

はじめに

触媒学会燃料電池関連触媒研究会

参照触媒評価法検討部会

部会長 吉武 優

同事務局 杉本 渉、高須芳雄

カルノーサイクルの制約を受けない発電装置である燃料電池は、その高効率・低環境負荷特性から地球環境保全という人類的課題解決の一翼を担っている。その中で、固体高分子形燃料電池（PEFC）は、家庭用や自動車用電源等としての普及が一層期待されており、カソード触媒の信頼性向上と高活性化が引き続き重要な課題となっている。PEFC 用 Pt/C カソード触媒の電極活性をハーフセルにて評価する場合には、種々の実験条件が活性値に影響するだけに細心の注意が求められる。例えば試験電極の平滑性・均一性、セルの清浄性、或いは電気化学的前処理条件などは触媒活性に対する大きな影響因子である。しかしながら、Pt/C カソード触媒の電極活性評価法は統一されていない。その結果、論文相互の触媒活性値の比較が容易ではないだけでなく、詳細な実験条件が明記されていないため活性値の信頼性に問題がある報告さえみられる。

このような状況に鑑みて触媒学会燃料電池関連触媒研究会では、「いつ、どこで、だれが評価しても同じ結果が得られる測定法の確立と実験上の留意事項の策定ならびに参照触媒の提案」を行うことを目標にして触媒評価法検討部会の発足を呼び掛けたところ、10 企業 11 大学の研究室から参加の意志が表明され、平成 22 年 10 月に第一回検討会が開催した。その後、各研究室での評価結果と評価方法について数回の検討会が開催され、この度ようやく報告書をまとめるに到った。現時点では 12 企業 13 大学の研究室が参画している。

本報告書は、同検討部会での検討の結果と、PEFC の Pt/C カソード触媒の特性をハーフセルにて評価する際に留意すべき点とその根拠をまとめたものである。先に研究会は「燃料電池の解析手法」（化学同人）の出版に寄与したが、本報告書は、その一部の詳細版でもある。着目した主な特性は Pt/C カソード触媒の電気化学的有効比表面積と酸素還元比活性で、評価対象にした触媒は、本検討部会の趣旨に賛同いただいた三企業（石福金属興業株式会社、田中貴金属工業株式会社、ジョンソン・マッセイ・フュエルセルズ・ジャパン株式会社）から格安で提供された Pt/C 触媒試料である。

（平成 25 年 6 月）

FC-I1(IFPC40)												
	触媒量	イオノ量	電解液	液温	前限、V限	水素波	ECSA	走査方向	jkm,0.85	jks,0.85	jkm,0.90	jks,0.90
	μg/cm ²	μg/cm ²	硫酸、過塩素酸	°C	V vs RHE	吸、脱	m ² /g-Pt	正、負	A/g-Pt	μA/cm ² -Pt	A/g-Pt	μA/cm ² -Pt
A	29.75	11.76	0.1 M 過	30	1.2, 1.0	吸	49.9	正	969	1940	234	469
	29.75	11.76	0.1 M 過	30	1.2, 1.0	吸	49.4	正	730	1480	178	359
B	8	0.05%, 25uL/cm ²	0.1 M 過	25	1.2, 1.2	脱	58	正	981	1690	285	491
	8	0.05%, 25uL/cm ²	0.1 M 過	25	1.2, 1.2	脱	58.5	正	959	1640	260	444
	8	0.05%, 25uL/cm ²	0.1 M 過	25	1.2, 1.2	脱	61.3	正	895	1460	249	407
						平均值→	59.3	正	945	1600	264.9	448
C	14.1	0.50uL/cm ²	0.1 M 過	25	1.0, 1.2	脱	54.4	正	970	1810	216	403
	14.1	0.50uL/cm ²	0.1 M 過	25	1.0, 1.2	脱	61.5	正	782	1272	204	331
D	20ug-C/cm ²	7ug/cm ²	0.1 M 過	25	1.2, 1.2	吸	67.5	正	467	693	212	315
E												
F	11ug-C/cm ²	0.2%12.5uL/cm ²	0.1 M 過	CV-30°C ORR-60°C	1.0, 1.0	吸	68.6	正	202	290		
								正	187	270	42	61
G												
H	200ug/cm ²	0.025uL/cm ²	0.5 M 硫	35	1.2, 1.2	脱	55.5	負	24.6	44.3	5.03	9.1
	200ug/cm ²	0.025uL/cm ²	0.5 M 硫	35	1.2, 1.2	脱	59.1	負	31.5	53.2	5.89	10
I	20ug-C/cm ²	9ug/cm ²	0.1 M 過	20	1.2, 1.2	吸	64.3	正	1149 (615)	1786 (957)	324 (221)	504 (344)
J	45.3ug/cm ²	3.71uL/cm ²	0.1 M 過	26	1.2, 1.2	脱	44.8	正	554	1240	190	424
K	多孔質マイクロ電極空孔部：直径50um, 深さ11um		0.5 M 硫	60	0.7V vs : Ag/Ag ₂ SO ₄	吸脱の平均	0.002726 cm ²	負		46		41
L	75.8ug/cm ²	34.9ug/cm ²	0.1 M 過	25	1.25, 1.2	脱	61	正	436	715	141	232
	37.5ug/cm ²	9.34ug/cm ²	0.1 M 過	25	1.25, 1.2	脱	49	正	484	988	166	340
	37.5ug/cm ²	9.34ug/cm ²	0.1 M 過	25	1.25, 1.2	脱	35	正	460	1280	170	474
	75.8ug/cm ²	34.8ug/cm ²	0.1 M 過	25	1.25, 1.2	脱	65	正	958	1470	244	376
M	5.6ug-C/cm ²	0.05um	0.1 M 過	25	1.2, 1.2	脱	67	正	632	942	205	306
	5.6ug-C/cm ²	0.05um	0.1 M 過	25	1.2, 1.2	脱	64.9	正	594	916	189	292
	16ug-C/cm ²	0.05um	0.1 M 過	25	1.2, 1.2	脱	60.3	正	828	1372	201	333
	16ug-C/cm ²	0.05um	0.1 M 過	25	1.2, 1.2	脱	58.4	正			193	330
N												
O												
P	202ug/cm ²	0.57uL/cm ²	0.5 M 硫	60	1.0, 1.0	脱	56	負				
	202ug/cm ²	0.57uL/cm ²	0.5 M 硫	60	1.0, 1.0	脱	63.4	負				
	202ug/cm ²	0.57uL/cm ²	0.5 M 硫	60	1.0, 1.0	脱	64.5	負				
	202ug/cm ²	0.57uL/cm ²	0.5 M 硫	60	1.0, 1.0	脱	61.2	負				
Q												
R	51ug/cm ²	0.05%, 25uL/cm ²	0.5 M 硫	60	1.2, 1.2	吸	34.6	負	15.3	44.2	2.06	5.95
S	45.90ug/cm ²	0.05%, 25uL/cm ²	0.5 M 硫	60	1.2, 0.9	吸	50	正	133	267	36	72
	45.90ug/cm ²	0.05%, 25uL/cm ²	0.1 M 過	60	1.2, 0.9	吸	54	正	592	1100	118	220
T	17.3ug/cm ²	0.203uL/cm ²	0.1 M 過	60	1.2, 1.2	脱	51.5	正	370	717	154	300
								負	174	337	289	56
U												

※活性値は溶液抵抗補正後の値

K-Lプロットより
Ik=(Id-I)/(Id-I)

※活性値は溶液抵抗補正後の値
()内は補正前の値

FC-I2(IFPC40-II)												
	触媒量	イオン量	電解液	液温	前限、CV限	水素波	ECSA	走査方向	jk _{m,0.85}	jk _{sp,0.85}	jk _{m,0.90}	jk _{sp,0.90}
	μg/cm ²	μg/cm ²	硫酸、過塩素酸	°C	V vs RHE	吸、脱	m ² /g-Pt	正、負	A/g-Pt	μA/cm ² -Pt	A/g-Pt	μA/cm ² -Pt
A	29.75	11.76	0.1 M 過	30	1.2, 1.0	吸	70.1	正	1110	1590	292	417
	29.75	11.76	0.1 M 過	30	1.2, 1.0	吸	74.5	正	901	1210	243	327
B	8	0.05% 25uL/cm ²	0.1 M 過	25	1.2, 1.2	脱	79.5	正	1080	1360	327	411
	8	0.05% 25uL/cm ²	0.1 M 過	25	1.2, 1.2	脱	77.3	正	1229	1590	338	438
	8	0.05% 25uL/cm ²	0.1 M 過	25	1.2, 1.2	脱	84.7	正	1208	1430	380	449
					平均值	→	80.5	正	1172	1460	348.6	433
C	14.1	0.50uL/cm ²	0.1 M 過	25	1.0, 1.2	脱	75.5	正	1196	1570	296	391
	14.1	0.50uL/cm ²	0.1 M 過	25	1.0, 1.2	脱	71.9	正	1080	1496	259	361
D	20ug-C/cm ²	7ug/cm ²	0.1 M 過	25	1.2, 1.2	吸	91.8	正	878	956	378	411
E												
F	11ug-C/cm ²	0.2% 12.5uL/cm ²	0.1 M 過	CV-30°C ORR-60°C	1.0, 1.0	吸	73.8	正 正	136 142	180 190	29	39
G												
H	200ug/cm ²	0.025uL/cm ²	0.5 M 硫	35	1.2, 1.2	脱	68.4	負	36.8	53.8	7.3	10.7
	200ug/cm ²	0.025uL/cm ²	0.5 M 硫	35	1.2, 1.2	脱	69.6	負	33.9	48.7	6.61	9.5
I	20ug-C/cm ²	9ug/cm ²	0.1 M 過	20	1.2, 1.2	吸	87.8	正	1601 (832)	1822 (947)	397 (254)	452 (289)
J												
K	多孔質マイクロ電極空孔部：直径50um, 深さ11um		0.5 M 硫	60	0.7V vs - Ag/Ag ₂ SO ₄	吸脱の 平均	0.002109 cm ²	負		60		44
L												
M	5.6ug-C/cm ²	0.05um	0.1 M 過	25	1.2, 1.2	脱	68.5	正	791	1155	226	329
	5.6ug-C/cm ²	0.05um	0.1 M 過	25	1.2, 1.2	脱	78.5	正	806	1027	225	286
	16ug-C/cm ²	0.05um	0.1 M 過	25	1.2, 1.2	脱	80.1	正	593	740	181	226
	16ug-C/cm ²	0.05um	0.1 M 過	25	1.2, 1.2	脱		正			141	22
N												
O												
P	202ug/cm ²	0.57uL/cm ²	0.5 M 硫	60	1.0, 1.0	脱	66	負				
	202ug/cm ²	0.57uL/cm ²	0.5 M 硫	60	1.0, 1.0	脱	81.4	負				
	202ug/cm ²	0.57uL/cm ²	0.5 M 硫	60	1.0, 1.0	脱	92.5	負				
	202ug/cm ²	0.57uL/cm ²	0.5 M 硫	60	1.0, 1.0	脱	87.7	負				
	202ug/cm ²	0.57uL/cm ²	0.5 M 硫	60	1.0, 1.0	脱	109	負				
Q												
R	51ug/cm ²	0.05% 25uL/cm ²	0.5 M 硫	60	1.2, 1.2	吸	53.5	負	13.4	25.1	2.25	4.21
S	45.80ug/cm ²	0.05% 25uL/cm ²	0.5 M 硫	60	1.2, 0.9	吸	72	正	199	276	45	62
	45.80ug/cm ²	0.05% 25uL/cm ²	0.1 M 過	60	1.2, 0.9	吸	81	正	592	727	153	187
T	17.3ug/cm ²	0.203uL/cm ²	0.1 M 過	60	1.2, 1.2	脱	74.8	正 負	551 182	736 243	225 33.2	301 44.4
U												

※活性値は溶液抵抗補正後の値

K-Lプロットより
※ $I_k = (I_d - I) / (I_d - I)$

※活性値は溶液抵抗補正後の値
()内は補正前の値

FC-T1(TEC10E50E-HT)												
	触媒量	イオン量	電解液	液温	前限、CV限	水素波	ECSA	走査方向	jkm,0.85	jks,0.85	jkm,0.90	jks,0.90
	μg/cm ²	μg/cm ²	硫酸、過塩素酸	°C	V vs RHE	吸、脱	m ² /g-Pt	正、負	A/g-Pt	μA/cm ² -Pt	A/g-Pt	μA/cm ² -Pt
A	29.75	11.76	0.1 M 過	30	1.2, 1.0	吸	34.4	正	384	1115	104	302
	29.75	11.76	0.1 M 過	30	1.2, 1.0	吸	32.8	正	415	1265	105	320
B	10	0.05wt% 25 μL cm ⁻²	0.1 M 過	25	1.2, 1.2	脱	36.3	正	546	1500	150	414
	10	0.05wt% 25 μL cm ⁻²	0.1 M 過	25	1.2, 1.2	脱	37.5	正	488	1300	133	356
	10	0.05wt% 25 μL cm ⁻²	0.1 M 過	25	1.2, 1.2	脱	28.4	正	429	1510	120	424
						平均値 →	34.1	正	488	1440	134.7	398
	32	1.9 μg cm ⁻²	0.1 M 過	25	1.2, 1.2	吸	39.6	正	344	868	90.7	229
	32	1.9 μg cm ⁻²	0.1 M 過	25	1.2, 1.2	吸	43.8	正	449	1020	137	312
C	14.1	0.50uL/cm ²	0.1 M 過	25	1.0, 1.2	脱	37.6	正	621	1650	152	407
	14.1	0.50uL/cm ²	0.1 M 過	25	1.0, 1.2	脱	39.9	正	630	1578	164	410
D												
E												
F	11ug-C/cm ²	0.2%12.5uL/cm ²	0.1 M 過	CV-30°C ORR-60°C	1.0, 1.0	吸	34.8	正 正	232 87.2	660 250		
G												
H	200ug/cm ²	0.025uL/cm ²	0.5 M 硫	35	1.2, 1.2	脱	32.6	負	21.1	64.7	4.14	12.7
	200ug/cm ²	0.025uL/cm ²	0.5 M 硫	35	1.2, 1.2	脱	36.1	負	20.5	56.8	4.23	11.7
I	20ug-C/cm ²	9ug/cm ²	0.1 M 過	25	1.2, 1.2	吸	53.7	正	1376 (626)	2563 (1166)	291 (183)	541 (342)
J												
K	多孔質マイクロ電極空孔部：直 径50um, 深さ11um		0.5 M 硫	60	0.7V vs c. Ag/Ag ₂ SO ₄	平均	0.002437 cm ²	負		47		40
L												
M	5.6ug-C/cm ²	0.05um	0.1 M 過	25	1.2, 1.2	脱	32.3	正	232	717	65.5	203
	5.6ug-C/cm ²	0.05um	0.1 M 過	25	1.2, 1.2	脱	38.5	正	283	736	80.3	209
	16ug-C/cm ²	0.05um	0.1 M 過	25	1.2, 1.2	脱	40	正	335	839	97	242
	16ug-C/cm ²	0.05um	0.1 M 過	25	1.2, 1.2	脱		正			96	231
	16ug-C/cm ²	0.05um	0.1 M 過	25	1.2, 1.2	脱		正			78	199
N												
O												
P	202ug/cm ²	0.57uL/cm ²	0.5 M 硫	60	1.0, 1.0	脱	42.8	負				
	202ug/cm ²	0.57uL/cm ²	0.5 M 硫	60	1.0, 1.0	脱	67.1	負				
	202ug/cm ²	0.57uL/cm ²	0.5 M 硫	60	1.0, 1.0	脱	32.3	負				
	202ug/cm ²	0.57uL/cm ²	0.5 M 硫	60	1.0, 1.0	脱	40.7	負				
Q	25ug/cm ²	0.005uL/cm ²	0.1M 硫	28	1.1, 1.1	脱	70.7	正	769	1087		
R	51ug/cm ²	0.05%, 25uL/cm ²	0.5 M 硫	60	1.2, 1.2	吸	13.3	負	5.79	41.3	0.818	6.15
S												
T	17.3ug/cm ²	0.203uL/cm ²	0.1 M 過	60	1.2, 1.2	脱	36.3	正 負	298 118	823 823	122 22.2	337 61.3
U												

K-Lプロットより
※Ik=(Id-I)/(Id-I)

※活性値は溶液抵
抗補正後の値
()内は補正前の値

FC-T2(TEC10E50E)												
	触媒量	イオノ量	電解液	液温	前限、CV限	水素波	ECSA	走査方向	$j_{km,0.85}$	$j_{ksp,0.85}$	$j_{km,0.90}$	$j_{ksp,0.90}$
	$\mu\text{g}/\text{cm}^2$	$\mu\text{g}/\text{cm}^2$	硫酸、過塩素	$^{\circ}\text{C}$	V vs RHE	吸、脱	$\text{m}^2/\text{g-Pt}$	正、負	$\text{A}/\text{g-Pt}$	$\mu\text{A}/\text{cm}^2\text{-Pt}$	$\text{A}/\text{g-Pt}$	$\mu\text{A}/\text{cm}^2\text{-Pt}$
A	30.84	11.76	0.1M 過	30	1.2, 1.0	吸	67.3	正	807	1199	234	349
	30.84	11.76	0.1M 過	30	1.2, 1.0	吸	71.9	正	826	1150	221	308
B	26	1.3 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$	0.1 M 過	25	1.2, 1.2	脱	59.1	正	787	1330	260	440
	26	1.3 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$	0.1 M 過	25	1.2, 1.2	脱	57.2	正	696	1210	222	389
C	14.1	0.5 $\mu\text{L}/\text{cm}^2$ (0.08 μm)	0.1 M 過	25	1.0, 1.2	脱	73.5	正			255	350
D												
E												
F	11 $\mu\text{g-C}/\text{cm}^2$	0.05wt%, 25 $\mu\text{L}/\text{cm}^2$	0.1 M 過	25	1.0, 1.0	吸	80	正	527	650	141	170
G	5 \sim 18 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$	5 \sim 10 $\mu\text{L}/\text{cm}^2$	0.1 M 過	25	1.1, 0.9	吸	72	正	366	512	142	198
H												
I	20 $\mu\text{g-C}/\text{cm}^2$	9 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$	0.1 M 過	25	1.2, 1.2	吸	85.7	正	1771 (837)	2065 (976)	468 (256)	545 (299)
J												
K												
L												
M	16 $\mu\text{g-C}/\text{cm}^2$	0.1 μm	0.1 M 過	25	1.2, 1.2	脱	69	正	952	1372	223	321
N												
O	17.3	0.185	1M 過	25	1.0, 1.0	平均	61	正	578.2	948	149	245
	17.3	0.185	1M 過	26	1.0, 1.0	平均	59	正	392.9	666	76.1	129
	12.9	0	1M 過	25	1.0, 1.0	平均	73	正	441.4	604	113.2	155
	12.9	0	1M 過	25	1.0, 1.0	平均	69.9	正	490.4	702	123.6	177
	8.57	0	1M 過	25	1.0, 1.0	平均	86.7	正	447.7	515.1	141.5	162.8
	8.57	0	1M 過	25	1.0, 1.0	平均	85	正	543.1	637	144.4	169.6
	4.3	0	1M 過	25	1.0, 1.0	平均	86.3	正	525.9	608.3	155.7	180.1
4.3	0	1M 過	25	1.0, 1.0	平均	84	正	527.2	627.7	137.4	163.6	
P												
Q												
R												
S	17.3 $\mu\text{g-Pt}/\text{cm}^2$	0.202 $\mu\text{L}/\text{cm}^2$	0.1 M 過	60	1.2, 0.9	吸	80.1	正	829	1018	191	234
	17.3 $\mu\text{g-Pt}/\text{cm}^2$	0.202 $\mu\text{L}/\text{cm}^2$	0.5 M 硫	60	1.2, 0.9	吸	72.2	正	211	288	46	63
T	17.9 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$	364 $\mu\text{L}/\text{cm}^2$	0.1 M 過	25	1.2, 1.2	脱	89	正	1029	1157	335	377
U	14 $\mu\text{g-Pt}/\text{cm}^2$	0.05wt%, 23 $\mu\text{L}/\text{cm}^2$	0.1 M 過	25	1.2, 1.15	吸	83	正	1223	1468	265	318

※ $I_k=(I_d-I)/(I_d-I)$

K-Lプロットより

※ $I_k=(I_d-I)/(I_d-I)$

※活性値は溶液抵抗補正後の値
()内が補正前の値

FCCJ	.3 $\mu\text{g-Pt}/\text{cm}^2$	5wt%を0.185 $\mu\text{L}/\text{cm}^2$ (約9 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$)	0.1 M 過	25	1.2, 0.9	吸		正				
------	---------------------------------	---	---------	----	----------	---	--	---	--	--	--	--

FC-J1(HiSPEC4000)												
	触媒量	イオノマ量	電解液	液温	前限、CV傾	水素波	ECSA	非査方向	jkm,0.85	jksp,0.85	jkm,0.90	jksp,0.90
	μg/cm ²	μg/cm ²	硫酸、過塩素酸	°C	V vs RHE	吸、脱	m ² /g-Pt	正、負	A/g-Pt	μA/cm ² -Pt	A/g-Pt	μA/cm ² -Pt
A	29.75	11.76	0.1 M 過	30	1.2, 1.0	吸	42.7	正	755	1769	183	430
	29.75	11.76	0.1 M 過	30	1.2, 1.0	吸	45.6	正	952	2086	229	501
B	8	0.05%, 25uL/cm ²	0.1 M 過	25	1.2, 1.2	脱	54.9	正	835	1520	228	415
	8	0.05%, 25uL/cm ²	0.1 M 過	25	1.2, 1.2	脱	51.3	正	1009	1970	269	524
	8	0.05%, 25uL/cm ²	0.1 M 過	25	1.2, 1.2	脱	55.9	正	1397	2500	354	634
						平均値 →	54	正	1080	2000	283.6	524
C	14.1	0.50uL/cm ²	0.1 M 過	25	1.0, 1.2	脱	60.9	正	609	1429	163	382
	14.1	0.50uL/cm ²	0.1 M 過	25	1.0, 1.2	脱	53.3	正	954	1790	234	439
D												
E												
F	11ug-C/cm ²	0.2%12.5uL/cm ²	0.1 M 過	CV-30°C ORR-60°C	1.0, 1.0	吸	66.7	正	255	380		
G									181	270	42	62
H	200ug/cm ²	0.025uL/cm ²	0.5 M 硫	35	1.2, 1.2	脱	41.3	負	30.8	74.6	5.47	13.3
	200ug/cm ²	0.025uL/cm ²	0.5 M 硫	35	1.2, 1.2	脱	45.8	負	28.4	62	5.47	11.9
I	20ug-C/cm ²	9ug/cm ²	0.1 M 過	20	1.2, 1.2	吸	54.3	正	1174 (649)	2161 (1195)	333 (233)	612 (430)
J	26.5ug/cm ²	0.008 uL/cm ²	0.1 M 過	25	1.2, 1.2	脱	40.8	正	779.3	1910	241.9	593
K	多孔質マイクロ電極空孔部：直径50um, 深さ11um		0.5 M 硫	60	0.7V vs : Ag/Ag ₂ SO ₄	吸脱の 平均	0.002417 cm ²	負		41		35
L												
M	5.6ug-C/cm ²	0.05um	0.1 M 過	25	1.2, 1.2	脱	44.7	正	571	1279	174	389
	5.6ug-C/cm ²	0.05um	0.1 M 過	25	1.2, 1.2	脱	44.3	正	576	1300	191	432
	16ug-C/cm ²	0.05um	0.1 M 過	25	1.2, 1.2	脱	50.1	正	732	1461	197	393
	16ug-C/cm ²	0.05um	0.1 M 過	25	1.2, 1.2	脱		正			204	421
N												
O												
P	202ug/cm ²	0.57uL/cm ²	0.5 M 硫	60	1.0, 1.0	脱	52.1	負				
	202ug/cm ²	0.57uL/cm ²	0.5 M 硫	60	1.0, 1.0	脱	49.4	負				
	202ug/cm ²	0.57uL/cm ²	0.5 M 硫	60	1.0, 1.0	脱	61.6	負				
	202ug/cm ²	0.57uL/cm ²	0.5 M 硫	60	1.0, 1.0	脱	41	負				
Q												
R	51ug/cm ²	0.05%, 25uL/cm ²	0.5 M 硫	60	1.2, 1.2	吸	28	負	13.9	49.6	1.76	6.3
S	34.04ug/cm ²	0.05%, 25uL/cm ²	0.5 M 硫	60	1.2, 0.9	吸	42	正	144	342	35	83
	34.04ug/cm ²	0.05%, 25uL/cm ²	0.1 M 過	60	1.2, 0.9	吸	48	正	274	567	103	206
T	17.3ug/cm ²	0.203uL/cm ²	0.1 M 過	60	1.2, 1.2	脱	44.1	正	382	866	172	390
								負	184	416	31.5	71.4
U												

K-Lプロットより
※Ik=(I_d-I)/(I_d-I)

