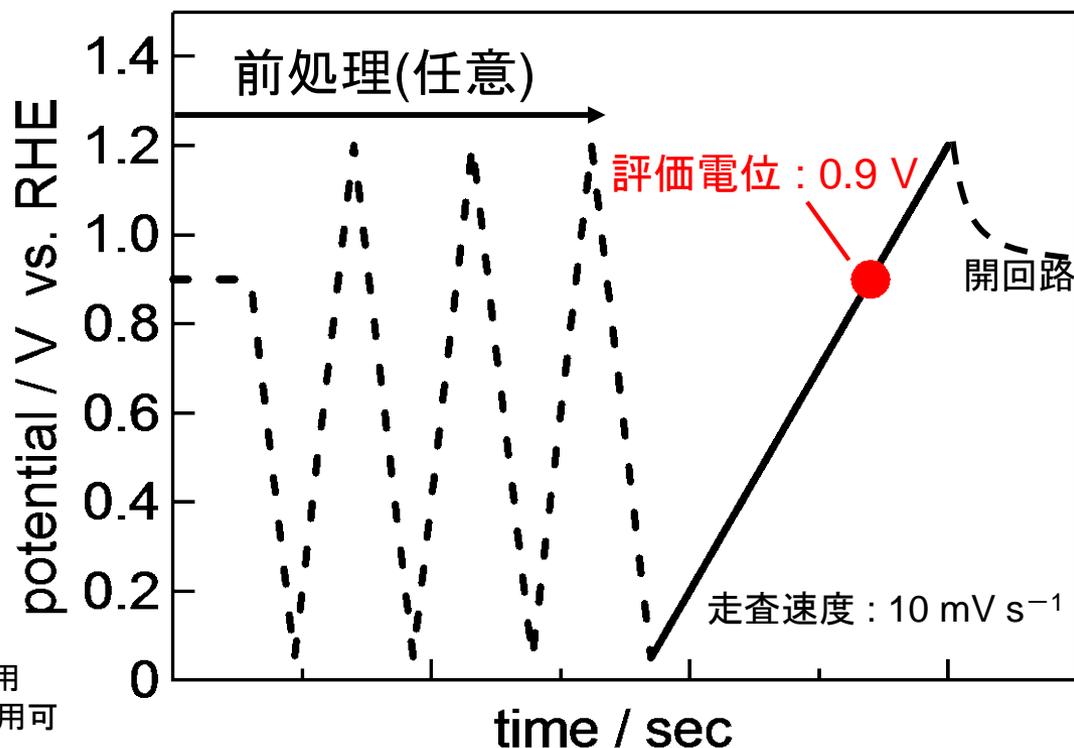
LSV

(右図プロトコルに従う)

電解液; 0.1 M HClO₄ (25°C)

O₂飽和

回転速度(400, 900, 1600, 2500 rpm)



ORR測定プロトコル

- ・物質拡散移動補正には原則としてKoutecky-Levich式を使用
簡易的にNernstの拡散層モデルをベースとした補正式も使用可
- ・測定結果は質量活性(A g_{Pt}⁻¹), 面積活性(A cm⁻²_{Pt})で表示

測定プロトコル (負荷応答耐久性、ハーフセル、RDE推奨)

測定準備
(セルに所定の濃度に調製した電解液を注ぐ)

N₂バブリング

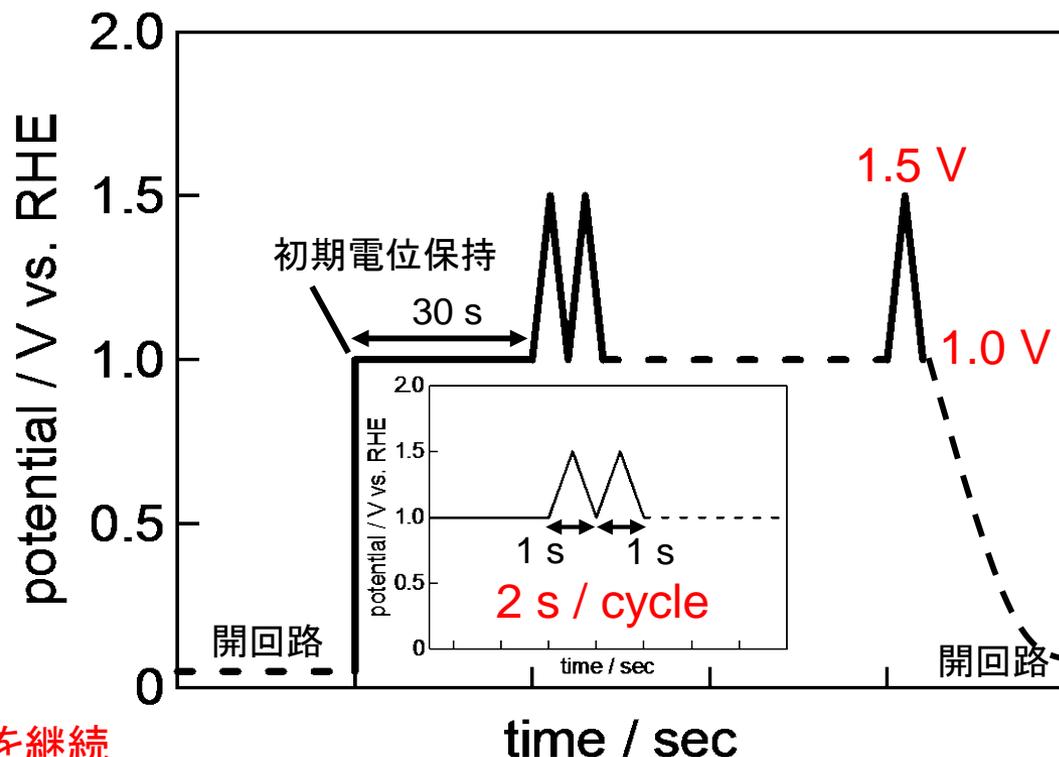
表面清浄化と表面積測定
CV参考条件 : (回転なし, 0.05 – 1.2 V vs. RHE, 50 mV s⁻¹)