※活性値は溶液抵抗補正後の値
()内が補正前の値

評価条件

1. 酸の純度等：メーカー(関東化学), 酸の純度(Ultrapur)
2. 水の純度等：メーカーまたは製造機等(milipore MILLI-Q Advantage), 純度(抵抗率18.2 M Ω cm、TOC 4ppb)
3. 洗ビンの容器の材質：(PFA)
4. 電解槽および電気化学測定装置名等：(北斗電工 HZ-5000)
5. 電解槽の容積：ca. 300 mL
6. 電解槽の洗浄方法：(濃硝酸浴中で加熱、冷却後、超純水で洗浄)
7. 回転電極の電極部の大きさ：直径(5 mm), チャンネルフロー電極の場合には電極サイズ等：
()
8. 試験電極作製法：(a) GC電極上にイオノマーと触媒の混合物を載せる, b. GC電極上に触媒を載せた上にイオノマーを滴下, c. その他()
9. 回転電極の試験電極部：Pt/C担持量(29.75 $\mu\text{g cm}^{-2}$), イオノマー担持量(11.76 $\mu\text{g cm}^{-2}$)
10. GC電極上への触媒担持方法(一回で担持、数度に分けて担持、その他の工夫などを簡潔に記述願います)：
(自動滴下装置を使用し、触媒懸濁液10 μL を3000滴に分けて滴下)
11. 試験電極作製時の加熱温度と時間：25 $^{\circ}\text{C}$, 60 min
12. ORR特性評価における電解液中での電極の前処理：
(CV:0.05~1.2 V、500 mV s $^{-1}$ 、100 cycle(N = 1)、100 cycle(N = 2))
13. ORR評価測定前酸素吹込時間：30 min
14. ORR評価中の酸素吹込状況：a, 電解液中に吹き込み, (b) 液上部流通, c. 停止, d. その他
()
15. 特記事項：

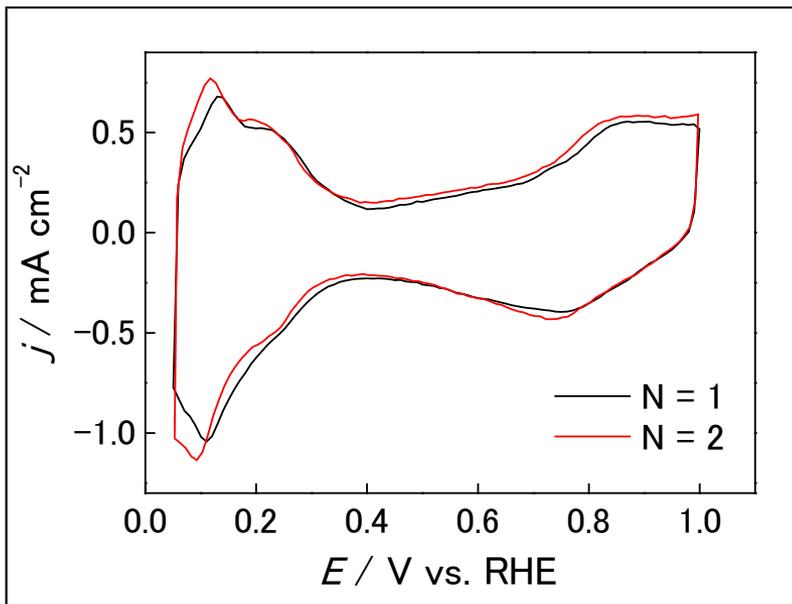


Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

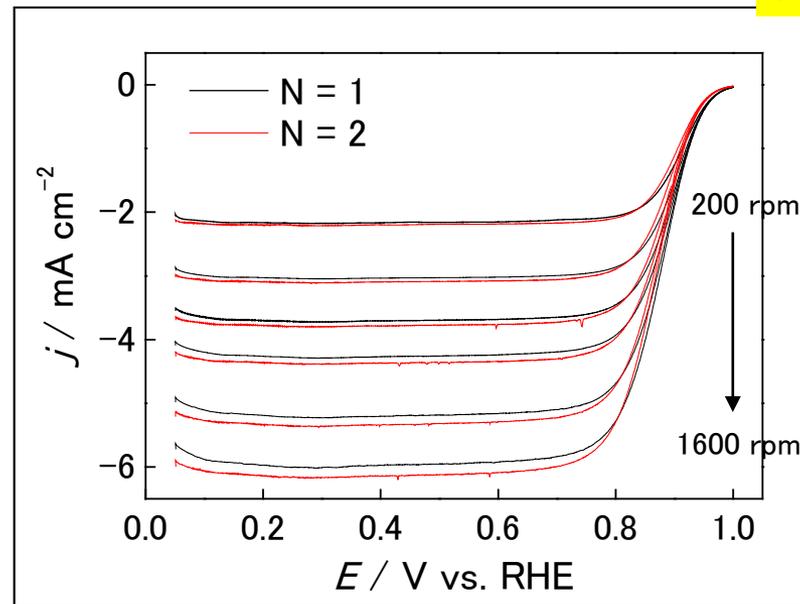


Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

1. 触媒 (○印) : (a.) FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, d. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : 49.9 $\text{m}^2 \text{g}^{-1} \text{-Pt}$ ($N = 1$)、49.4 $\text{m}^2 \text{g}^{-1} \text{-Pt}$ ($N = 2$)
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類 (HClO_4)、濃度 (0.1 M)
6. 電解液量と温度: 液量 (ca.270 mL), 温度 (30 °C)
7. ECSA の評価法 (○印) : (a.) 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
8. 電位走査速度: 100 mV s^{-1}
9. 対極 (○印) : a. Pt板, (b.) Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : (a.) RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, (b.) 60 °C以外で評価した場合の温度 (30 °C)
4. 電極回転速度: 200、400、600、800、1200、1600 rpm (例えば500~3000 rpmの範囲で6種類の速度)

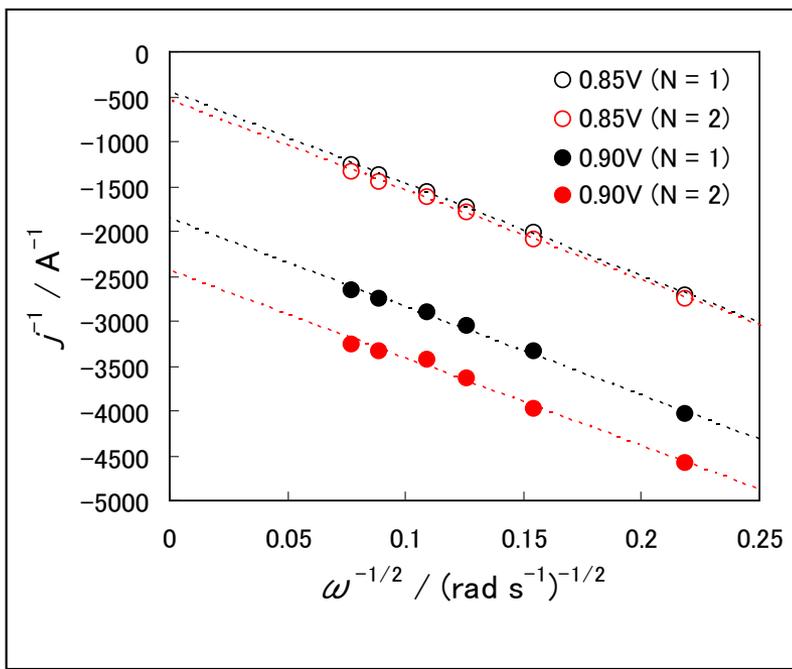


Fig.3 Koutecky-Levich プロット

(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)

1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度:

@0.85 V; 969 A g⁻¹-Pt, 1940 μA cm⁻²-Pt
(N = 1)、730 A g⁻¹-Pt, 1480 μA cm⁻²-Pt (N = 2)

@0.90 V; 234 A g⁻¹-Pt, 469 μA cm⁻²-Pt (N =
1)、178 A g⁻¹-Pt, 359 μA cm⁻²-Pt(N = 2)

(再現性をみるため複数の結果を場合にはは
数値を列挙)

2. 縦軸: j^{-1} / A^{-1} が望ましい

3. 横軸: $\omega^{-1/2} / (\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい

4. 電流値評価: a. カソード電位走査時,

(b. アノード電位走査時,

c. その他()

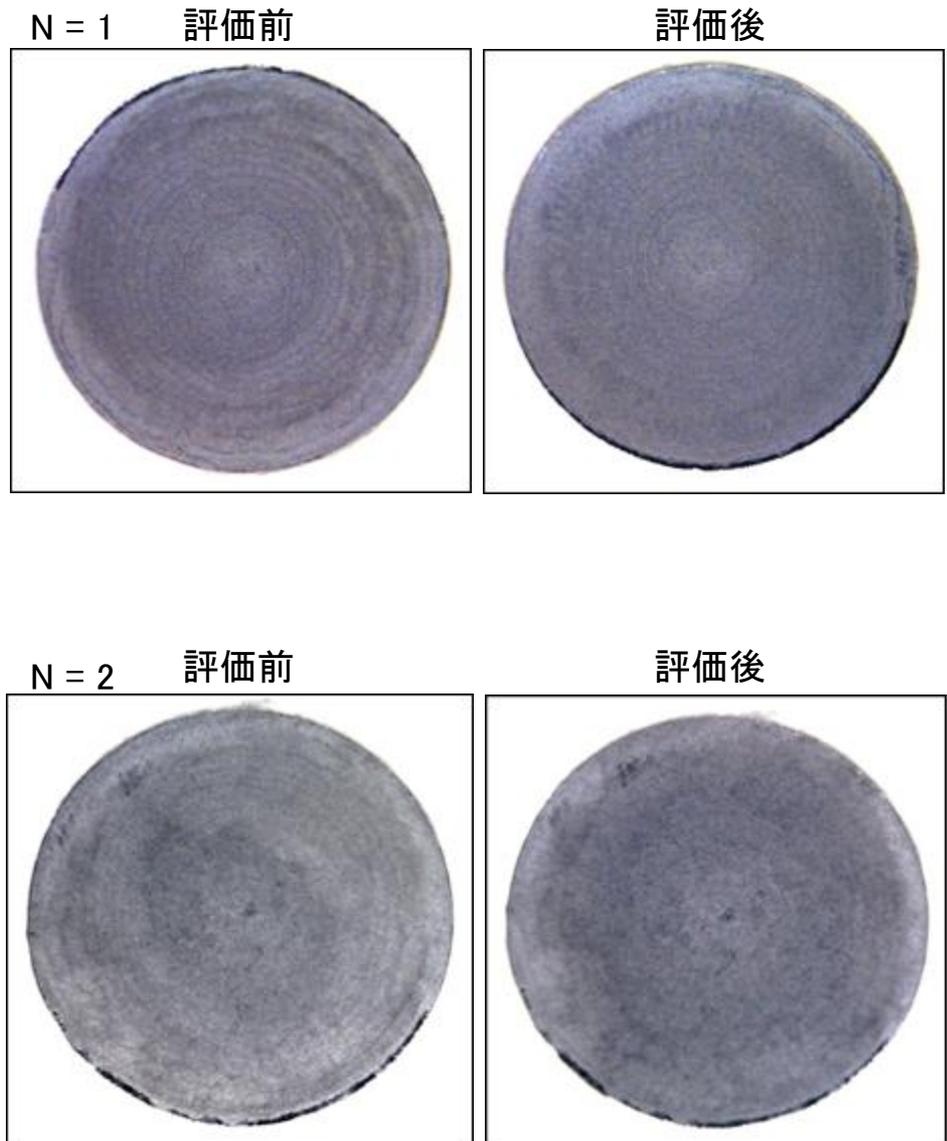


Fig.4 評価前後の試験電極表面の写真

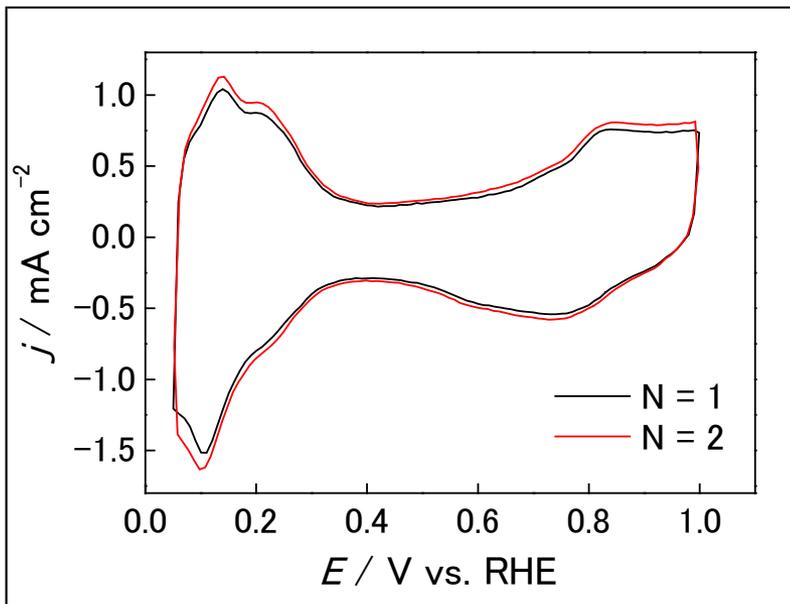


Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

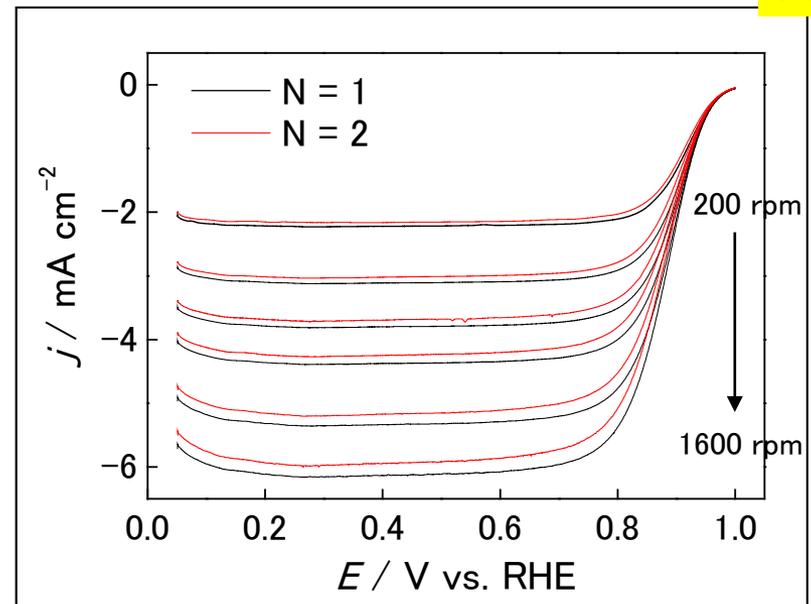


Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, (b.) FC-I2, c. FC-T1, d. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : $70.1 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}\text{-Pt}$ ($N = 1$)、 $74.5 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}\text{-Pt}$ ($N = 2$)
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: E / V vs. RHE が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類 (HClO_4)、濃度 (0.1 M)
6. 電解液量と温度: 液量 (ca.270 mL), 温度 (30 °C)
7. ECSA の評価法 (○印) : (a.) 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
8. 電位走査速度: 100 mV s^{-1}
9. 対極 (○印) : a. Pt板, (b.) Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : (a.) RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: E / V vs. RHE が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, (b.) 60 °C以外で評価した場合の温度 (30 °C)
4. 電極回転速度: 200、400、600、800、1200、1600 rpm (例えば500~3000 rpmの範囲で6種類の速度)

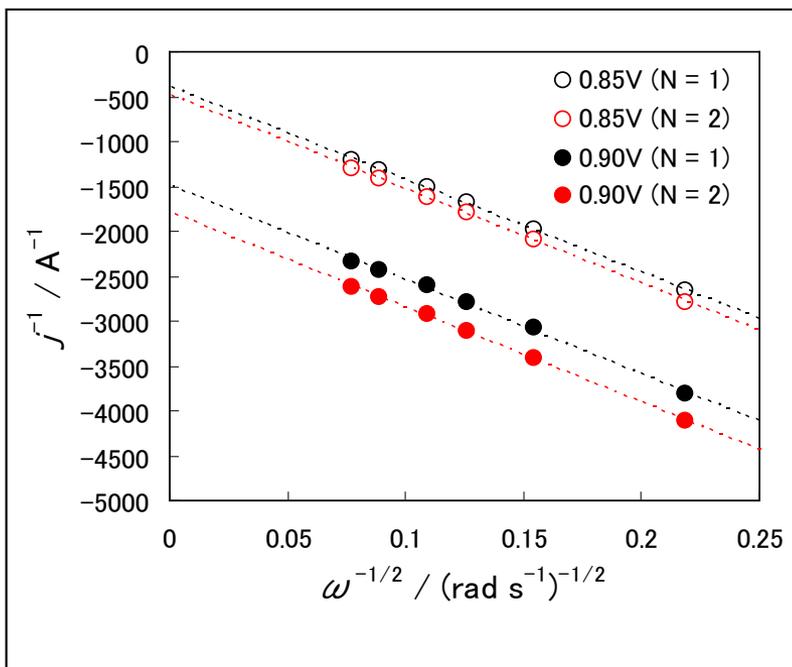


Fig.3 Koutecky-Levich プロット

(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)

1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度:

@0.85 V; **1110** A g⁻¹-Pt, **1590** μA cm⁻²-Pt
(N = 1)、901 A g⁻¹-Pt, 1210 μA cm⁻²-Pt (N = 2)

@0.90 V ; **292** A g⁻¹-Pt, **417** μA cm⁻²-Pt (N =
1)、243 A g⁻¹-Pt, 327 μA cm⁻²-Pt(N = 2)

(再現性をみるため複数の結果を場合には
数値を列挙)

2. 縦軸: j^{-1} / A^{-1} が望ましい

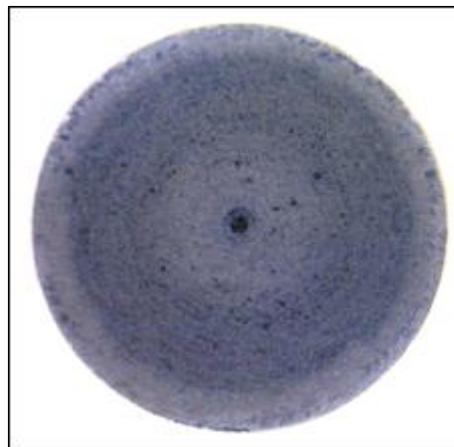
3. 横軸: $\omega^{-1/2} / (\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい

4. 電流値評価: a. カソード電位走査時,

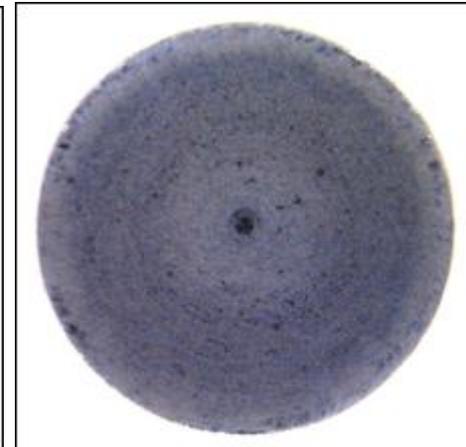
(b. **アノード電位走査時,**

c. その他()

N = 1 評価前



評価後



N = 2 評価前



評価後



Fig.4 評価前後の試験電極表面の写真

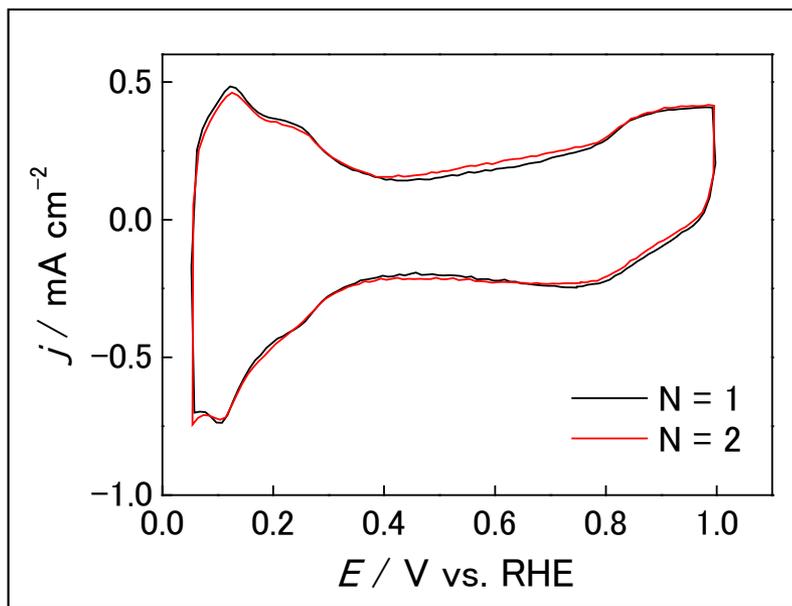


Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

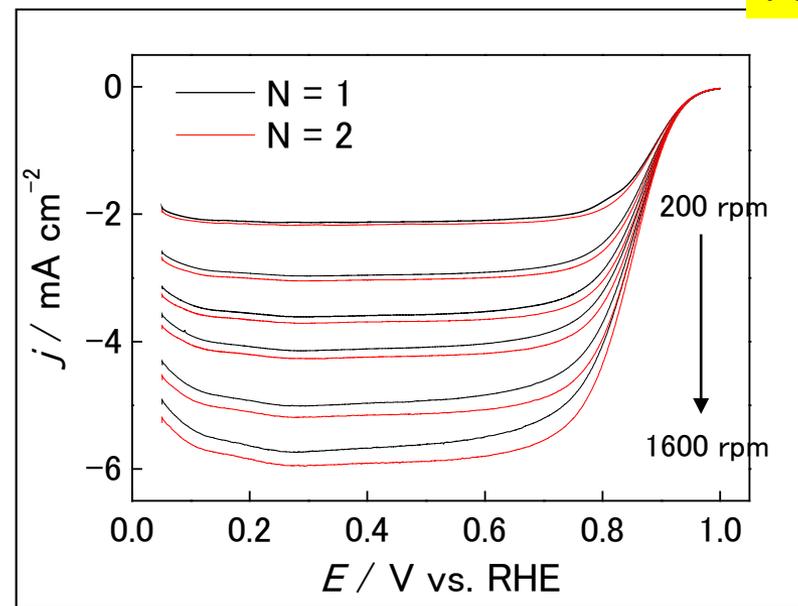


Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, (c) **FC-T1**, d. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : **34.4** m² g⁻¹-Pt (N = 1)、**32.8** m² g⁻¹-Pt (N = 2)
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類 (**HClO₄**)、濃度 (**0.1 M**)
6. 電解液量と温度: 液量 (**ca.270 mL**), 温度 (**30 °C**)
7. ECSA の評価法 (○印) : (a.) **水素吸着波**, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
8. 電位走査速度: **100 mV s⁻¹**
9. 対極 (○印) : a. Pt板, (b.) **Pt線**, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : (a.) **RHE**, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, (b.) 60 °C以外で評価した場合の温度 (30 °C)
4. 電極回転速度: 200、400、600、800、1200、1600 rpm (例えば500~3000 rpmの範囲で6種類の速度)

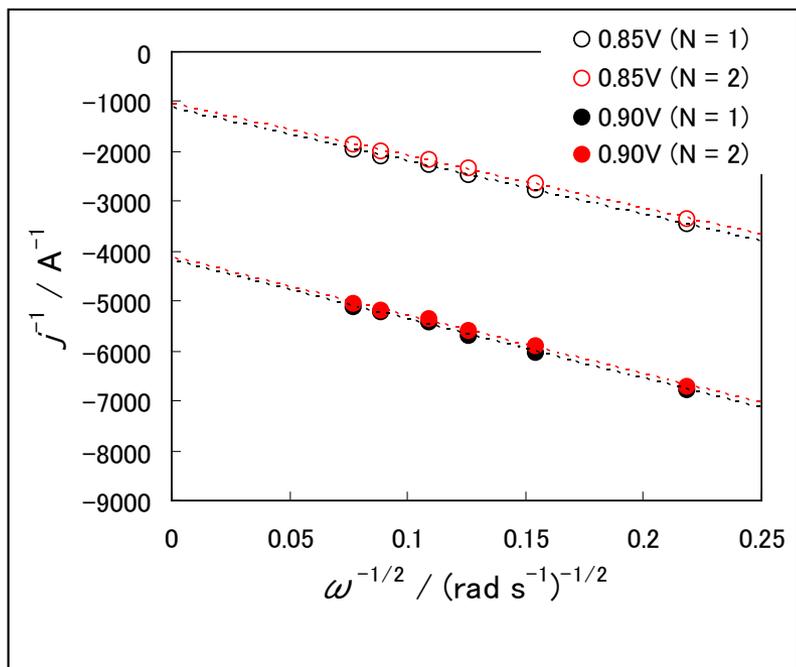


Fig.3 Koutecky-Levich プロット

(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)

1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度:

@0.85 V; 384 A g⁻¹-Pt, 1115 μA cm⁻²-Pt
(N = 1)、415 A g⁻¹-Pt, 1265 μA cm⁻²-Pt (N = 2)

@0.90 V ; 104 A g⁻¹-Pt, 302 μA cm⁻²-Pt (N =
1)、105 A g⁻¹-Pt, 320 μA cm⁻²-Pt(N = 2)

(再現性をみるため複数の結果を場合には
数値を列挙)

2. 縦軸: j^{-1} / A^{-1} が望ましい

3. 横軸: $\omega^{-1/2} / (\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい

4. 電流値評価: a. カソード電位走査時,

(b. **アノード電位走査時,**

c. その他()

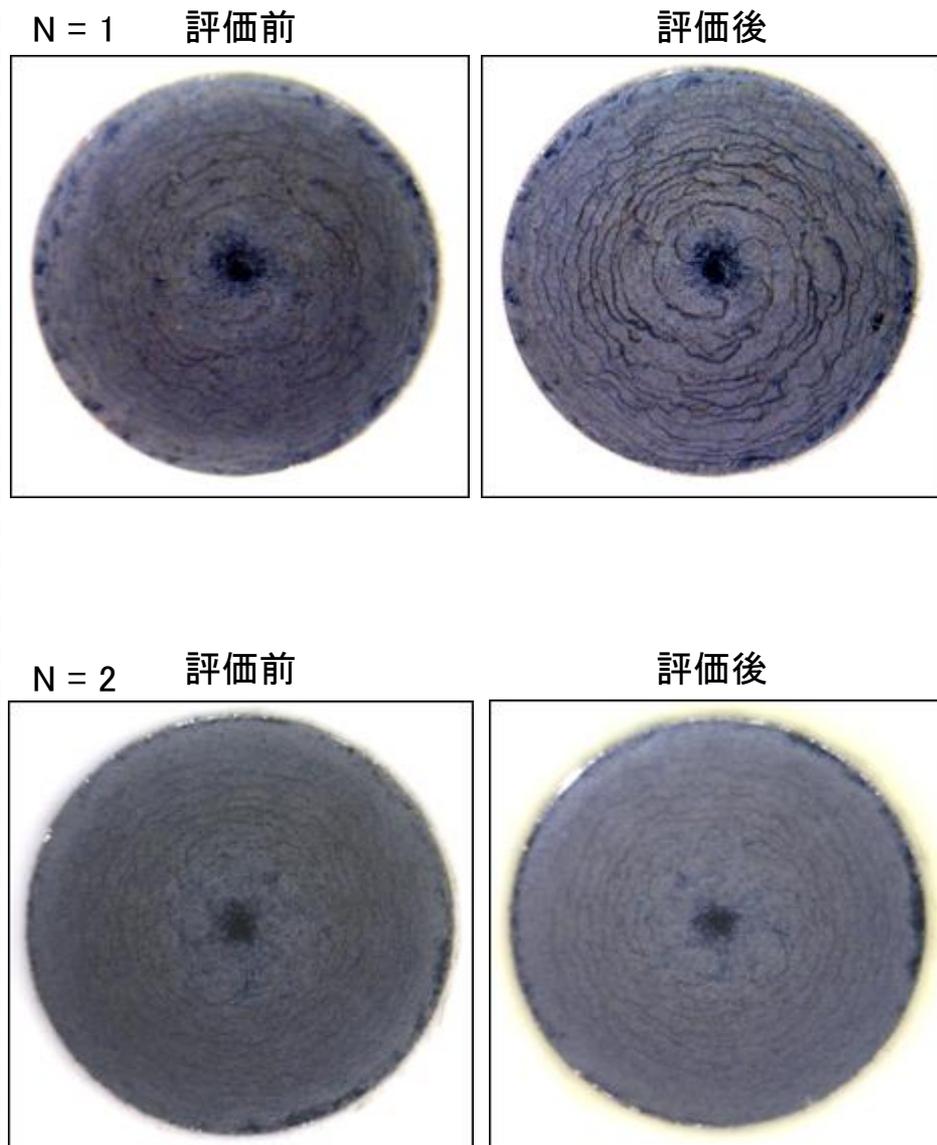


Fig.4 評価前後の試験電極表面の写真

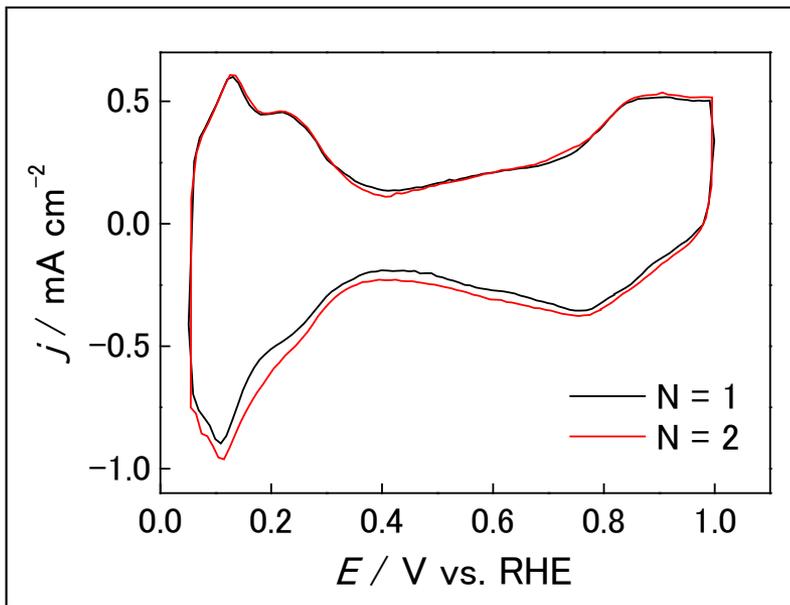


Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

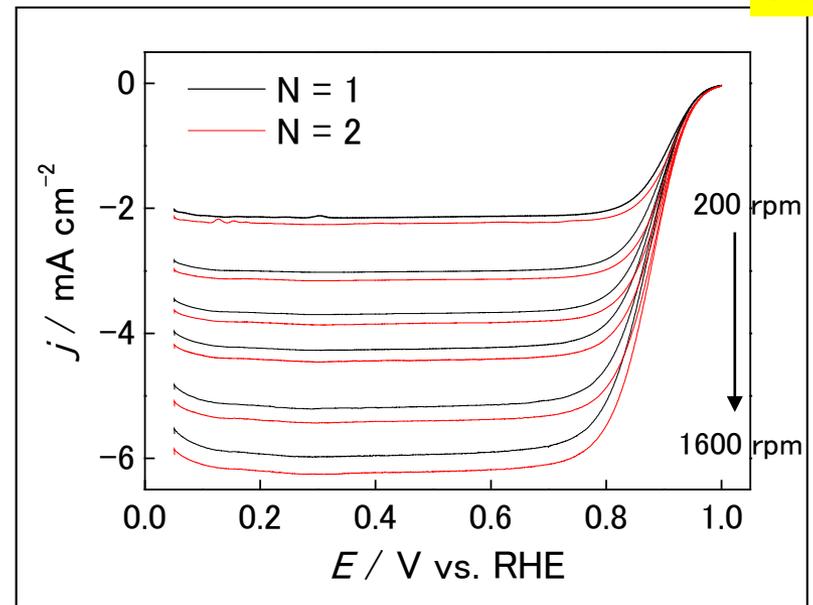


Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, (d.) **FC-J1**
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : **42.7** $\text{m}^2 \text{g}^{-1}\text{-Pt}$ ($N = 1$)、**45.6** $\text{m}^2 \text{g}^{-1}\text{-Pt}$ ($N = 2$)
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類 (HClO_4)、濃度 (**0.1 M**)
6. 電解液量と温度: 液量 (**ca.270 mL**), 温度 (**30 °C**)
7. ECSA の評価法 (○印) : (a.) **水素吸着波**, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
8. 電位走査速度: **100 mV s^{-1}**
9. 対極 (○印) : a. Pt板, (b.) **Pt線**, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : (a.) **RHE**, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. **60 °C**, (b.) **60 °C以外で評価した場合の温度 (30 °C)**
4. 電極回転速度: 200、400、600、800、1200、1600 rpm (例えば500~3000 rpmの範囲で6種類の速度)

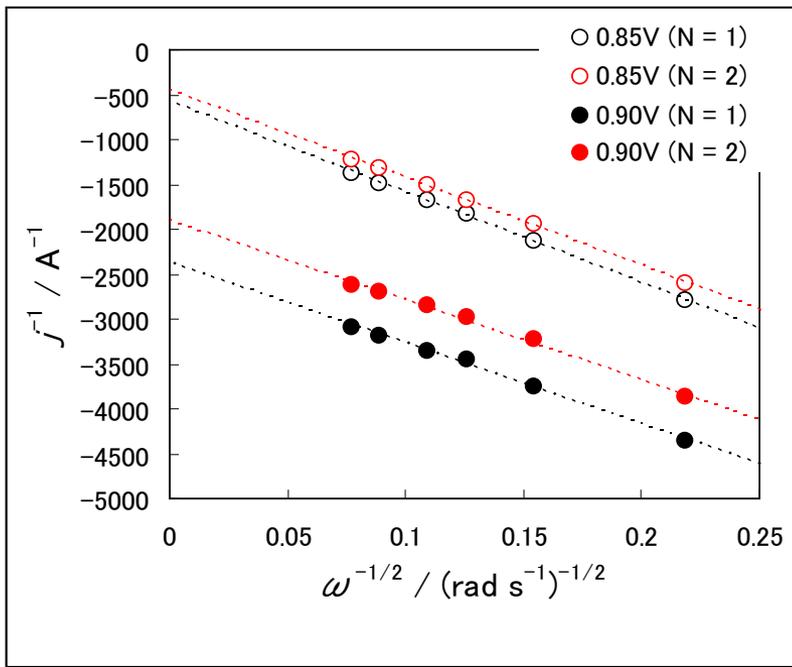


Fig.3 Koutecky-Levich プロット

(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)

1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度:

@0.85 V; 755 A g⁻¹-Pt, 1769 μA cm⁻²-Pt
(N = 1)、952 A g⁻¹-Pt, 2086 μA cm⁻²-Pt (N = 2)

@0.90 V ; 183 A g⁻¹-Pt, 430 μA cm⁻²-Pt (N =
1)、229 A g⁻¹-Pt, 501 μA cm⁻²-Pt(N = 2)

(再現性をみるため複数の結果を場合には
数値を列挙)

2. 縦軸: j^{-1} / A^{-1} が望ましい

3. 横軸: $\omega^{-1/2} / (\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい

4. 電流値評価: a. カソード電位走査時,

(b. **アノード電位走査時,**

c. その他()

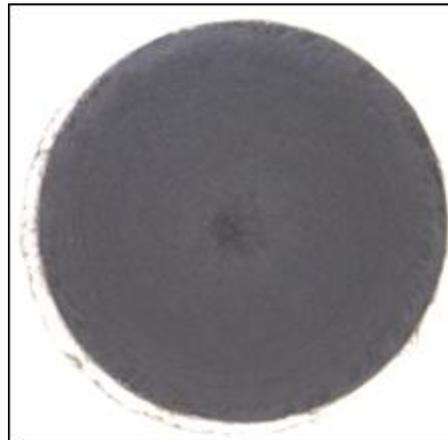
N = 1 評価前



評価後



N = 2 評価前



評価後



Fig.4 評価前後の試験電極表面の写真

評価条件

1. 酸の純度等: メーカー(関東化学), 酸の純度(Ultrapur)
2. 水の純度等: メーカーまたは製造機等(milipore MILLI-Q Advantage), 純度(抵抗率18.2 MΩ cm、TOC 4ppb)
3. 洗ビンの容器の材質: (PFA)
4. 電解槽および電気化学測定装置名等: (北斗電工 HZ-5000)
5. 電解槽の容積: ca. 300 mL
6. 電解槽の洗浄方法: (濃硝酸浴中で加熱、冷却後、超純水で洗浄)
7. 回転電極の電極部の大きさ: 直径(5 mm), チャンネルフロー電極の場合には電極サイズ等:
()
8. 試験電極作製法: (a) GC電極上にイオノマーと触媒の混合物を載せる, b. GC電極上に触媒を載せた上にイオノマーを滴下, c. その他()
9. 回転電極の試験電極部: Pt/C担持量(30.84 μg cm⁻²), イオノマー担持量(11.76 μg cm⁻²)
10. GC電極上への触媒担持方法(一回で担持、数度に分けて担持、その他の工夫などを簡潔に記述願います):
(自動滴下装置を使用し、触媒懸濁液10μLを3000滴に分けて滴下)
11. 試験電極作製時の加熱温度と時間: 25 °C, 60 min
12. ORR特性評価における電解液中での電極の前処理:
(CV:0.05~1.2 V、500 mV s⁻¹、100 cycle(N = 1)、100 cycle(N = 2))
13. ORR評価測定前酸素吹込時間: 30 min
14. ORR評価中の酸素吹込状況: a, 電解液中に吹き込み, (b) 液上部流通, c. 停止, d. その他
()
15. 特記事項:

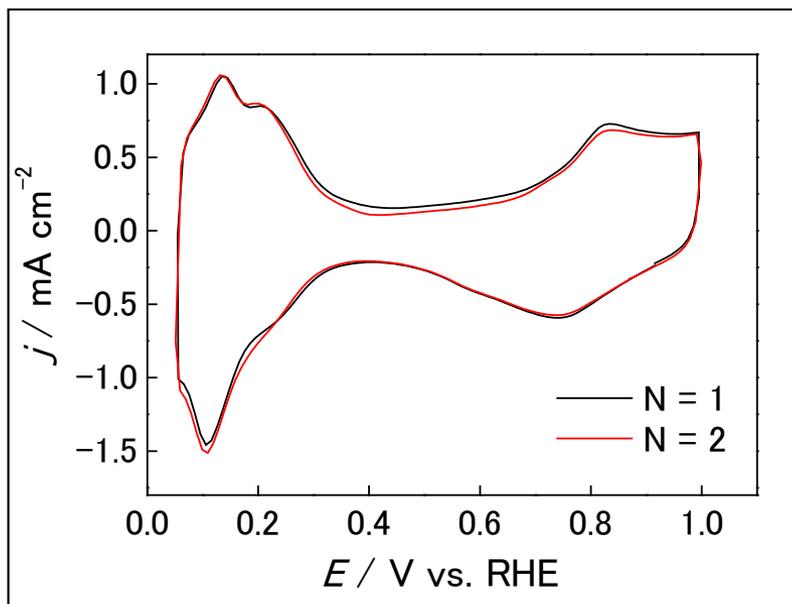


Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

1. 触媒 (○印) : **TEC10E50E**
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : **67.3 $\text{m}^2 \text{g}^{-1}$ -Pt(N = 1)**、**71.9 $\text{m}^2 \text{g}^{-1}$ -Pt(N = 2)**
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類 (**HClO_4**)、濃度 (**0.1 M**)
6. 電解液量と温度: 液量 (**ca.270 mL**)、温度 (**30 °C**)
7. ECSA の評価法 (○印) : (a.) **水素吸着波**, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他()
8. 電位走査速度: **100 mV s^{-1}**
9. 対極 (○印) : a. Pt板, (b.) **Pt線**, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : (a.) **RHE**, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

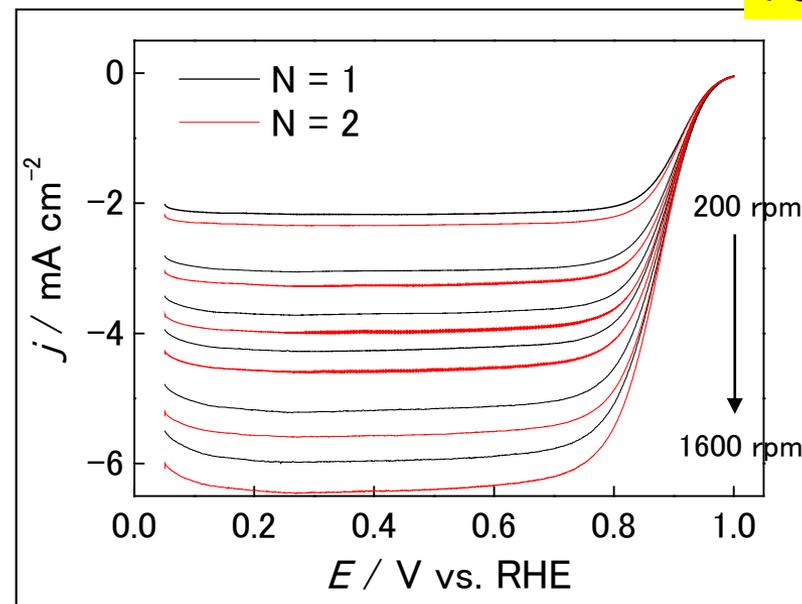


Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, (b.) 60 °C以外で評価した場合の温度 (30 °C)
4. 電極回転速度: **200、400、600、800、1200、1600 rpm** (例えば500~3000 rpmの範囲で6種類の速度)

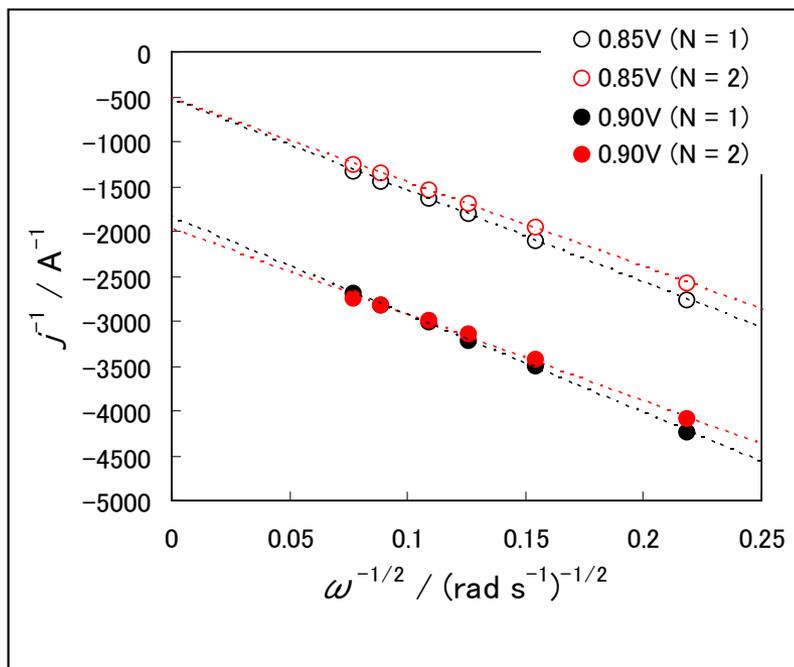


Fig.3 Koutecky-Levich プロット

(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)

1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度:

@0.85 V; 807 A g⁻¹-Pt, 1199 μA cm⁻²-Pt
(N = 1)、826 A g⁻¹-Pt, 1150 μA cm⁻²-Pt (N = 2)

@0.90 V ; 234 A g⁻¹-Pt, 349 μA cm⁻²-Pt (N =
1)、221 A g⁻¹-Pt, 308 μA cm⁻²-Pt(N = 2)

(再現性をみるため複数の結果を場合には
数値を列挙)

2. 縦軸: j^{-1} / A^{-1} が望ましい

3. 横軸: $\omega^{-1/2} / (\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい

4. 電流値評価: a. カソード電位走査時,

(b. **アノード電位走査時,**

c. その他()

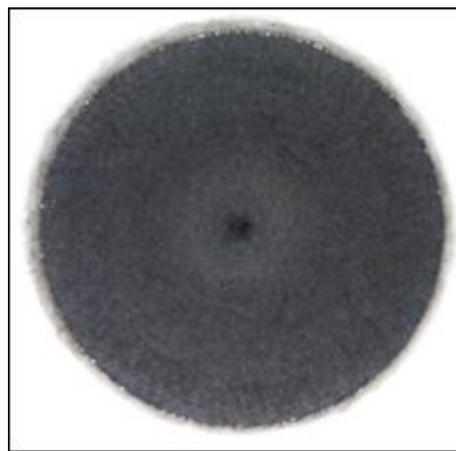
N = 1 評価前



評価後



N = 2 評価前



評価後

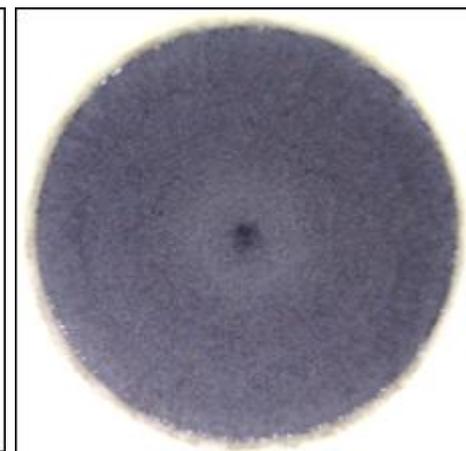


Fig.4 評価前後の試験電極表面の写真

評価条件

1. 酸の純度等：メーカー(**関東化学**), 酸の純度(**Ultrapur**)
2. 水の純度等：メーカーまたは製造機等(**Millipore**), 純度(**18.3M Ω**)
3. 洗ビンの容器の材質：(高純度テフロン(PFA)製)
4. 電解槽および電気化学測定装置名等：(**北斗電工(株)**)
5. 電解槽の容積：(**300 mL**)
6. 電解槽の洗浄方法：(**60wt% 硝酸** で **80°C** \times **6h**)
7. 回転電極の電極部の大きさ：直径(**5 mm**), チャンネルフロ-電極の場合には電極サイズ等：
8. 試験電極作製法： a. GC電極上にイオノマーと触媒の混合物を載せる(**b. GC電極上に触媒を載せた上にイオノマーを滴下**, c. その他())
9. 回転電極の試験電極部：Pt/C担持量(**8.0(FC-I1, I2, J1)** $\mu\text{g cm}^{-2}$ 、**10.0(FC-T1)** $\mu\text{g cm}^{-2}$),
イオノマー担持量(**0.05wt% 25 $\mu\text{L cm}^{-2}$**)
10. GC電極上への触媒担持方法(**電極部を回転させながら、マイクロシリンジポンプを使用し少量ずつ塗布**)
11. 試験電極作製時の加熱温度と時間： **25 °C**, 約**30 min**
12. ORR特性評価における電解液中での電極の前処理：
(**窒素中で0.05-1.2Vを0.5V/secで \sim 100回(EGSAが最大値になるまで)**)
13. ORR評価測定前酸素吹込時間： **30 min**
14. ORR評価中の酸素吹込状況： a, 電解液中に吹き込み, b. 液上部流通, c. 停止,
(**d. その他(30分間電解液中でバブリング後、液上に引き上げORR測定**)
15. 特記事項：

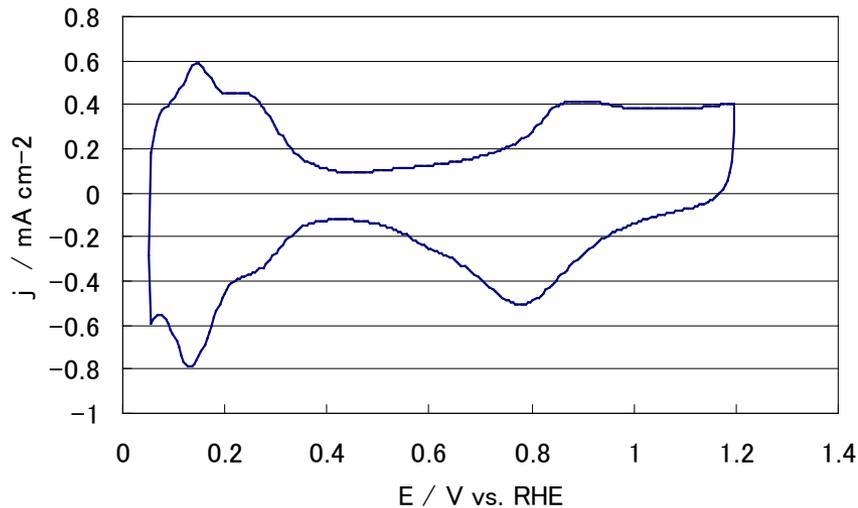


Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

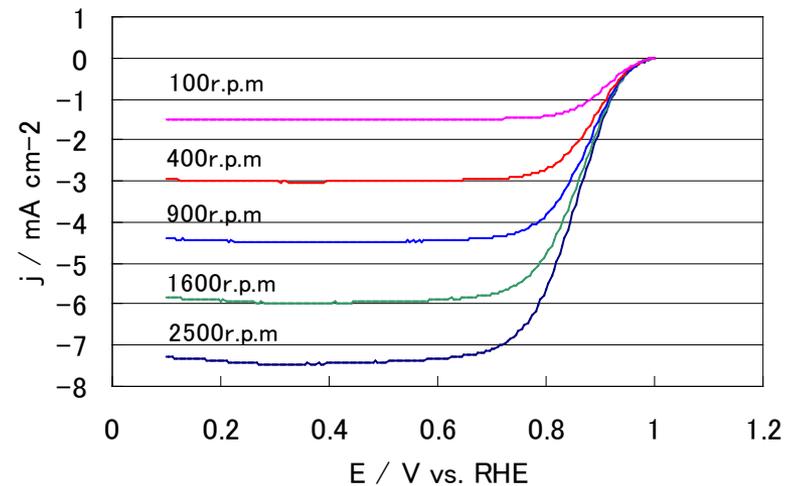
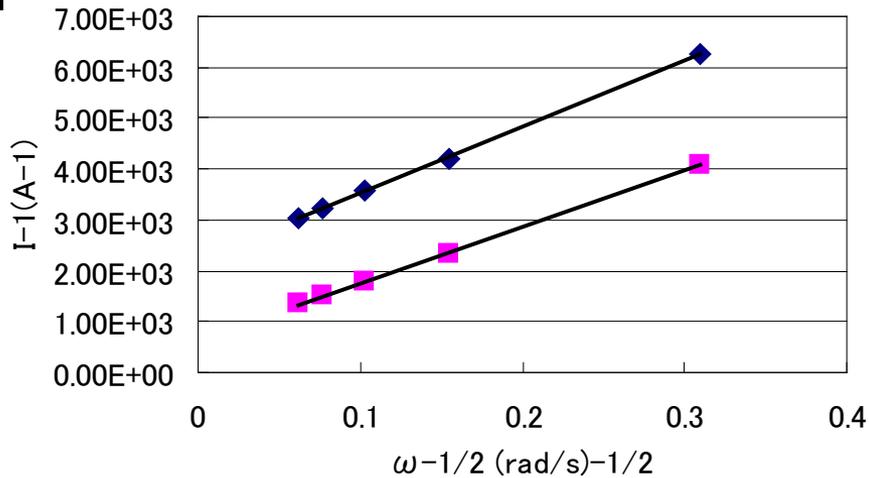


Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, d. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : 58.0 m² g⁻¹-(Pt)
3. 縦軸: j / mA cm⁻² (geometric) が望ましい
4. 横軸: E / V vs. RHE が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類(過塩素酸)、濃度(0.1M)
6. 電解液量と温度: 液量(300 mL), 温度(25 °C)
7. ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
8. 電位走査速度: 100 mV s⁻¹
9. 対極 (○印) : a. Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : a. RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: j / mA cm⁻² (geometric) が望ましい
2. 横軸: E / V vs. RHE が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度 (25 °C)
4. 電極回転速度: 任意(例えば500~3000 rpmの範囲で6種類の速度)



- ◆ $1/j$ (0.9V) $y = 13061.873498 x + 2221.297657$
- $1/j$ (0.85V) $y = 11125x + 645.38$