電位サイクル試験※2
(右図プロトコルに従う)

診断試験
(10-1000 cycleの頻度で
ORR活性、ECSA評価)

電解液; 0.1 M HClO₄ (25°C※1)
N₂脱気
回転なし

※1 高温 : 60-80°Cでも実施可



※2 ECSAが初期の50%となるまで試験を継続

電位サイクル試験プロトコル(起動停止)

測定プロトコル (起動停止耐久性、ハーフセル、RDE推奨)

測定準備
(セルに所定の濃度に調製した電解液を注ぐ)

N₂バブリング

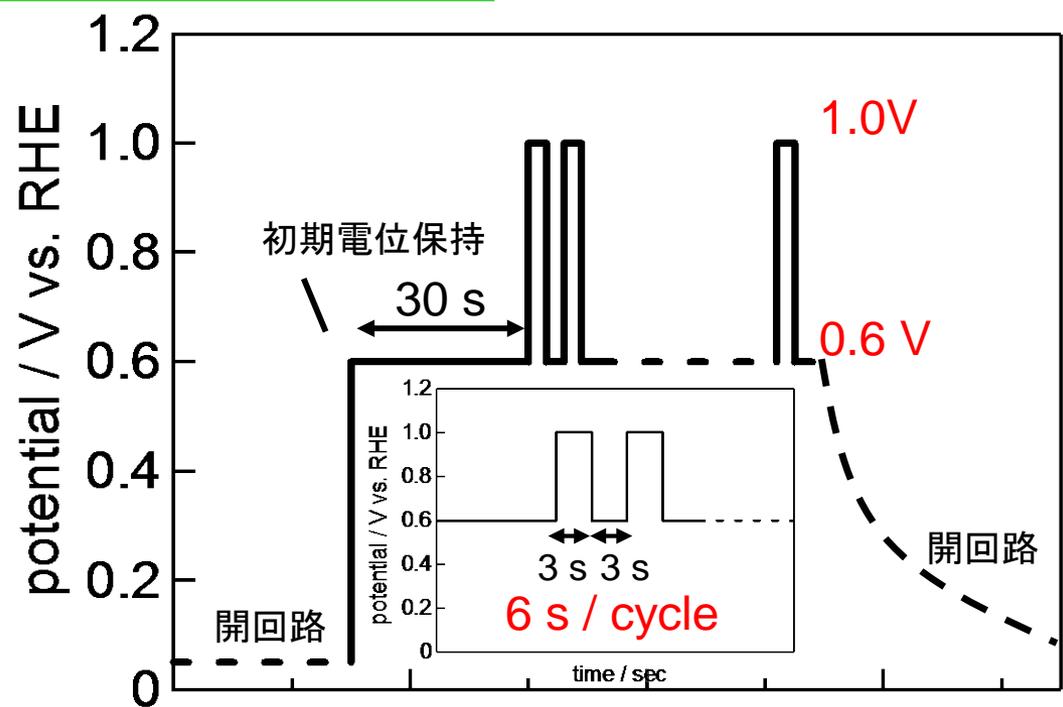
表面清浄化と表面積測定
CV参考条件 : (回転なし, 0.05 – 1.2 V vs. RHE, 50 mV s⁻¹)

電位サイクル試験※2
(右図プロトコルに従う)

診断試験
(10-1000 cycleの頻度で
ORR活性、ECSA評価)

電解液; 0.1 M HClO₄ (25°C※1)
N₂脱気
回転なし

※1 高温 : 60-80°Cでも実施可



※2 ECSAが初期の50%となるまで試験を継続

電位サイクル試験プロトコル(負荷応答)