Fig.3 Koutecky-Levich プロット
(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)

1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度:
@0.85 V; **981 A g⁻¹-Pt, 1690 μA cm⁻²-Pt**
@0.90 V; **285 A g⁻¹-Pt, 490 μA cm⁻²-Pt**
(再現性をみるため複数の結果を場合には
数値を列挙)
2. 縦軸: j^{-1}/A^{-1} が望ましい
3. 横軸: $\omega^{-1/2}/(\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
4. 電流値評価: a. カソード電位走査時,
 ⓑ アノード電位走査時,
 c. その他()

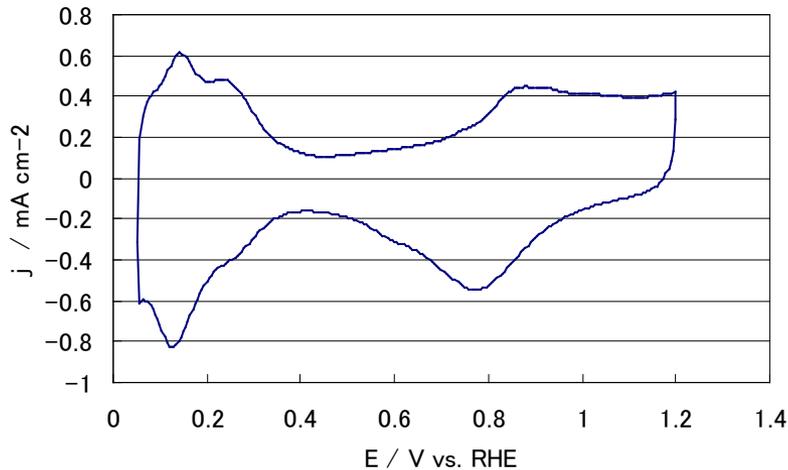


Fig.4 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

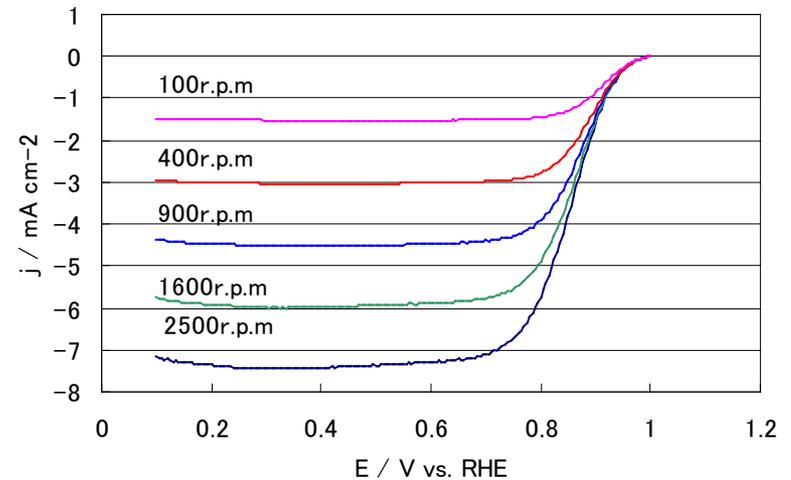


Fig.5 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, d. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : $58.5 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ -(Pt)
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類(過塩素酸)、濃度(0.1M)
6. 電解液量と温度: 液量(300 mL), 温度(25 °C)
7. ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
8. 電位走査速度: 100 mV s^{-1}
9. 対極 (○印) : a. Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : a. RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度 (25 °C)
4. 電極回転速度: 任意(例えば500~3000 rpmの範囲で6種類の速度)

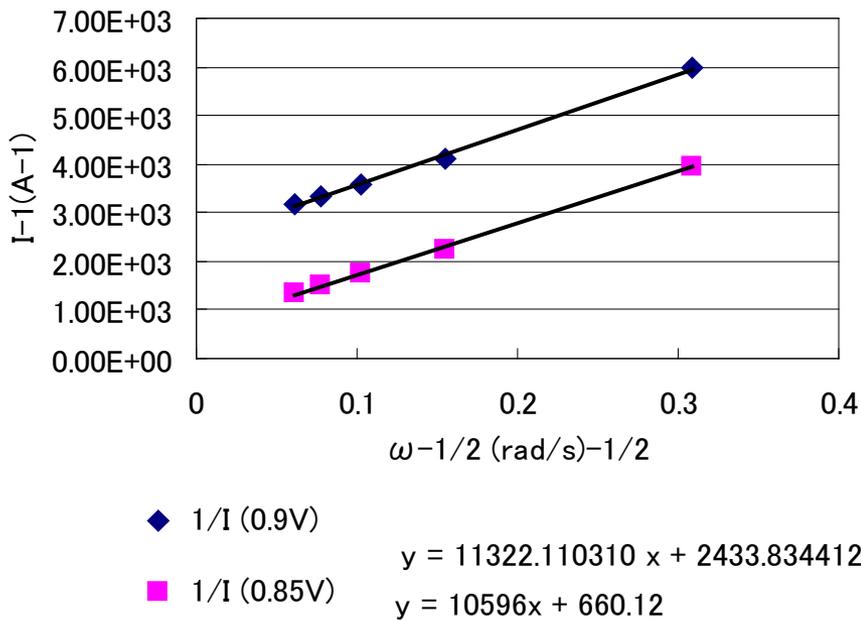


Fig.6 Koutecky-Levich プロット
(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)

- 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度:
@0.85 V; 959 A g⁻¹-Pt, 444 μA cm⁻²-Pt
@0.90 V; 260 A g⁻¹-Pt, 1640 μA cm⁻²-Pt
(再現性をみるため複数の結果を場合には
数値を列挙)
- 縦軸: $j^{1/2}/A^{-1}$ が望ましい
- 横軸: $\omega^{-1/2}/(\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
- 電流値評価: a. カソード電位走査時,
① アノード電位走査時,
c. その他()

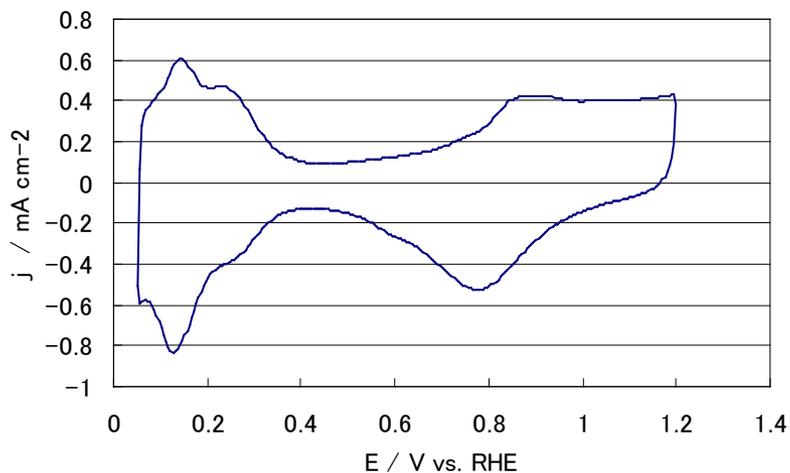


Fig.7 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

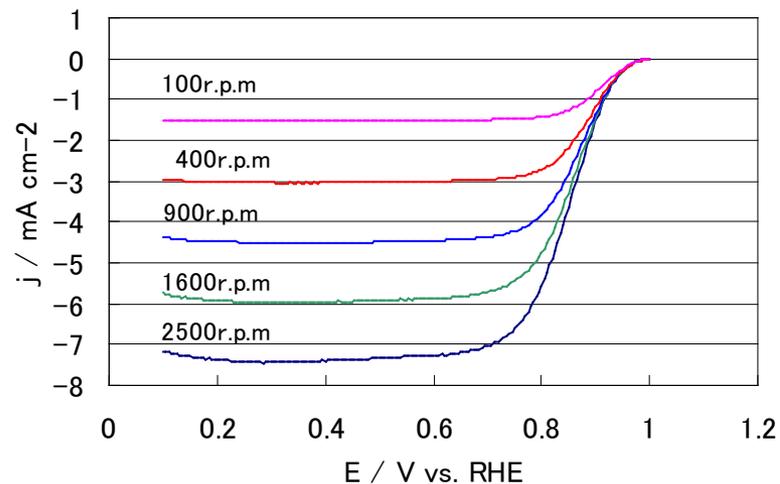
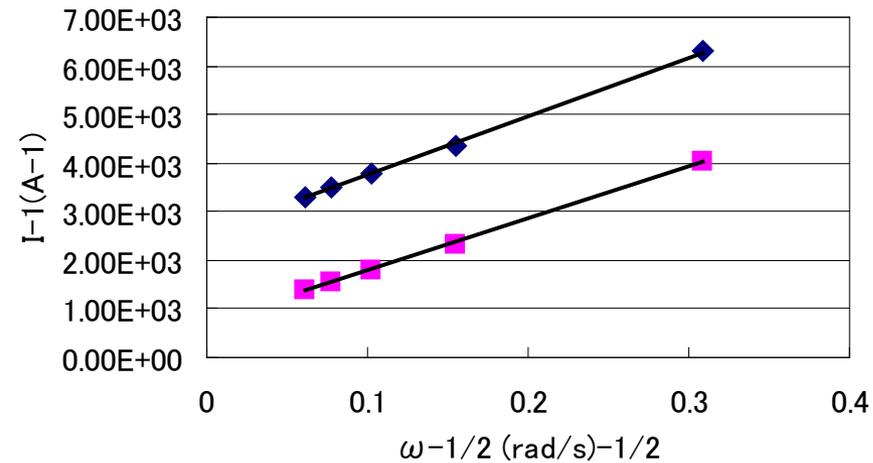


Fig.8 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, d. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : $61.3 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ -(Pt)
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類(過塩素酸)、濃度(0.1M)
6. 電解液量と温度: 液量(300 mL), 温度(25 °C)
7. ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
8. 電位走査速度: 100 mV s^{-1}
9. 対極 (○印) : a. Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : a. RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度 (25 °C)
4. 電極回転速度: 任意(例えば500~3000 rpmの範囲で6種類の速度)

B



◆ 1/I (0.9V) $y = 12105.814757 x + 2537.155938$

■ 1/I (0.85V) $y = 10756x + 707.41$

Fig.9 Koutecky-Levich プロット
(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)

1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度:
@0.85 V; **895A g⁻¹-Pt, 1460 μA cm⁻²-Pt**
@0.90 V; **249A g⁻¹-Pt, 406 μA cm⁻²-Pt**
(再現性をみるため複数の結果を場合には
数値を列挙)
2. 縦軸: j^{-1}/A^{-1} が望ましい
3. 横軸: $\omega^{-1/2}/(\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
4. 電流値評価: a. カソード電位走査時,
 ⓑ アノード電位走査時,
 c. その他()

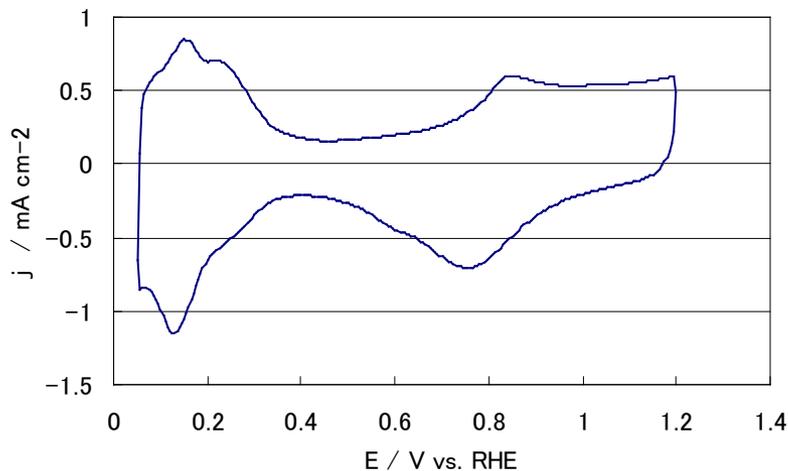


Fig.10 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

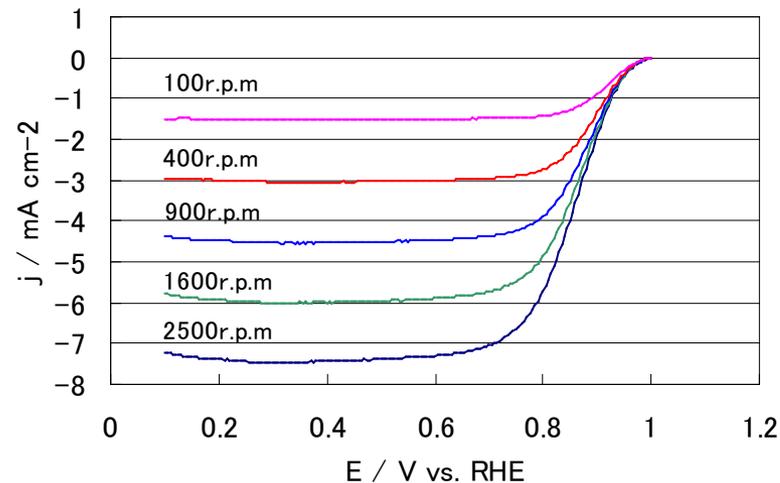


Fig.11 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, d. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : $79.5 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ -(Pt)
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類(過塩素酸)、濃度(0.1M)
6. 電解液量と温度: 液量(300 mL), 温度(25 °C)
7. ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他()
8. 電位走査速度: 100 mV s^{-1}
9. 対極 (○印) : a. Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : a. RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度 (25 °C)
4. 電極回転速度: 任意(例えば500~3000 rpmの範囲で6種類の速度)

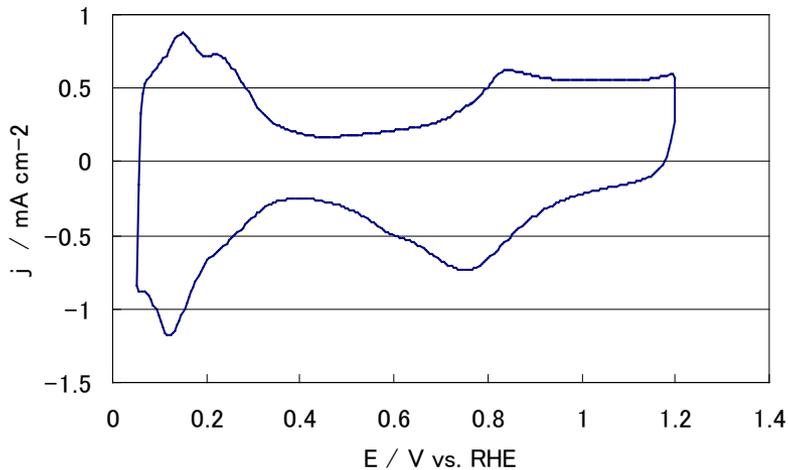


Fig.13 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

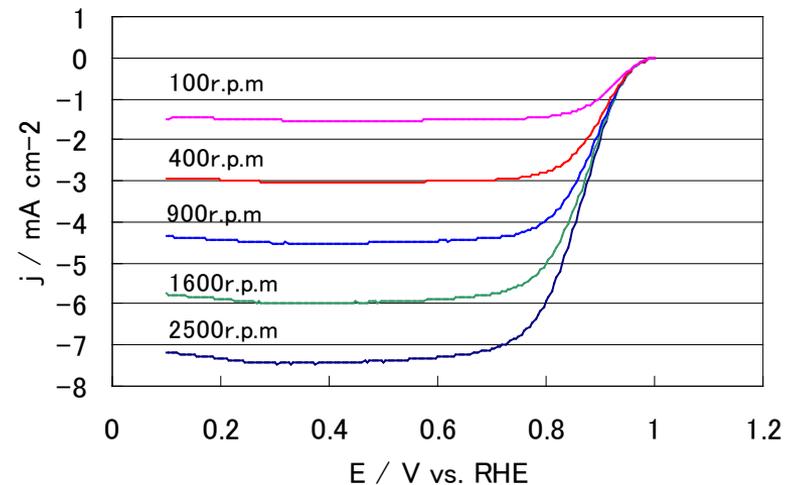


Fig.14 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, d. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : 77.3 m² g⁻¹-(Pt)
3. 縦軸: j / mA cm⁻² (geometric) が望ましい
4. 横軸: E / V vs. RHE が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類(過塩素酸)、濃度(0.1M)
6. 電解液量と温度: 液量(300 mL), 温度(25 °C)
7. ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
8. 電位走査速度: 100 mV s⁻¹
9. 対極 (○印) : a. Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : a. RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: j / mA cm⁻² (geometric) が望ましい
2. 横軸: E / V vs. RHE が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度 (25 °C)
4. 電極回転速度: 任意(例えば500~3000 rpmの範囲で6種類の速度)

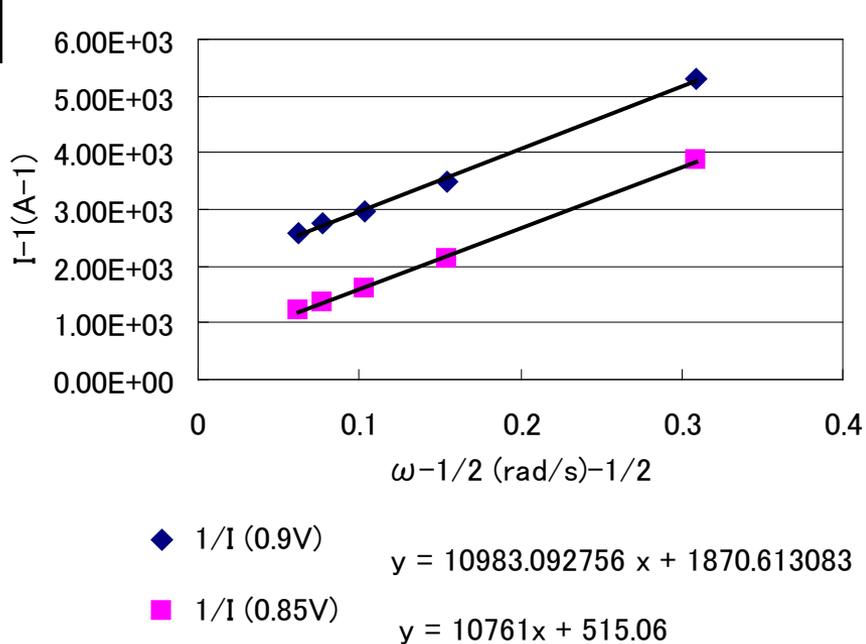


Fig.15 Koutecky-Levich プロット
(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)

1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度:
@0.85 V; $1229 \text{ A g}^{-1}\text{-Pt}$, $1590 \mu \text{ A cm}^{-2}\text{-Pt}$
@0.90 V; $338 \text{ A g}^{-1}\text{-Pt}$, $437 \mu \text{ A cm}^{-2}\text{-Pt}$
(再現性をみるため複数の結果を場合には
数値を列挙)
2. 縦軸: j^{-1}/A^{-1} が望ましい
3. 横軸: $\omega^{-1/2}/(\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
4. 電流値評価: a. カソード電位走査時,
 ⓑ アノード電位走査時,
 c. その他()

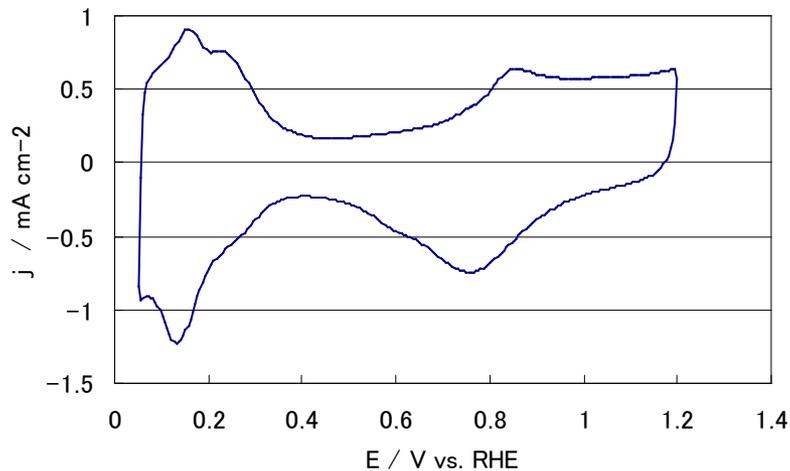


Fig.16 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

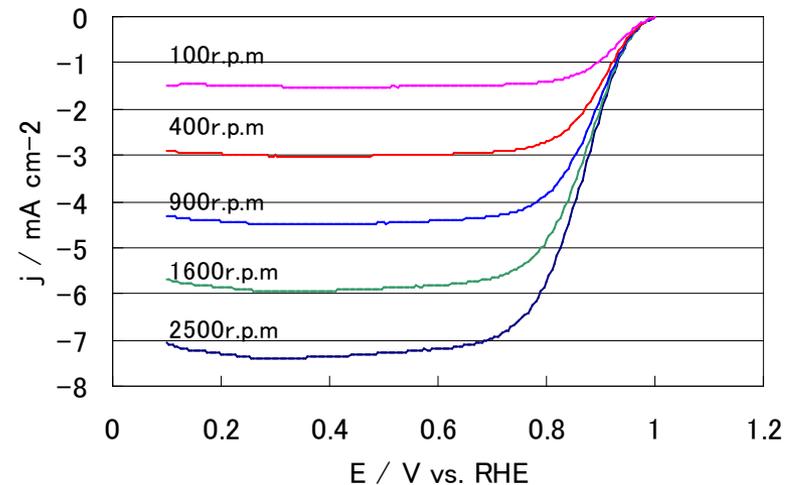


Fig.17 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, d. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : $84.7 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ -(Pt)
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類(過塩素酸)、濃度(0.1M)
6. 電解液量と温度: 液量(300 mL), 温度(25 °C)
7. ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
8. 電位走査速度: 100 mV s^{-1}
9. 対極 (○印) : a. Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : a. RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度 (25 °C)
4. 電極回転速度: 任意(例えば500~3000 rpmの範囲で6種類の速度)

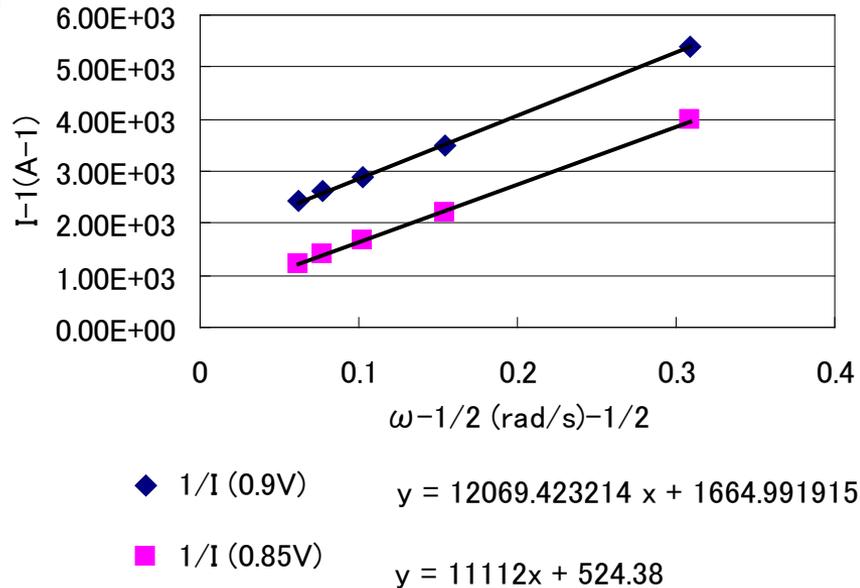


Fig.18 Koutecky-Levich プロット
(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)

1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける活性化支配電流密度:
 @0.85 V; **1208 A g⁻¹-Pt, 1430 μA cm⁻²-Pt**
 @0.90 V; **380 A g⁻¹-Pt, 449 μA cm⁻²-Pt**
 (再現性をみるため複数の結果を場合には数値を列挙)
2. 縦軸: j^{-1}/A^{-1} が望ましい
3. 横軸: $\omega^{-1/2}/(\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
4. 電流値評価: a. カソード電位走査時,
 (b) アノード電位走査時,
 c. その他()

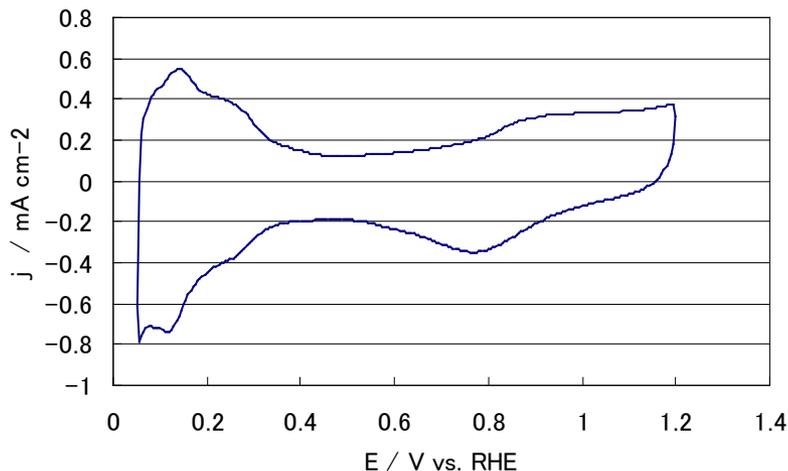


Fig.19 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

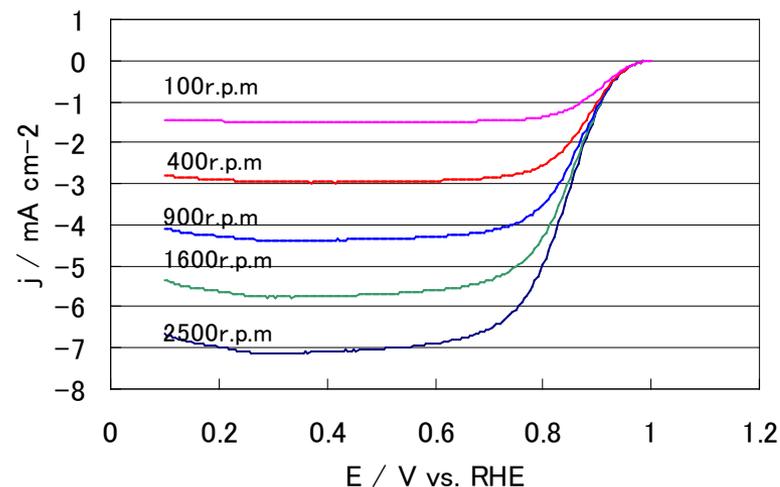


Fig.20 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, d. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : 36.3 m² g⁻¹-(Pt)
3. 縦軸: j / mA cm⁻² (geometric) が望ましい
4. 横軸: E / V vs. RHE が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類(過塩素酸)、濃度(0.1M)
6. 電解液量と温度: 液量(300 mL), 温度(25 °C)
7. ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
8. 電位走査速度: 100 mV s⁻¹
9. 対極 (○印) : a. Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : a. RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: j / mA cm⁻² (geometric) が望ましい
2. 横軸: E / V vs. RHE が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度 (25 °C)
4. 電極回転速度: 任意(例えば500~3000 rpmの範囲で6種類の速度)

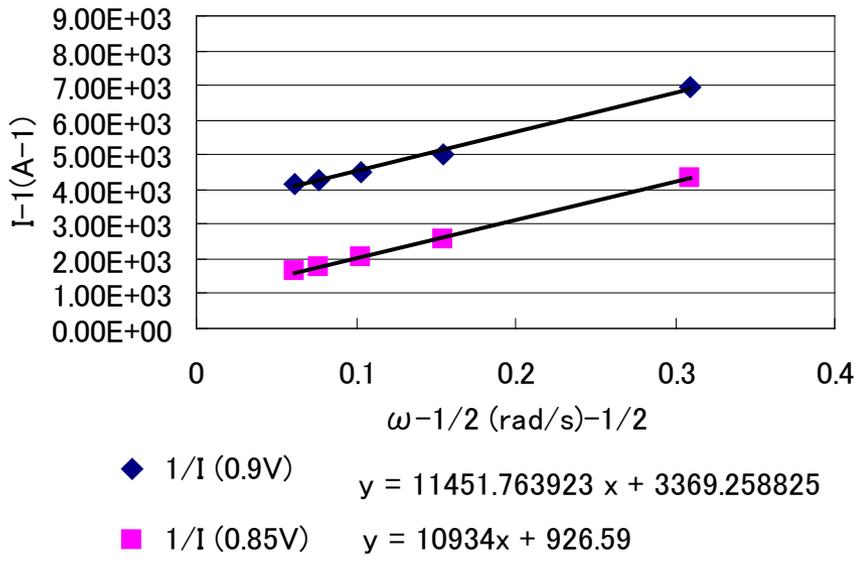


Fig.21 Koutecky-Levich プロット
(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)

1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度:
 @0.85 V; **546 A g⁻¹-Pt, 1500 μ A cm⁻²-Pt**
 @0.90 V; **150 A g⁻¹-Pt, 413 μ A cm⁻²-Pt**
 (再現性をみるため複数の結果を場合には
数値を列挙)
2. 縦軸: $j^{1/2}/A^{-1}$ が望ましい
3. 横軸: $\omega^{-1/2}/(\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
4. 電流値評価: a. カソード電位走査時,
 (b) アノード電位走査時,
 c. その他()

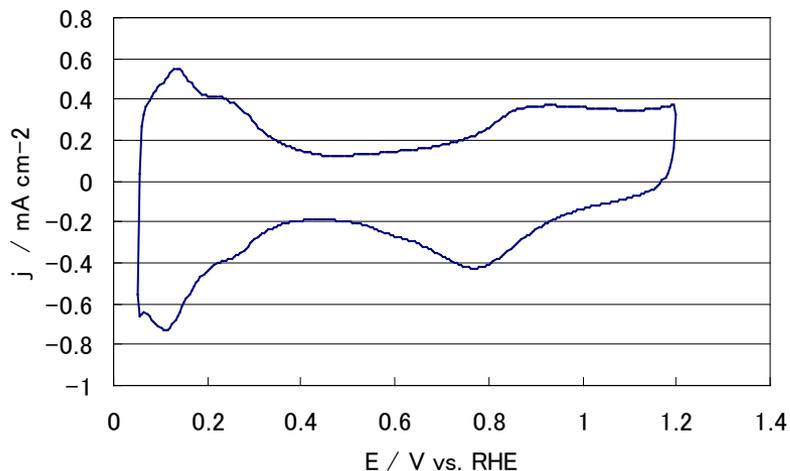


Fig.22 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

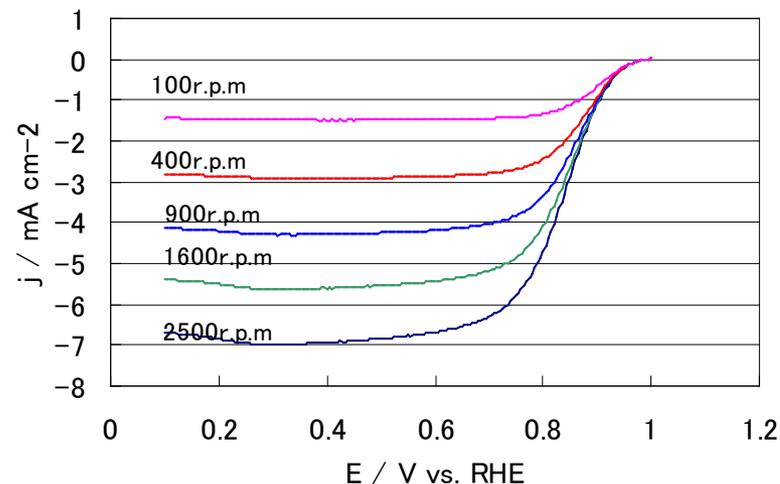


Fig.23 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, d. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : $37.5 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ -(Pt)
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類(過塩素酸)、濃度(0.1M)
6. 電解液量と温度: 液量(300 mL), 温度(25 °C)
7. ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
8. 電位走査速度: 100 mV s^{-1}
9. 対極 (○印) : a. Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : a. RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度 (25 °C)
4. 電極回転速度: 任意(例えば500~3000 rpmの範囲で6種類の速度)

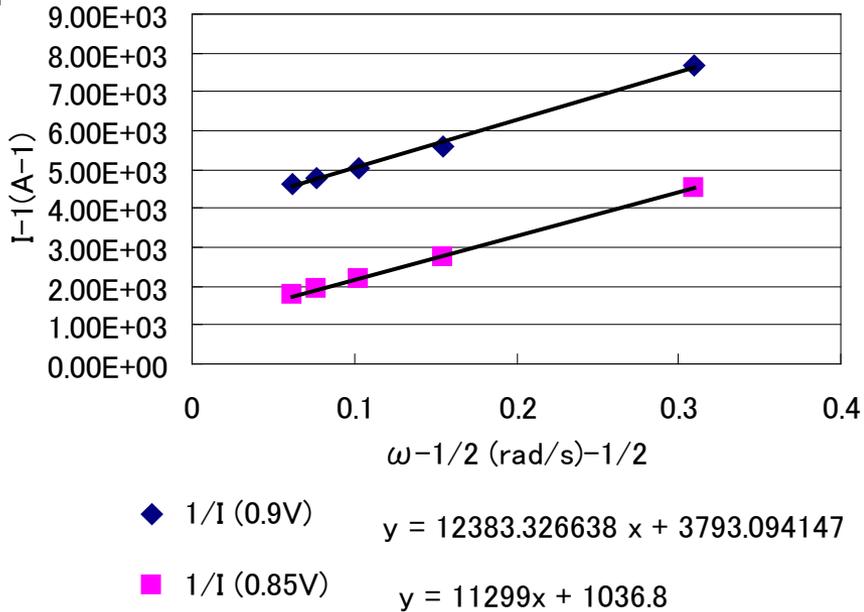


Fig.24 Koutecky-Levich プロット
(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)

1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度:
@0.85 V; $488 \text{ A g}^{-1}\text{-Pt}$, $1300 \mu \text{ A cm}^{-2}\text{-Pt}$
@0.90 V; $133 \text{ A g}^{-1}\text{-Pt}$, $355 \mu \text{ A cm}^{-2}\text{-Pt}$
(再現性をみるため複数の結果を場合には
数値を列挙)
2. 縦軸: j^{-1} / A^{-1} が望ましい
3. 横軸: $\omega^{-1/2} / (\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
4. 電流値評価: a. カソード電位走査時,
① アノード電位走査時,
c. その他()

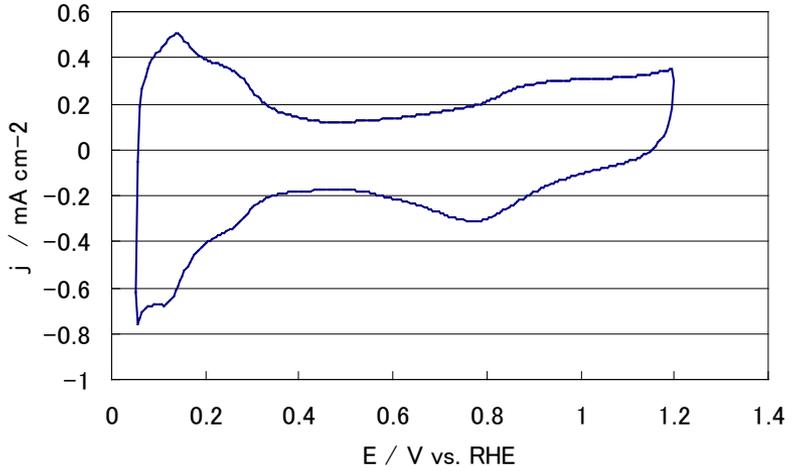


Fig.25 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

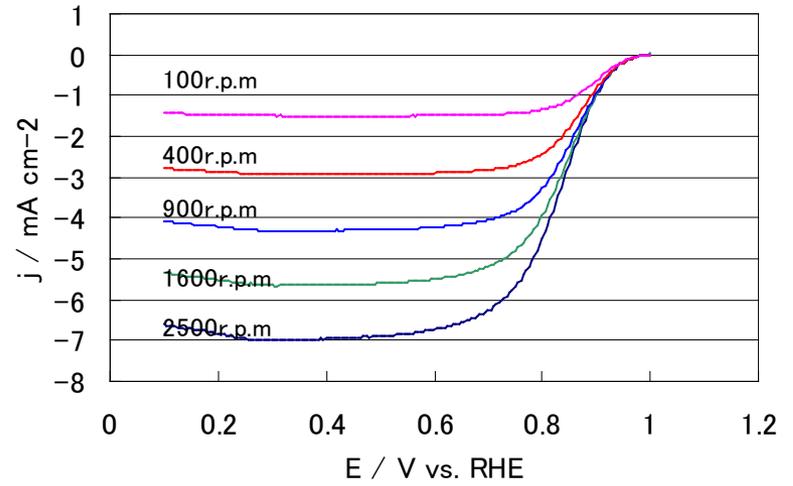


Fig.26 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, d. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : 28.4 m² g⁻¹-(Pt)
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類(過塩素酸)、濃度(0.1M)
6. 電解液量と温度: 液量(300 mL), 温度(25 °C)
7. ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
8. 電位走査速度: 100 mV s⁻¹
9. 対極 (○印) : a. Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : a. RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度 (25 °C)
4. 電極回転速度: 任意(例えば500~3000 rpmの範囲で6種類の速度)

B

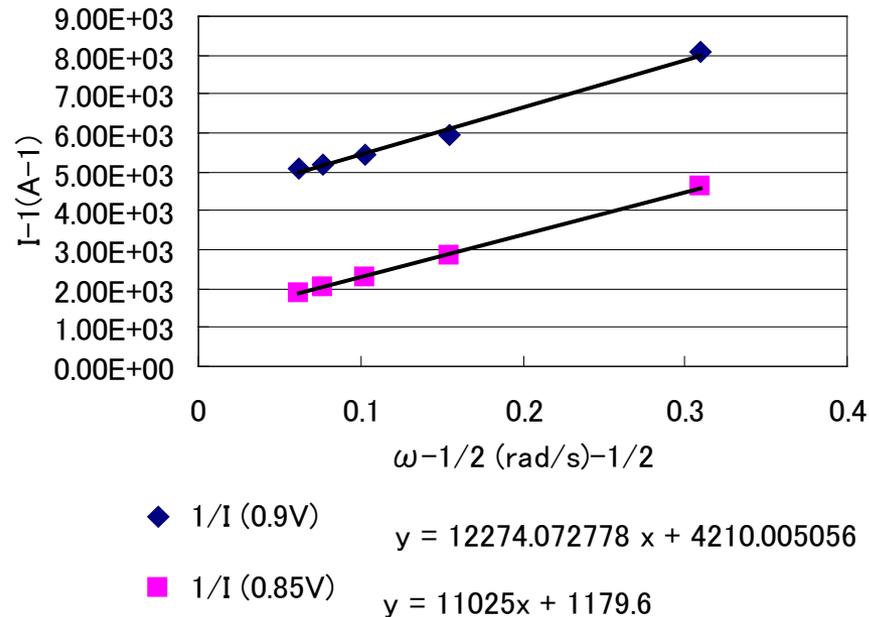


Fig.27 Koutecky-Levich プロット
(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)

1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度:
@0.85 V; $429 \text{ A g}^{-1}\text{-Pt}$, $1510 \mu \text{ A cm}^{-2}\text{-Pt}$
@0.90 V; $120 \text{ A g}^{-1}\text{-Pt}$, $423 \mu \text{ A cm}^{-2}\text{-Pt}$
(再現性をみるため複数の結果を場合には
数値を列挙)
2. 縦軸: j^{-1}/A^{-1} が望ましい
3. 横軸: $\omega^{-1/2}/(\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
4. 電流値評価: a. カソード電位走査時,
 ⓑ アノード電位走査時,
 c. その他()

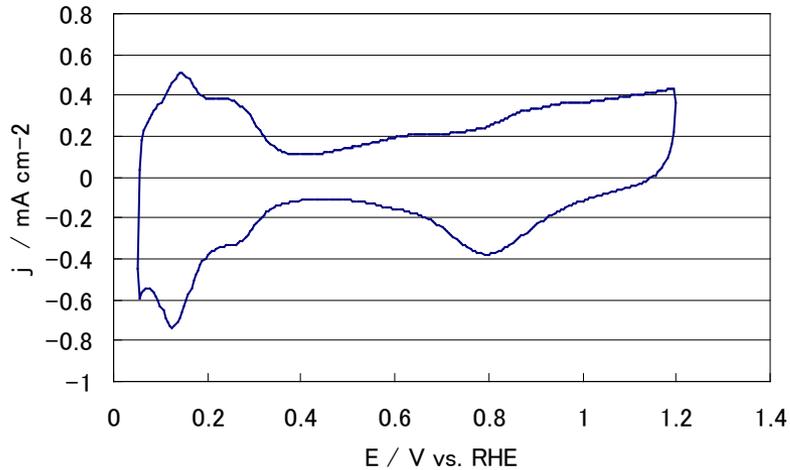


Fig.28 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

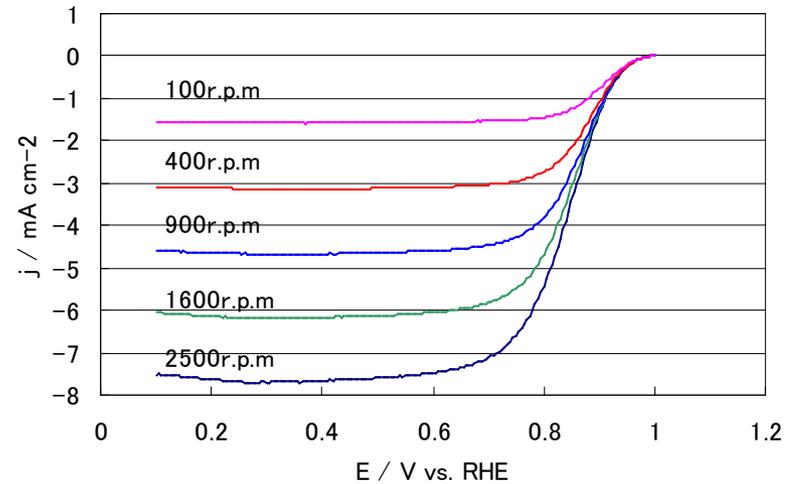


Fig.29 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, d. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : $54.9 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}(\text{Pt})$
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類(過塩素酸)、濃度(0.1M)
6. 電解液量と温度: 液量(300 mL), 温度(25 °C)
7. ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
8. 電位走査速度: 100 mV s^{-1}
9. 対極 (○印) : a. Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : a. RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度 (25 °C)
4. 電極回転速度: 任意(例えば500~3000 rpmの範囲で6種類の速度)

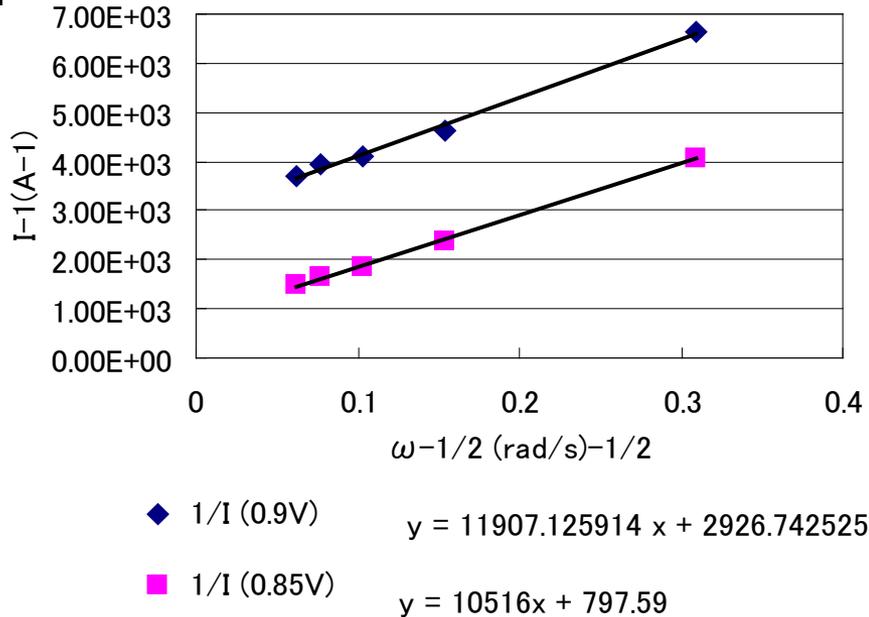


Fig.30 Koutecky-Levich プロット
(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)

1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度:
@0.85 V; $835 \text{ A g}^{-1}\text{-Pt}$, $1520 \mu \text{ A cm}^{-2}\text{-Pt}$
@0.90 V; $228 \text{ A g}^{-1}\text{-Pt}$, $415 \mu \text{ A cm}^{-2}\text{-Pt}$
(再現性をみるため複数の結果を場合には
数値を列挙)
2. 縦軸: j^1/A^{-1} が望ましい
3. 横軸: $\omega^{-1/2}/(\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
4. 電流値評価: a. カソード電位走査時,
 ⓑ アノード電位走査時,
 c. その他()

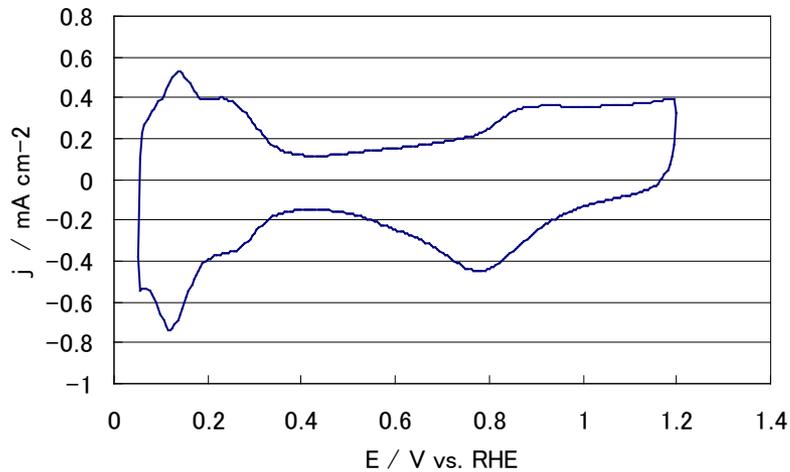


Fig.31 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

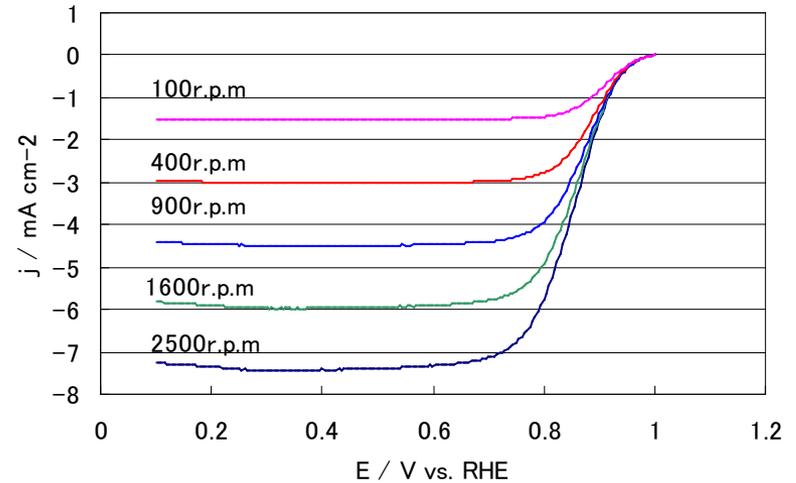


Fig.32 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, d. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : $51.3 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}(\text{Pt})$
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類(過塩素酸)、濃度(0.1M)
6. 電解液量と温度: 液量(300 mL), 温度(25 °C)
7. ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
8. 電位走査速度: 100 mV s^{-1}
9. 対極 (○印) : a. Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : a. RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度 (25 °C)
4. 電極回転速度: 任意(例えば500~3000 rpmの範囲で6種類の速度)

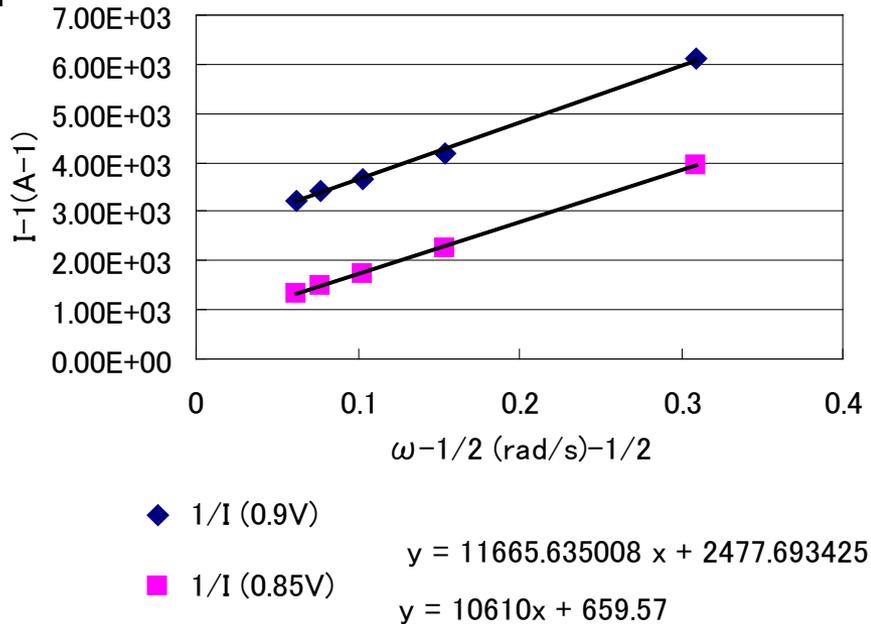


Fig.33 Koutecky-Levich プロット
(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)

1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度:
@0.85 V; $1009 \text{ A g}^{-1}\text{-Pt}$, $1970 \mu \text{ A cm}^{-2}\text{-Pt}$
@0.90 V; $269 \text{ A g}^{-1}\text{-Pt}$, $524 \mu \text{ A cm}^{-2}\text{-Pt}$
(再現性をみるため複数の結果を場合には
数値を列挙)
2. 縦軸: j^{-1}/A^{-1} が望ましい
3. 横軸: $\omega^{-1/2}/(\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
4. 電流値評価: a. カソード電位走査時,
 ⓑ アノード電位走査時,
 c. その他()

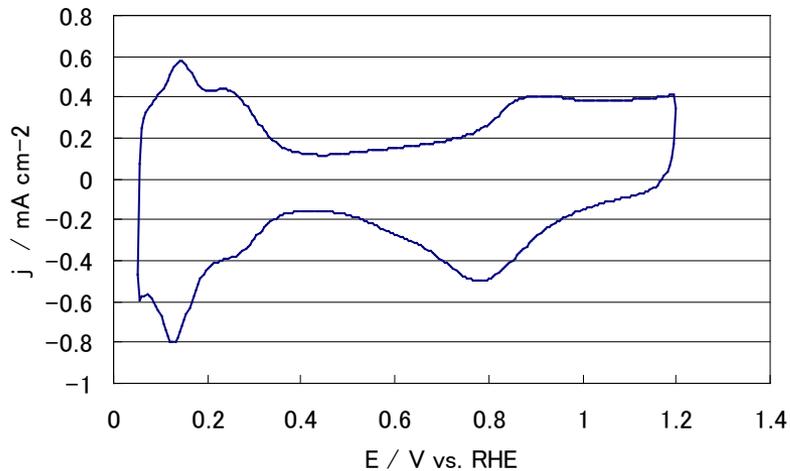


Fig.34 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

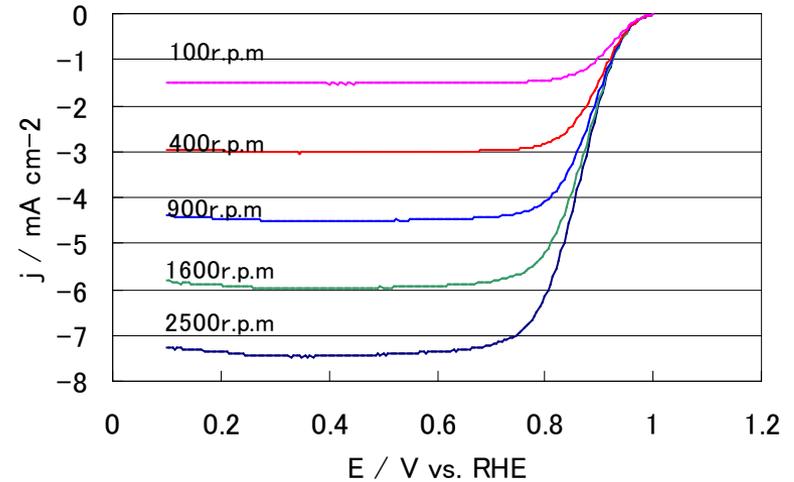


Fig.35 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, d. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : $55.9 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}(\text{Pt})$
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類(過塩素酸)、濃度(0.1M)
6. 電解液量と温度: 液量(300 mL), 温度(25 °C)
7. ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
8. 電位走査速度: 100 mV s^{-1}
9. 対極 (○印) : a. Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : a. RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度 (25 °C)
4. 電極回転速度: 任意(例えば500~3000 rpmの範囲で6種類の速度)

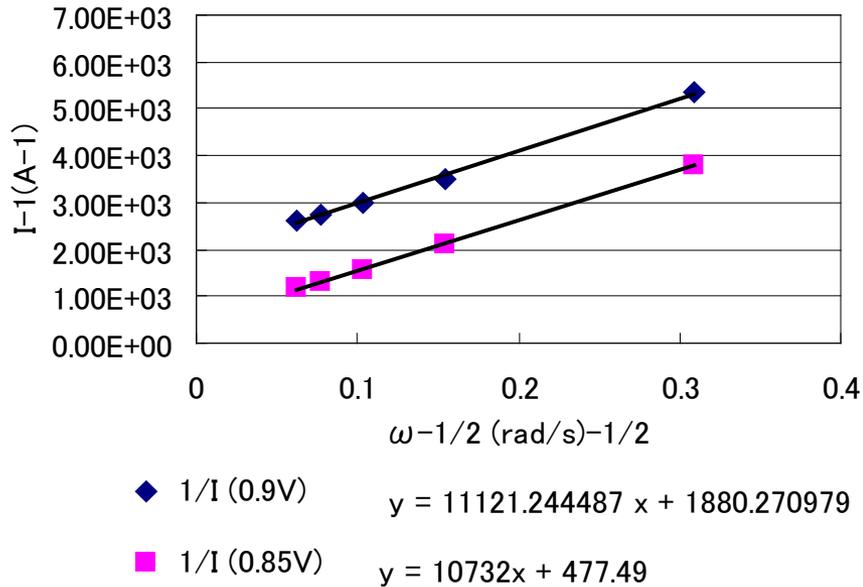


Fig.36 Koutecky-Levich プロット
(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)

- 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける活性化支配電流密度:
 @0.85 V; **1397A g⁻¹-Pt, 2500 μA cm⁻²-Pt**
 @0.90 V; **354A g⁻¹-Pt, 633 μA cm⁻²-Pt**
 (再現性をみるため複数の結果を場合には数値を列挙)
- 縦軸: j^1/A^{-1} が望ましい
- 横軸: $\omega^{-1/2}/(\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
- 電流値評価: a. カソード電位走査時,
 (b) アノード電位走査時,
 c. その他()

付属データ

Table.1 各触媒の物性値と活性値

		FC-T1	FC-I1	FC-I2	FC-J1
CO吸着量からの Pt表面積(m ² /g-Pt)		41.3	58.6	89.2	46.7
ECSA (m ² /g-Pt)	1	36.3	58.0	79.5	54.9
	2	37.5	58.5	77.3	51.3
	3	28.4	61.3	84.7	55.9
	平均	34.1	59.3	80.5	54.0
Ik@0.9 (A/g-Pt)	1	150	285	327	228
	2	133	260	338	269
	3	120	249	380	354
	平均	134.7	264.9	348.6	283.6
Ik@0.85 (A/g-Pt)	1	546	981	1080	835
	2	488	959	1229	1009
	3	429	895	1208	1397
	平均	488	945	1172	1080
SA@0.9 (A/m ² -Pt)	1	4.14	4.91	4.11	4.15
	2	3.56	4.44	4.38	5.24
	3	4.24	4.07	4.49	6.34
	平均	3.98	4.48	4.33	5.24
SA@0.85 (A/m ² -Pt)	1	15.0	16.9	13.6	15.2
	2	13.0	16.4	15.9	19.7
	3	15.1	14.6	14.3	25.0
	平均	14.4	16.0	14.6	20.0

付属データ

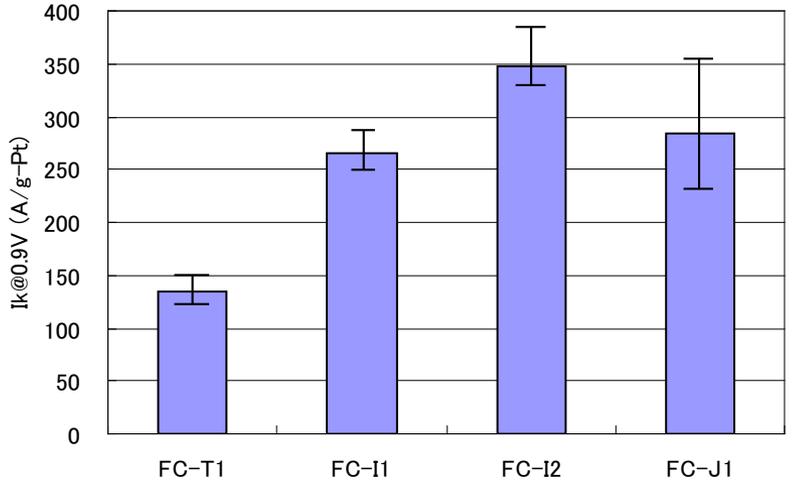


Fig.37 各触媒の $I_k@0.9V$

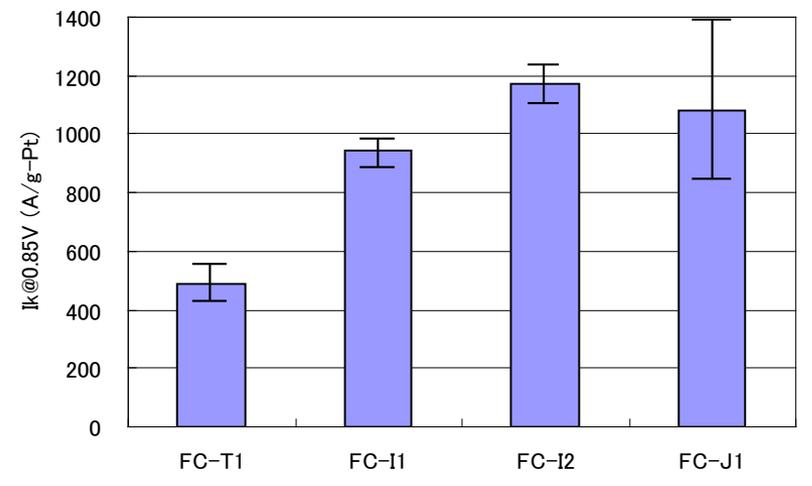


Fig.38 各触媒の $I_k@0.85V$

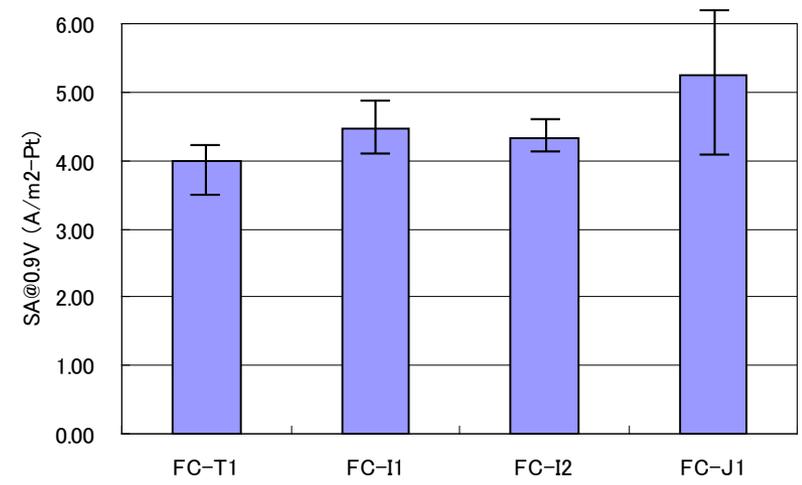


Fig.39 各触媒の $SA@0.85V$

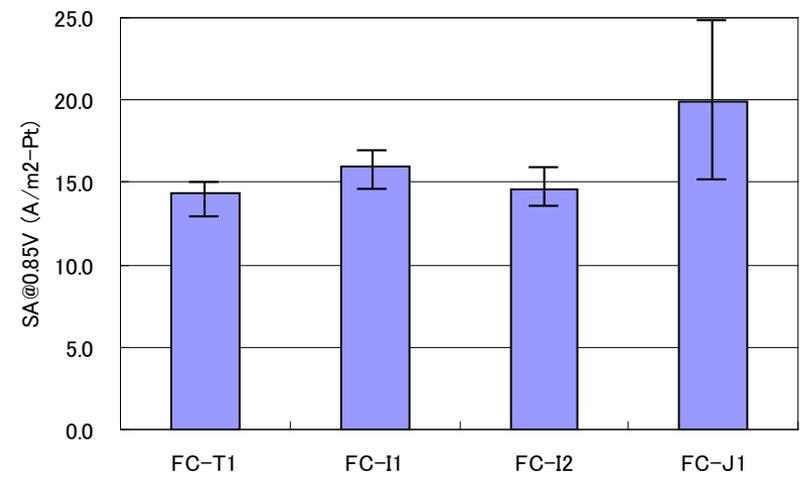


Fig.40 各触媒の $SA@0.85V$

- FC-I1, I2, T1のばらつき*1は I_k 、 SA ともに±10%程度
- FC-J1のばらつき*1は I_k 、 SA ともに±30程度

*1 ばらつき=(最大、最小値-平均値)/平均値×100

付属データ

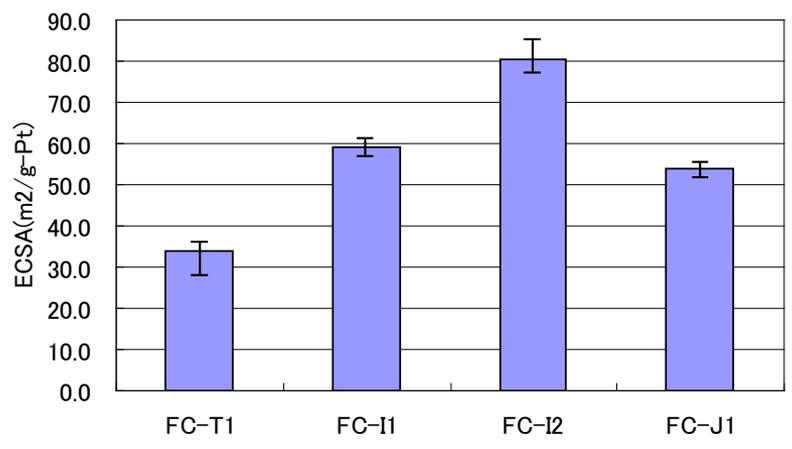


Fig.41 各触媒のECSA

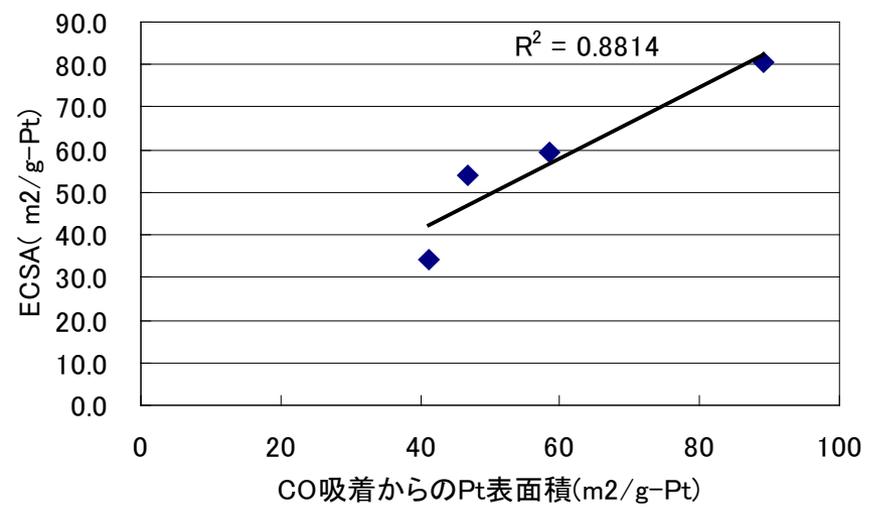


Fig.42 各触媒のECSA

- ・ ECSAのばらつき*1は各触媒とも約±5%
- ・ CO吸着量から求めたPt表面積(日本ベル様ご教示データ)とRDEで得られたECSAの相関性は高い

評価条件

1. 酸の純度等：メーカー(**関東化学**), 酸の純度(**Ultrapur**)
2. 水の純度等：メーカーまたは製造機等(**Millipore**), 純度(**18.3M Ω**)
3. 洗ビンの容器の材質：(**高純度テフロン(PFA)製**)
4. 電解槽および電気化学測定装置名等：(**北斗電工(株)**)
5. 電解槽の容積： **300 mL**
6. 電解槽の洗浄方法：(**60%硝酸で80°C6h → 純水煮沸**)
7. 回転電極の電極部の大きさ：直径(**5 mm**), チャンネルフロー電極の場合には電極サイズ等：
8. 試験電極作製法：(**a. GC電極上にイオノマーと触媒の混合物を載せる, b. GC電極上に触媒を載せた上にイオノマーを滴下, c. その他**)
9. 回転電極の試験電極部：Pt/C担持量(**FC-T1, FC-T2: 32 $\mu\text{g cm}^{-2}$**)
イオノマー担持量(**FC-T1, FC-T2: 1.9 $\mu\text{g cm}^{-2}$**)
10. GC電極上への触媒担持方法(一回で担持、数度に分けて担持、その他の工夫などを簡潔に記述願います)：
(**電極部を回転させながら、マイクロシリンジポンプを少量ずつ塗布**)
11. 試験電極作製時の加熱温度と時間： **25 °C, 30 min**
12. ORR特性評価における電解液中での電極の前処理：
(**波形が安定するまで、N₂中0.05-1.2Vを0.5V/secにて数百サイクル走引**)
13. ORR評価測定前酸素吹込時間： **30 min**
14. ORR評価中の酸素吹込状況： a, 電解液中に吹き込み, (**b. 液上部流通**), c. 停止, d. その他
()
15. 特記事項：

FCCJが提案した評価方法プロトコルに準じた場合には、該当する箇所にその事を記述してください。

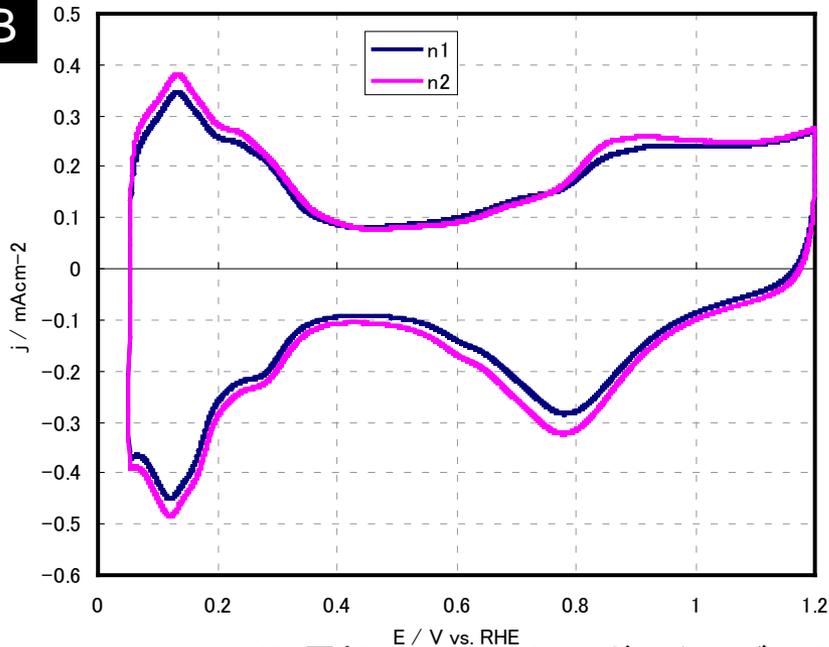


Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

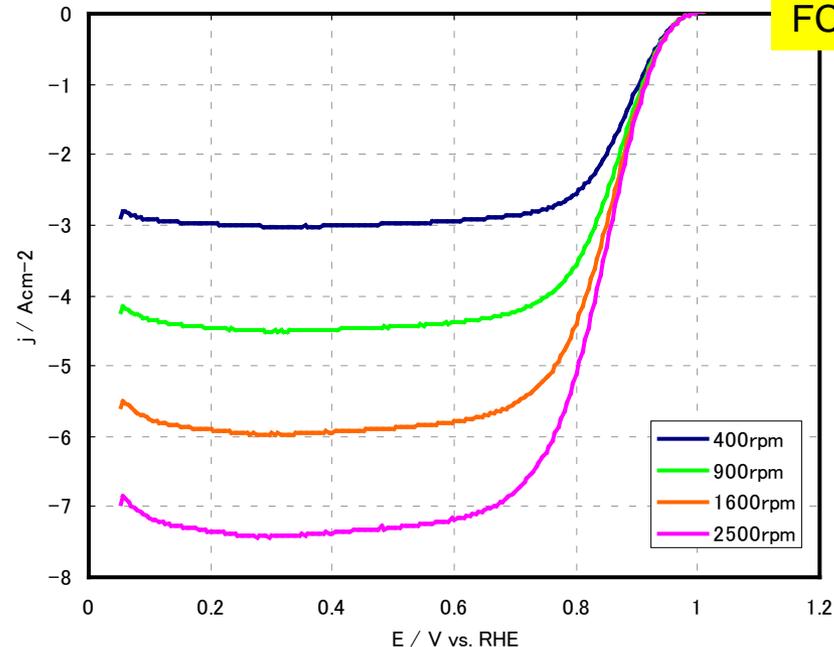


Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, **c. FC-T1**, d. FC-T2, e. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : 39.6, 43.8 $\text{m}^2 \text{g}^{-1}$ -Pt
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類 (過塩素酸)、濃度 (0.1M)
6. 電解液量と温度: 液量 (300 mL), 温度 (25 °C)
7. ECSA の評価法 (○印) : **a. 水素吸着波**, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
8. 電位走査速度: 50 mV s^{-1}
9. 対極 (○印) : a. Pt板, **b. Pt線**, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : **a. RHE**, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, **b. 60 °C以外で評価した場合の温度 (25 °C)**
4. 電極回転速度: 400, 900, 1600, 2500rpm
5. 電位走査速度: 10 mV s^{-1}

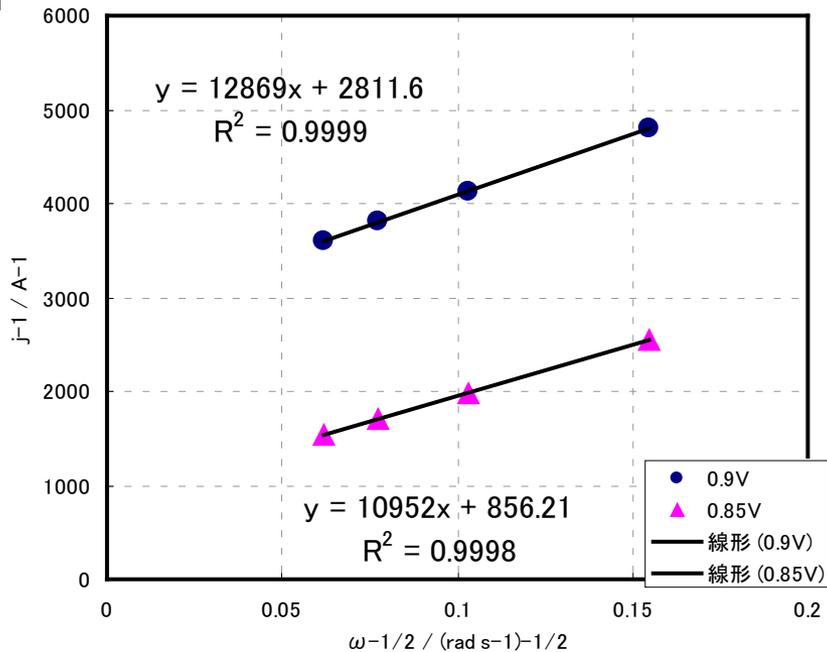


Fig.3 Koutecky-Levich プロット (n=1のみ)
(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)

- 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける活性化支配電流密度:
 @0.85 V; 344 A g⁻¹-Pt, 868 μA cm⁻²-Pt(n1)
 449 A g⁻¹-Pt, 1020 μA cm⁻²-Pt(n2)
 @0.90 V; 90.7 A g⁻¹-Pt, 229 μA cm⁻²-Pt(n1)
 137 A g⁻¹-Pt, 312 μA cm⁻²-Pt(n2)
- 縦軸: j^1/A^{-1} が望ましい
- 横軸: $\omega^{-1/2}/(\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
- 電流値評価: a. カソード電位走査時,
 (b. アノード電位走査時,
 c. その他()

結果、実験方法、評価方法などについて何か付記すべき事項がございましたら、ここに、図、表、写真、文章等で記載してください。次ページにわたってもかまいません。

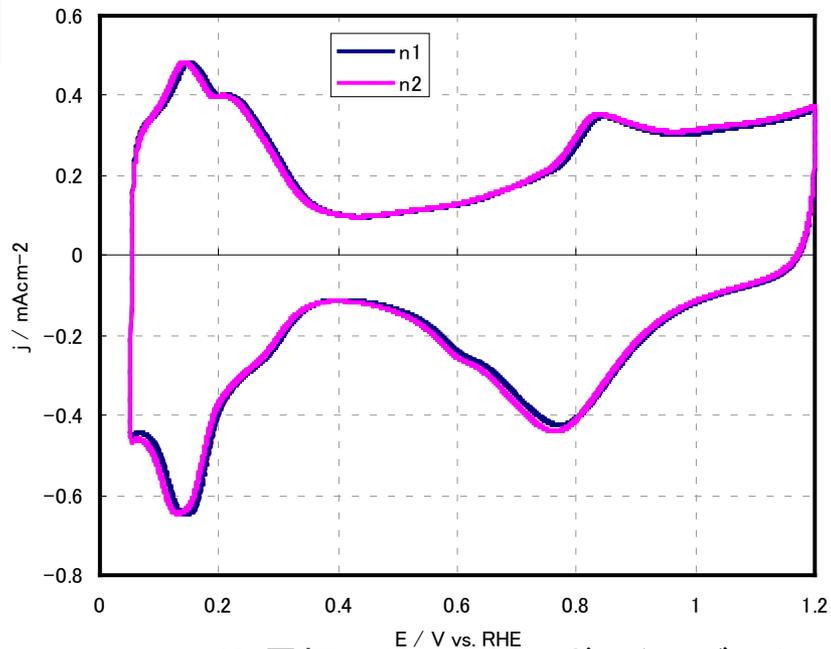


Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

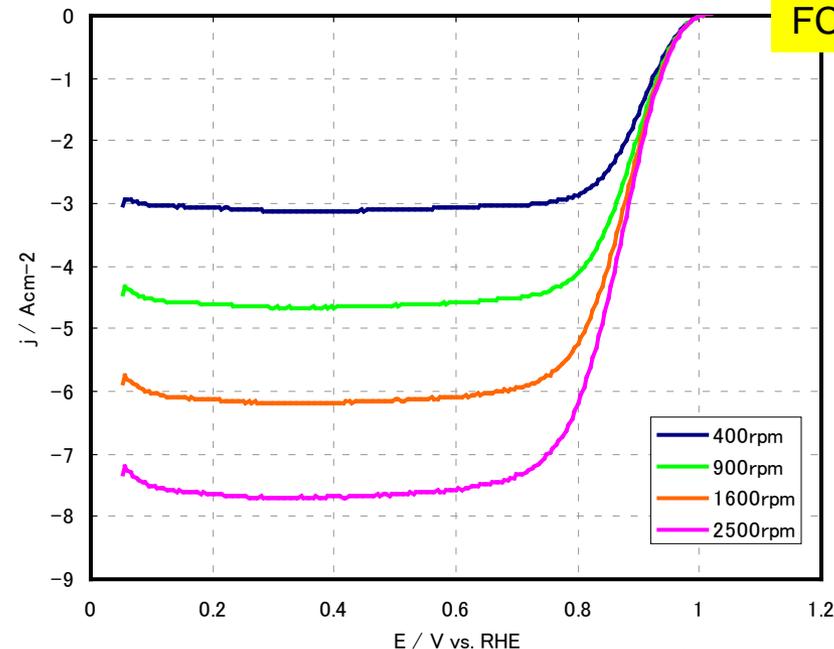


Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, **d. FC-T2**, e. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : 59.1, 57.2 $\text{m}^2 \text{g}^{-1}$ -Pt
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類(過塩素酸)、濃度(0.1M)
6. 電解液量と温度: 液量(300 mL), 温度(25 °C)
7. ECSA の評価法 (○印) : a. **水素吸着波**, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他()
8. 電位走査速度: **50 mV s^{-1}**
9. 対極 (○印) : a. Pt板, **b. Pt線**, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : a. **RHE**, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, **b. 60 °C以外で評価した場合の温度 (25 °C)**
4. 電極回転速度: **400, 900, 1600, 2500rpm**
5. 電位走査速度: **10 mV s^{-1}**

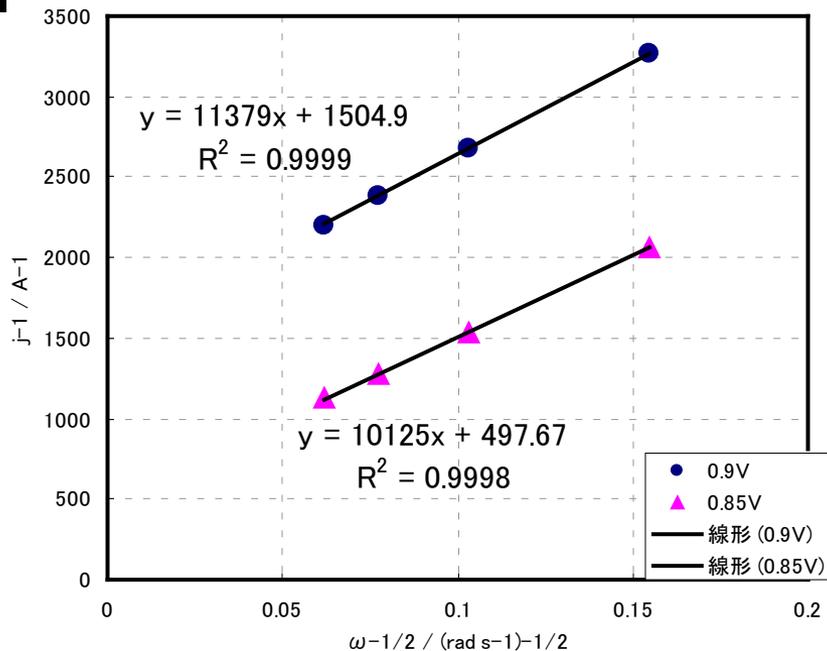


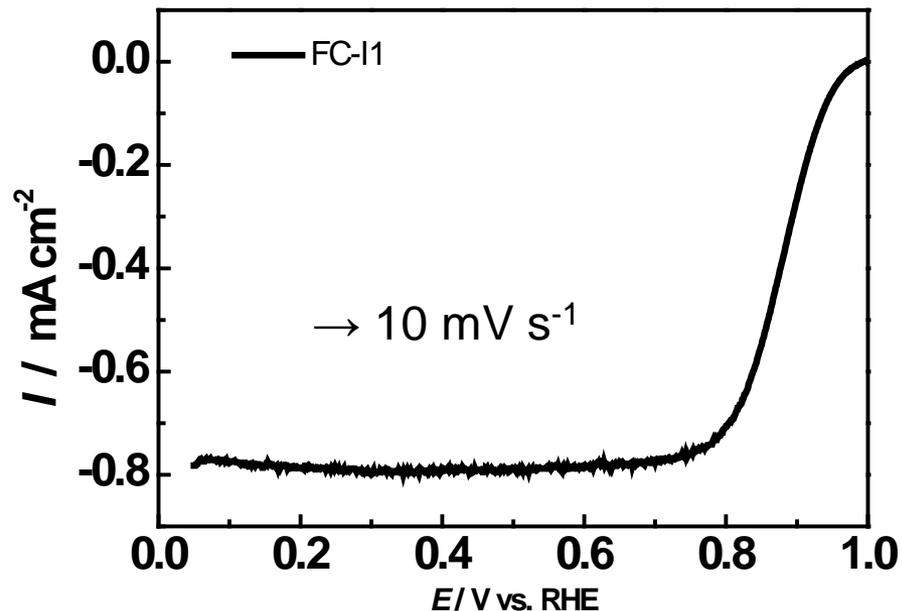
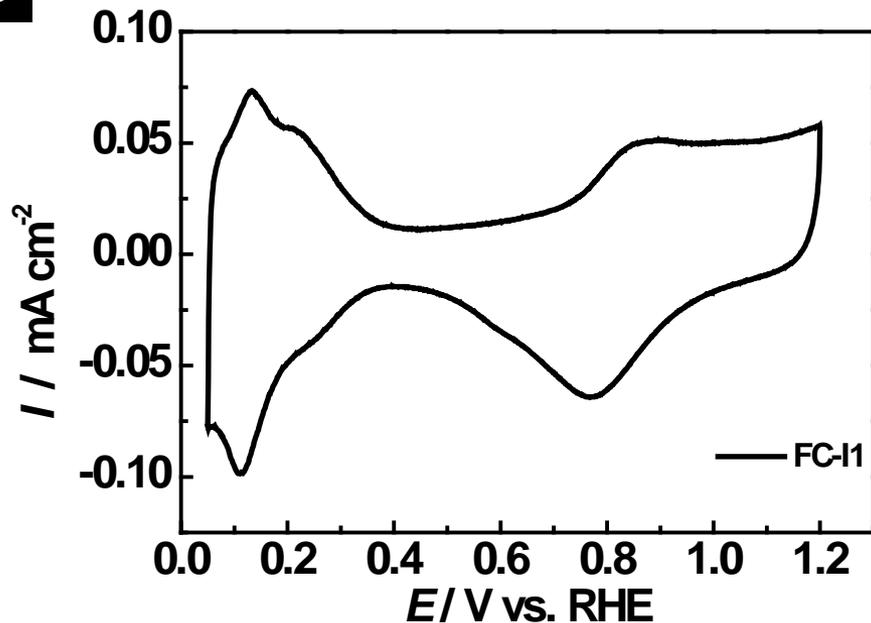
Fig.3 Koutecky-Levich プロット (n=1のみ)
(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)

- 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける活性化支配電流密度:
 @0.85 V; 787 A g⁻¹-Pt, 1330 μA cm⁻²-Pt(n1)
 696 A g⁻¹-Pt, 1210 μA cm⁻²-Pt(n2)
 @0.90 V; 260 A g⁻¹-Pt, 440 μA cm⁻²-Pt(n1)
 222 A g⁻¹-Pt, 389 μA cm⁻²-Pt(n2)
- 縦軸: j^{-1}/A^{-1} が望ましい
- 横軸: $\omega^{-1/2}/(\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
- 電流値評価: a. カソード電位走査時,
 (b. アノード電位走査時,
 c. その他()

結果、実験方法、評価方法などについて何か付記すべき事項がございましたら、ここに、図、表、写真、文章等で記載してください。次ページにわたってもかまいません。

評価条件

1. 酸の純度等：メーカー(多摩化学工業 TAMAPURE-AA-100)，酸の純度(70 %、超高純度)
2. 水の純度等：メーカーまたは製造機等(Sarnorius アリウム611UV)，純度($> 10^{18} \Omega\text{cm}$)
3. 洗ビンの容器の材質：フッ素樹脂製
4. 電解槽および電気化学測定装置名等：回転装置：日厚計測RRDE-1、ポテンシostat ALS Model 700C
5. 電解槽の容積：ガラス製保温ジャケット付き 180 mL
6. 電解槽の洗浄方法：混酸に一晩浸漬後、超純水で熱湯煮沸を30分行い、超純水で洗浄
7. 回転電極の電極部の大きさ：直径(6.0 mm)
8. 試験電極作製法：b. GC電極上に触媒を載せた上にイオノマーを滴下
9. 回転電極の試験電極部：Pt/C担持量($14.1 \mu\text{g cm}^{-2}$)，イオノマー担持量($0.50 \mu\text{L cm}^{-2}$ = $0.08\mu\text{m}$ に対応)
10. GC電極上への触媒担持方法：1-hexanolを分散溶媒として触媒懸濁液を $10 \mu\text{L}$ 塗布
11. 試験電極作製時の加熱温度と時間：一晩常温で放置後、真空デシケーターで24h以上真空乾燥
12. ORR特性評価における電解液中での電極の前処理：安定なボルタモグラムが得られるまで $0.05 \sim 1.0 \text{ V}$ 、 50 mV s^{-1} で数十サイクル程度掃引
13. ORR評価測定前酸素吹込時間：20 min
14. ORR評価中の酸素吹込状況：b. 液上部流通
15. 特記事項：



- 触媒 (○印) : (a) FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, d. FC-J1
- ECSA (電気化学活性比表面積) : $58 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$
- 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
- 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
- 電解液の種類と濃度: 種類 (HClO_4)、濃度 (0.1 M)
- 電解液量と温度: 液量 (180 mL), 温度 (25 °C)
- ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, (b) 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
- 電位走査速度: 50 mV s^{-1}
- 対極 (○印) : a. Pt板, (b) Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
- 参照電極 (○印) : (a) RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
- 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

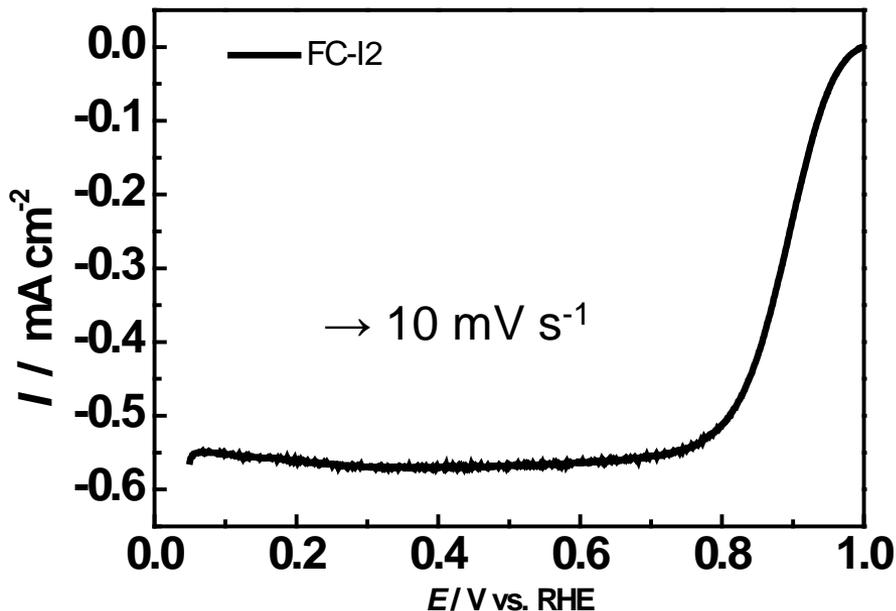
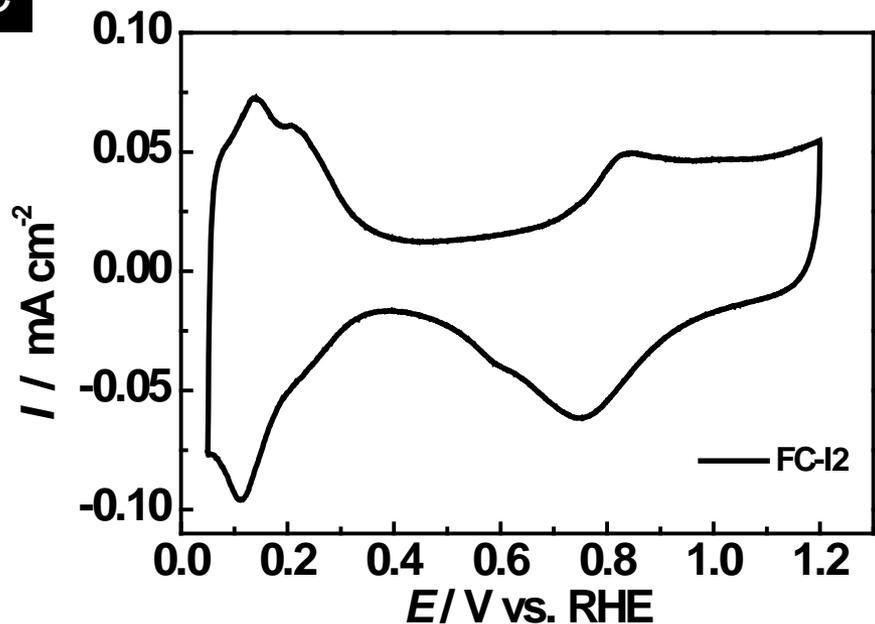
- 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
- 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
- ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, (b) 60 °C以外で評価した場合の温度 (25 °C)
- 電極回転速度: 任意 (例えば500~3000 rpmの範囲で6種類の速度)

1600rpmのデータを下記の式を用いて I_K を算出。

$$I_K = \frac{I_d \times I}{I_d - I}$$

1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける活性化支配電流密度: 右表を参照 (2人の学生による評価結果)
2. 縦軸: j^1/A^{-1} が望ましい
3. 横軸: $\omega^{-1/2}/(\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
4. 電流値評価: a. カソード電位走査時,
 (b) アノード電位走査時(10mV s⁻¹),
 c. その他()

	FC-I1
Pt particle size (nm)	-
Carbon support	Vulcan
Surface area (m ² /g)	48
ECSA (m ² /g)	54.4 61.5
Pt utilization (%)	113 128
Specific activity @0.9 V (mA/cm ²)	403 331
Specific activity @0.85V (mA/cm ²)	1810 1272
Mass activity @0.9 V (A/g)	216 204
Mass activity @0.85 V (A/g)	970 782



1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, (b) **FC-I2**, c. FC-T1, d. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : **73.7 m² g⁻¹**
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類 (**HClO₄**)、濃度 (**0.1 M**)
6. 電解液量と温度: 液量 (**180 mL**)、温度 (**25 °C**)
7. ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, (b) **水素脱離波**, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
8. 電位走査速度: **50 mV s⁻¹**
9. 対極 (○印) : a. Pt板, (b) **Pt線**, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : (a) **RHE**, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

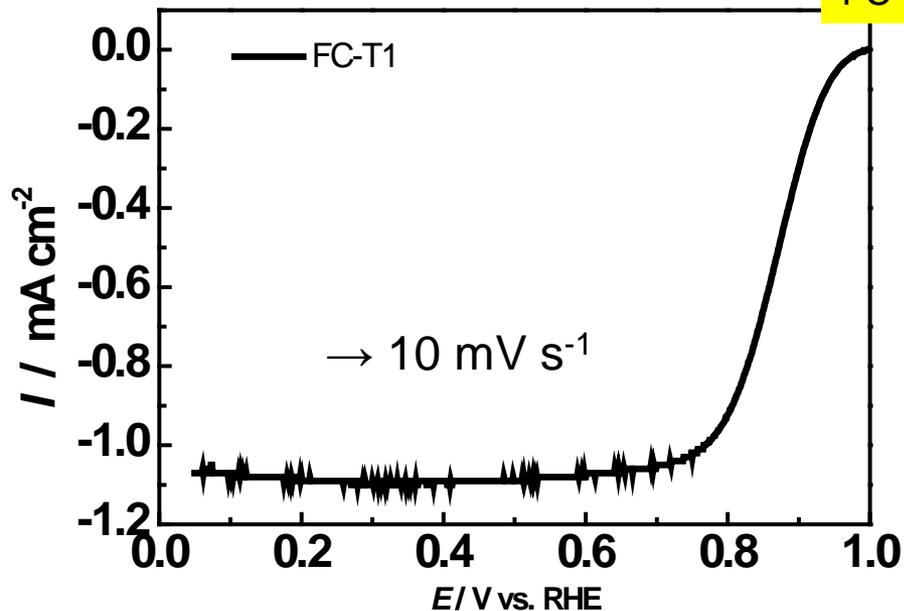
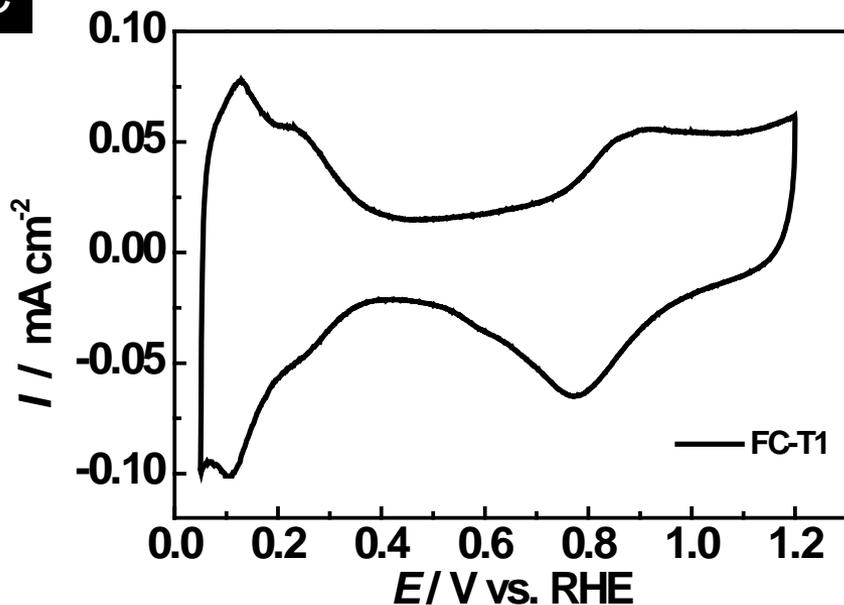
1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, (b) **60 °C以外で評価した場合の温度 (25 °C)**
4. 電極回転速度: 任意 (例えば500~3000 rpmの範囲で6種類の速度)

1600rpmのデータを下記の式を用いて I_K を算出。

$$I_K = \frac{I_d \times I}{I_d - I}$$

1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける活性化支配電流密度: 右表を参照 (2人の学生による評価結果)
2. 縦軸: j^1/A^{-1} が望ましい
3. 横軸: $\omega^{-1/2}/(\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
4. 電流値評価: a. カソード電位走査時,
 (b) アノード電位走査時(10mV s⁻¹),
 c. その他()

	FC-I2
Pt particle size (nm)	-
Carbon support	KB
Surface area (m ² /g)	70
ECSA (m ² /g)	75.5 71.9
Pt utilization (%)	108 103
Specific activity @0.9 V (mA/cm ²)	391 361
Specific activity @0.85V (mA/cm ²)	1570 1496
Mass activity @0.9 V (A/g)	296 259
Mass activity @0.85 V (A/g)	1196 1080



- 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, (c.) **FC-T1**, d. FC-J1
- ECSA (電気化学活性比表面積) : **38.8 m² g⁻¹**
- 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
- 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
- 電解液の種類と濃度: 種類 (**HClO₄**)、濃度 (**0.1 M**)
- 電解液量と温度: 液量 (**180 mL**)、温度 (**25 °C**)
- ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, (b.) **水素脱離波**, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
- 電位走査速度: **50 mV s⁻¹**
- 対極 (○印) : a. Pt板, (b.) **Pt線**, c. Pt黒, d. 炭素繊維
- 参照電極 (○印) : (a.) **RHE**, b. Ag/AgCl, c. SCE
- 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

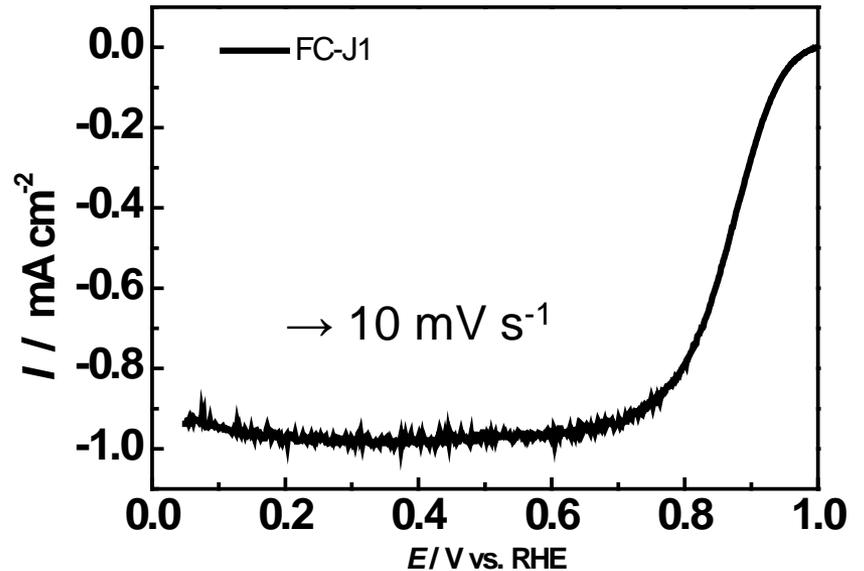
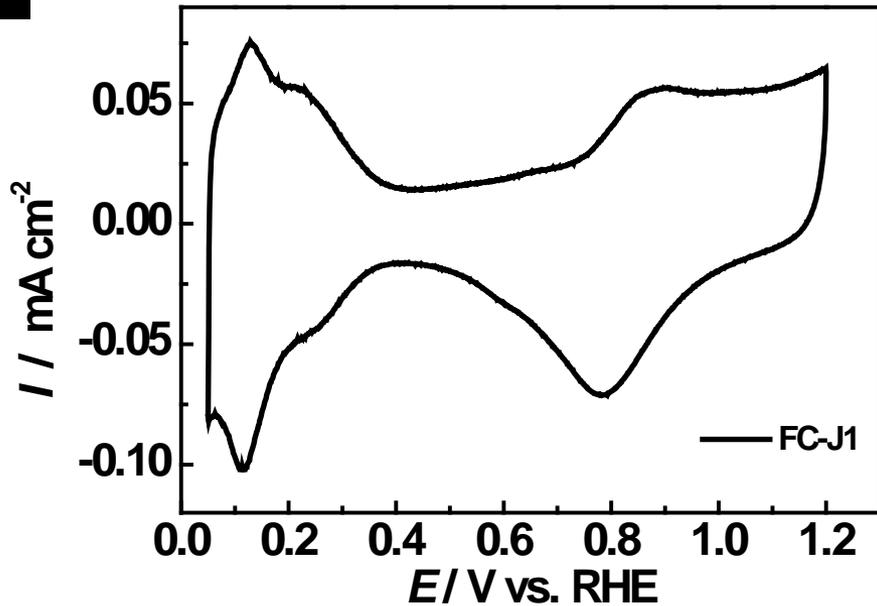
- 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
- 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
- ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, (b.) **60 °C以外で評価した場合の温度 (25 °C)**
- 電極回転速度: 任意 (例えば500~3000 rpmの範囲で6種類の速度)

1600rpmのデータを下記の式を用いて I_K を算出。

$$I_K = \frac{I_d \times I}{I_d - I}$$

1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける活性化支配電流密度: 右表を参照
(2人の学生による評価結果)
2. 縦軸: j^1/A^{-1} が望ましい
3. 横軸: $\omega^{-1/2}/(\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
4. 電流値評価: a. カソード電位走査時,
 (b) アノード電位走査時(10mV s⁻¹),
 c. その他()

	FC-T1
Pt particle size (nm)	4.8
Carbon support	KB
Surface area (m ² /g)	74.4
ECSA (m ² /g)	37.6 39.9
Pt utilization (%)	50 54
Specific activity @0.9 V (mA/cm ²)	407 410
Specific activity @0.85V (mA/cm ²)	1650 1578
Mass activity @0.9 V (A/g)	152 164
Mass activity @0.85 V (A/g)	621 630



- 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1 (d) **FC-J1**
- ECSA (電気化学活性比表面積) : $57.1 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$
- 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
- 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
- 電解液の種類と濃度: 種類 (HClO_4)、濃度 (0.1 M)
- 電解液量と温度: 液量 (180 mL), 温度 (25 °C)
- ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, (b) **水素脱離波**, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
- 電位走査速度: 50 mV s^{-1}
- 対極 (○印) : a. Pt板, (b) **Pt線**, c. Pt黒, d. 炭素繊維
- 参照電極 (○印) : (a) **RHE**, b. Ag/AgCl, c. SCE
- 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

- 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
- 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
- ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, (b) **60 °C以外で評価した場合の温度 (25 °C)**
- 電極回転速度: 任意 (例えば500~3000 rpmの範囲で6種類の速度)

1600rpmのデータを下記の式を用いて I_K を算出。

$$I_K = \frac{I_d \times I}{I_d - I}$$

1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける活性化支配電流密度: 右表を参照 (2人の学生による評価結果)
2. 縦軸: j^1/A^{-1} が望ましい
3. 横軸: $\omega^{-1/2}/(\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
4. 電流値評価: a. カソード電位走査時,
 (b) アノード電位走査時(10mV s⁻¹),
 c. その他()

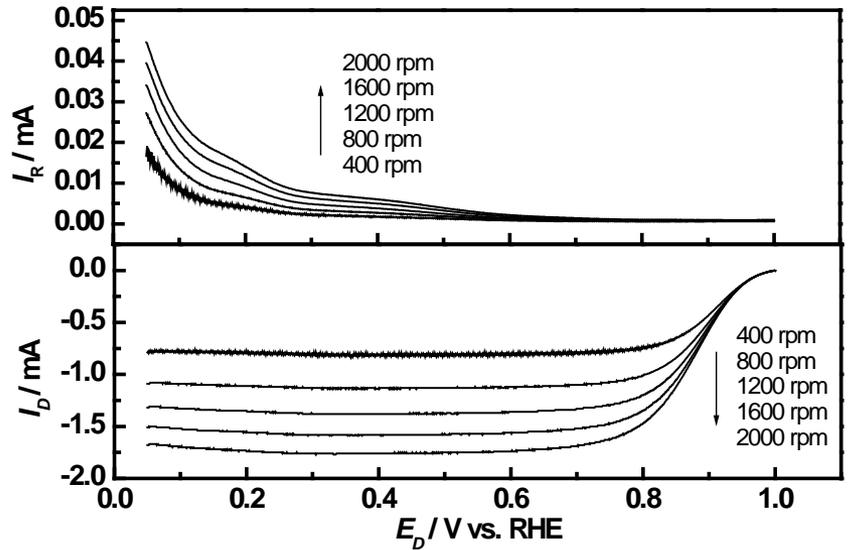
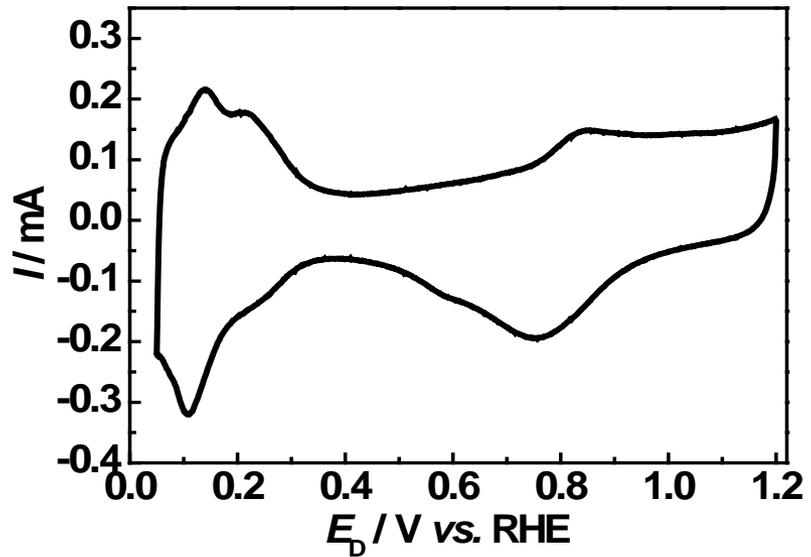
	FC-J1
Pt particle size (nm)	3.2
Carbon support	Vulcan?
Surface area (m ² /g)	66
ECSA (m ² /g)	60.9 53.3
Pt utilization (%)	92 81
Specific activity @0.9 V (mA/cm ²)	382 439
Specific activity @0.85V (mA/cm ²)	1429 1790
Mass activity @0.9 V (A/g)	163 234
Mass activity @0.85 V (A/g)	609 954

各Pt/C触媒の電気化学特性

	FC-I1	FC-I2	FC-T1	FC-J1
Pt particle size (nm)	-	-	4.8	3.2
Carbon support	Vulcan	KB	KB	Vulcan?
Surface area (m ² /g)-nominal value	48	70	74.4	66
ECSA (m ² /g)	54.4 61.5	75.5 71.9	37.6 39.9	60.9 53.3
Pt utilization (%)	113 128	108 103	50 54	92 81
Specific activity @0.9 V (mA/cm ²)	403 331	391 361	407 410	382 439
Specific activity @0.85V (mA/cm ²)	1810 1272	1570 1496	1650 1578	1429 1790
Mass activity @0.9 V (A/g)	216 204	296 259	152 164	163 234
Mass activity @0.85 V (A/g)	970 782	1196 1080	621 630	609 954

評価条件

1. 酸の純度等: メーカー(多摩化学工業 TAMAPURE-AA-100), 酸の純度(70%、超高純度)
2. 水の純度等: メーカーまたは製造機等(Sarnorius アリウム611UV), 純度($> 10^{18} \Omega\text{cm}$)
3. 洗ビンの容器の材質: フッ素樹脂製
4. 電解槽および電気化学測定装置名等: 回転装置: 日厚計測RRDE-1、ポテンシostat ALS Model 700C
5. 電解槽の容積: ガラス製保温ジャケット付き 180 mL
6. 電解槽の洗浄方法: 混酸に一晩浸漬後、超純水で熱湯煮沸を30分行い、超純水で洗浄
7. 回転電極の電極部の大きさ: 直径(6.0 mm)
8. 試験電極作製法: b. GC電極上に触媒を載せた上にイオノマーを滴下
9. 回転電極の試験電極部: Pt/C担持量($14.1 \mu\text{g cm}^{-2}$), イオノマー担持量($0.50 \mu\text{L cm}^{-2}=0.08\mu\text{mI}$ に対応)
10. GC電極上への触媒担持方法: 1-hexanolを分散溶媒として触媒懸濁液を $10 \mu\text{L}$ 塗布
11. 試験電極作製時の加熱温度と時間: 一晩常温で放置後、真空デシケーターで24h以上真空乾燥
12. ORR特性評価における電解液中での電極の前処理: 安定なボルタモグラムが得られるまで $0.05 \sim 1.0 \text{ V}$ 、 50 mV s^{-1} で数十サイクル程度掃引
13. ORR評価測定前酸素吹込時間: 20 min
14. ORR評価中の酸素吹込状況: b. 液上部流通
15. 特記事項: FCCJ標準測定方に準拠、オーム損補正無し



1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, (d) **FC-T2**, e. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : $73.5 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$
3. 縦軸 : $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸 : $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度 : 種類 (HClO_4)、濃度 (0.1 M)
6. 電解液量と温度 : 液量 (180 mL), 温度 (25 °C)
7. ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, (b) **水素脱離波**, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
8. 電位走査速度 : 50 mV s^{-1}
9. 対極 (○印) : a. Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : (a) **RHE**, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸 : $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸 : $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, (b) **60 °C以外で評価した場合の温度 (25 °C)**
4. 電極回転速度 : **1600 rpm**
5. 電位走査速度 : **Positive 10 mV s⁻¹**

1600rpmのデータを下記の式を用いて I_K を算出。

$$I_K = \frac{I_d \times I}{I_d - I}$$

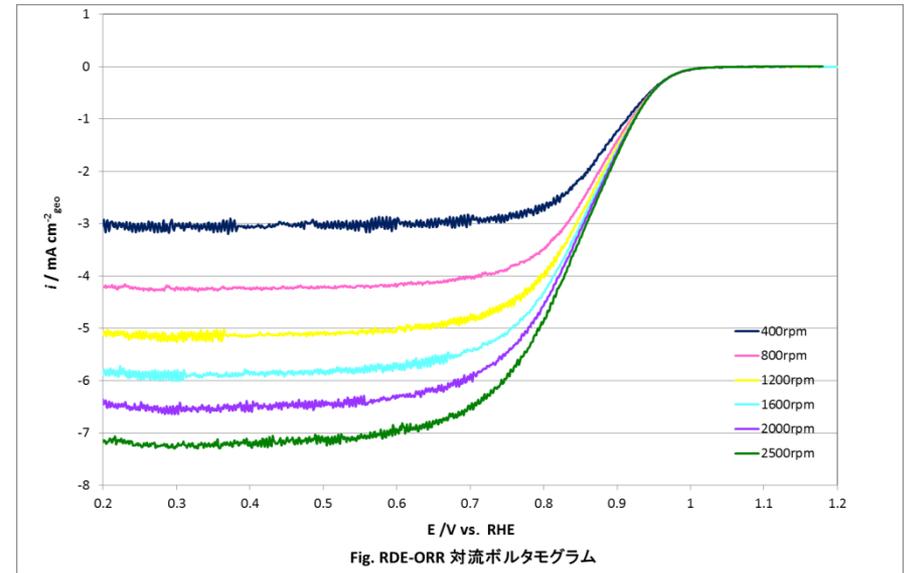
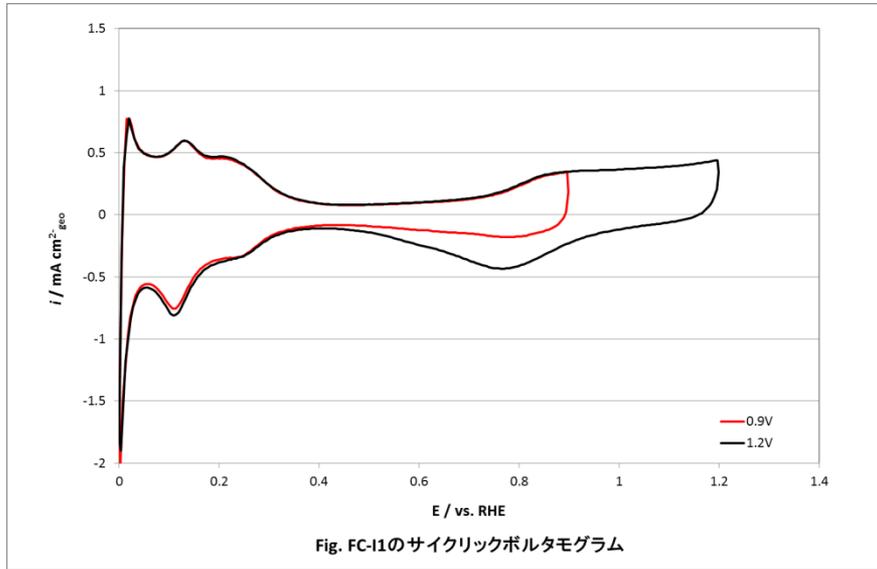
1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける活性化支配電流密度: 右表を参照
2. 縦軸: j^1/A^{-1} が望ましい
3. 横軸: $\omega^{-1/2}/(\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
4. 電流値評価: a. カソード電位走査時,
 (b) アノード電位走査時(10mV s⁻¹),
 c. その他()

	FC-T2
Pt particle size (nm)	2.8
Carbon support	KB
Surface area (m ² /g)	99
ECSA (m ² /g)	73.5
Pt utilization (%)	73.6
Specific activity @0.9 V (μA/cm ²)	350
Specific activity @0.85V (mA/cm ²)	-
Mass activity @0.9 V (A/g)	255
Mass activity @0.85 V (A/g)	-

オーム損補正無し

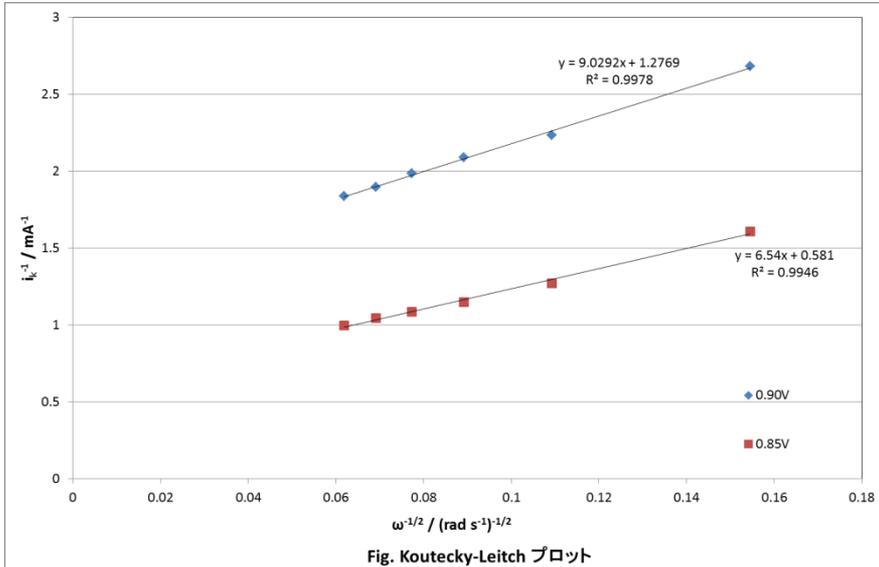
評価条件

1. 酸の純度等: メーカー(関東化学), 酸の純度(Ultrapur)
2. 水の純度等: メーカーまたは製造機等(オルガノ:PURELAB Ultra), 純度($18.2 \text{ M}\Omega$ 以上, TOC = 0.05 ppb以下)
3. 洗ビンの容器の材質: PFA (超純水に手煮沸洗浄済み)
4. 電解槽および電気化学測定装置名等: 電気化学測定システム: 北斗電工: HZ-5000, RRDE装置: 日厚計測: RRDE-1, 回転電極: RDE-II
5. 電解槽の容積: 150 mL
6. 電解槽の洗浄方法: 日常保全: 超純水で30分以上煮沸洗浄後, 電解液で3回共洗い, 定期保全: 濃硫酸に一晩浸漬後に超純水で3時間以上煮沸洗浄, 保管: 超純水を満たして開放部をラップして保管
7. 回転電極の電極部の大きさ: 直径(GC部=6mm, テフロン部=14mm)
8. 試験電極作製法 (a. GC電極上にイオノマーと触媒の混合物を載せる, b. GC電極上に触媒を載せた上にイオノマーを滴下, c. その他())
9. 回転電極の試験電極部: Pt/C担持量(約 $20 \mu\text{g}_{\text{Carbon}} \text{cm}^{-2}$), イオノマー担持量(約 $7 \mu\text{g}_{\text{Nafion}} \text{cm}^{-2}$)
10. GC電極上への触媒担持方法: 電極面積当たりのカーボン量が約 $20 \mu\text{g cm}^{-2}$ になるように触媒(Pt担持量が40wt%の時は23.5 mg)を50 mLのバイアル瓶に秤量し, 超純水を19 mL, 2-プロパノールを6 mL, 5% Nafion溶液を100 μL を順番に加え手で軽く振った後, 超音波を氷浴中で30 min加える。一回で担持し, デジタルマイクロスケープ(KEYENCE: VHX-600)で電極上の触媒の担持状態を確認してから測定する。
11. 試験電極作製時の加熱温度と時間: $60 \text{ }^\circ\text{C}$, 15 min以上
12. ORR特性評価における電解液中での電極の前処理: N_2 による溶存酸素除去後, 走査範囲: 0.0~1.2 V, スキャン速度: 100 mV sec^{-1} , サイクル回数: 60回
13. ORR評価測定前酸素吹込時間: 30 min
14. ORR評価中の酸素吹込状況: a, 電解液中に吹き込み (b. 液上部流通, c. 停止, d. その他())
15. 特記事項:



1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, d. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) $67.5 \text{ m}^2 \text{ g}_{\text{Pt}}^{-1}$
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類 (HClO_4)、濃度 (0.1M)
6. 電解液量と温度: 液量 (150mL), 温度 (25°C)
7. ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
8. 電位走査速度: 50 mV s^{-1}
9. 対極 (○印) : a. Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : a. RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度 (25 °C)
4. 電極回転速度: 400, 800, 1200, 1600, 2000, 2500rpm



1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度:

@0.85 V; $467 \text{ A g}_{\text{Pt}}^{-1}$, $693 \mu \text{ A cm}_{\text{Pt}}^{-2}$

@0.90 V; $212 \text{ A g}_{\text{Pt}}^{-1}$, $315 \mu \text{ A cm}_{\text{Pt}}^{-2}$

2. 縦軸: j^{-1} / A^{-1} が望ましい

3. 横軸: $\omega^{-1/2} / (\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい

4. 電流値評価: a. カソード電位走査時,

b. アノード電位走査時,

c. その他()

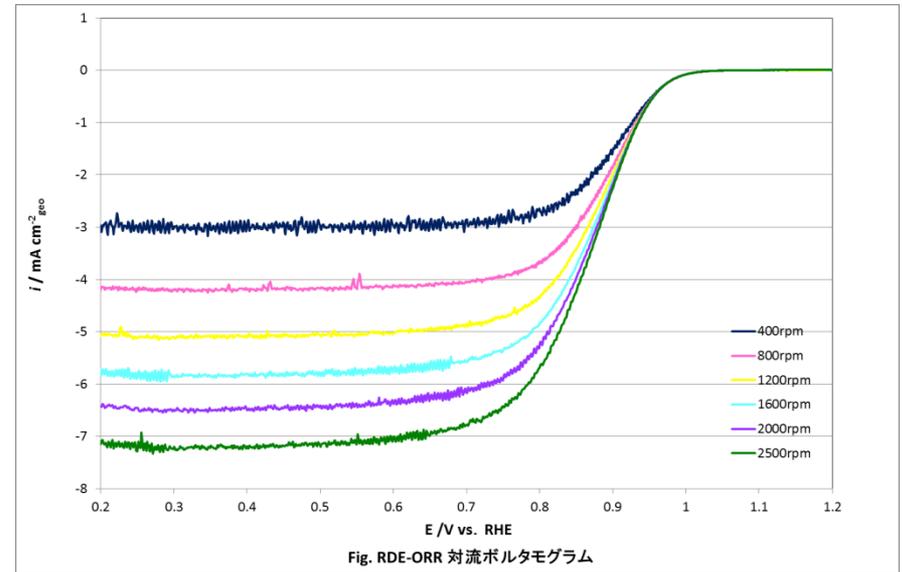
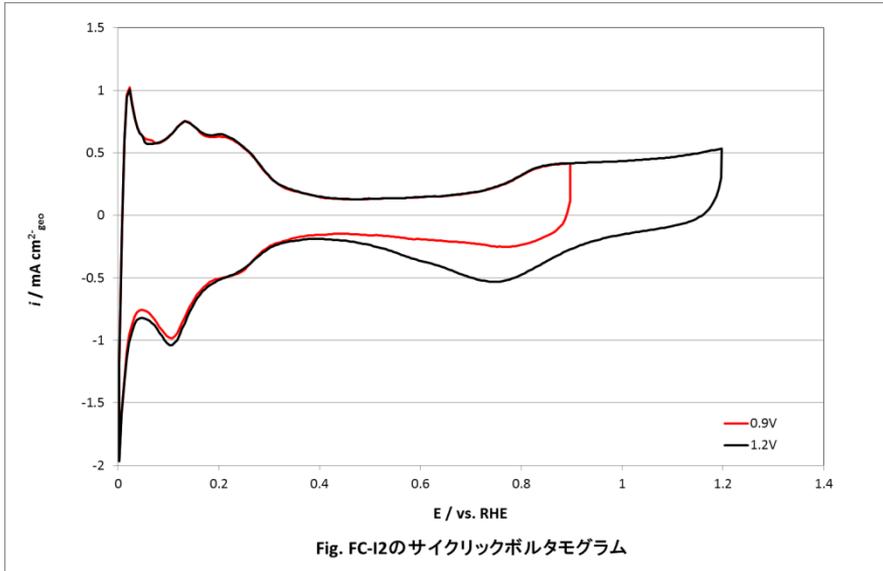


電極触媒塗布状態

液抵抗補正前

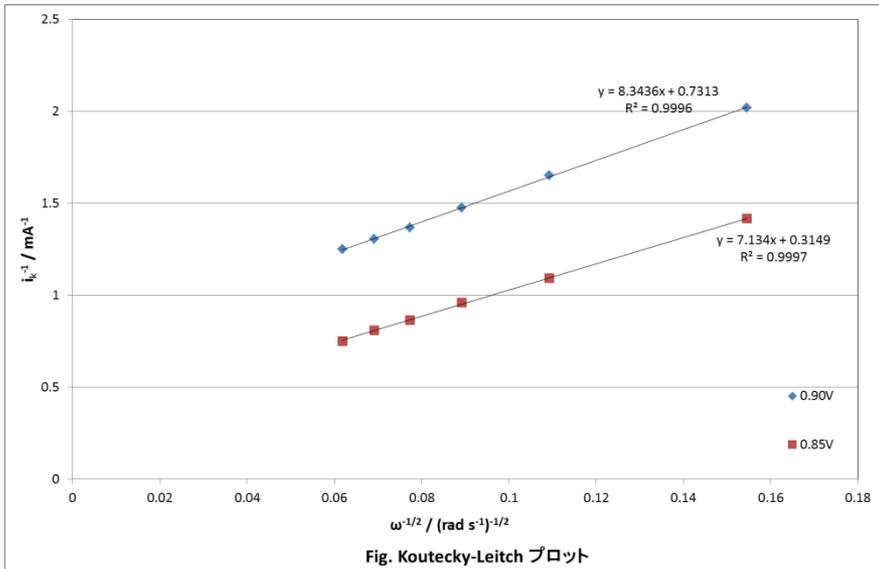
@0.85 V; $388 \text{ A g}_{\text{Pt}}^{-1}$, $567 \mu \text{ A cm}_{\text{Pt}}^{-2}$

@0.90 V; $170 \text{ A g}_{\text{Pt}}^{-1}$, $252 \mu \text{ A cm}_{\text{Pt}}^{-2}$



1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, d. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) $91.8 \text{ m}^2 \text{ g}_{\text{Pt}}^{-1}$
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類 (HClO_4)、濃度 (0.1M)
6. 電解液量と温度: 液量 (150mL), 温度 (25°C)
7. ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
8. 電位走査速度: 50 mV s^{-1}
9. 対極 (○印) : a. Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : a. RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度 (25 °C)
4. 電極回転速度: 400, 800, 1200, 1600, 2000, 2500rpm



1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度:

@0.85 V; $878 \text{ A g}_{\text{Pt}}^{-1}$, $956 \mu \text{ A cm}_{\text{Pt}}^{-2}$

@0.90 V; $378 \text{ A g}_{\text{Pt}}^{-1}$, $411 \mu \text{ A cm}_{\text{Pt}}^{-2}$

2. 縦軸: j^{-1} / A^{-1} が望ましい

3. 横軸: $\omega^{-1/2} / (\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい

4. 電流値評価: a. カソード電位走査時,

b. アノード電位走査時,

c. その他()



電極触媒塗布状態

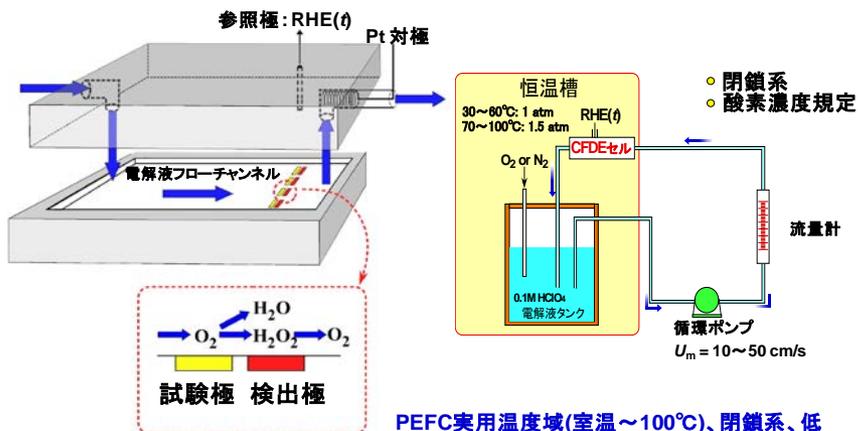
液抵抗補正前

@0.85 V; $732 \text{ A g}_{\text{Pt}}^{-1}$, $797 \mu \text{ A cm}_{\text{Pt}}^{-2}$

@0.90 V; $263 \text{ A g}_{\text{Pt}}^{-1}$, $287 \mu \text{ A cm}_{\text{Pt}}^{-2}$

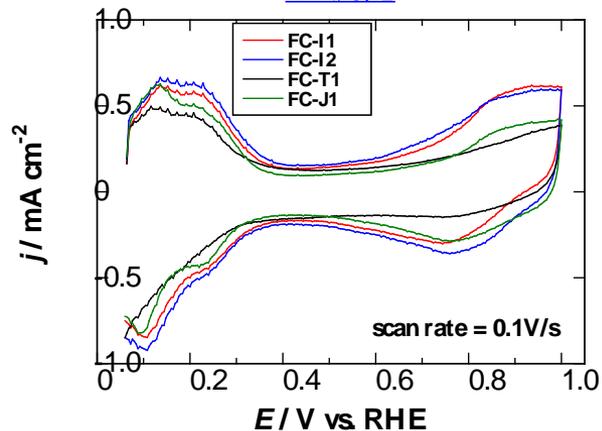
評価法: マルチチャンネルフロー二重電極法

(4種類の触媒活性を全く同じ温度、酸素濃度のもとで同時に測定)



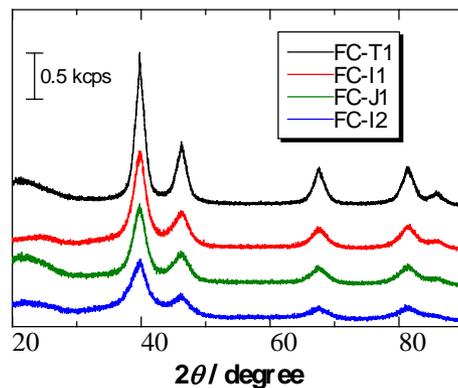
PEFC実用温度域(室温~100°C)、閉鎖系、低ノイズで酸素還元活性とH₂O₂生成を測定可能。

CV測定

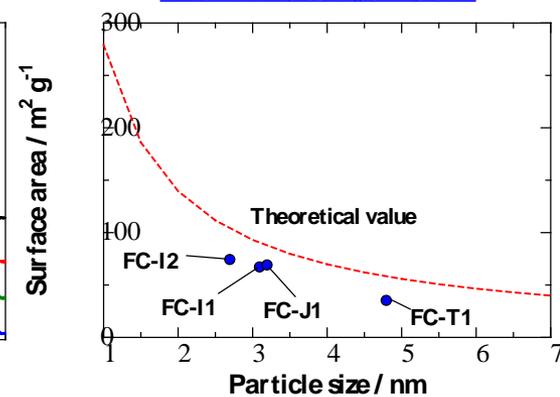


- 電解液: 0.1M HClO₄ (30 °C), N₂飽和
- 挿引速度: 0.5mV/s
- 担持量: 11.0μg/cm² (カーボン基準)

4触媒のXRDスペクトル



粒子径と表面積の関係



触媒利用率

Pt/C	粒子径 d_{XRD} (nm)	表面積 (実測値) ECA(m ² /g)	表面積 (理論値) SA(m ² /g)	利用率 (%)
FC-I2	2.7	73.8	103	71.4
FC-J1	3.1	66.7	90.0	74.1
FC-I1	3.2	68.6	87.2	78.7
FC-T1	4.8	34.8	58.1	59.9

溶液中における各触媒のPt利用率は60~80%

評価条件

1. 酸の純度等：メーカー（ 関東化学 ），酸の純度（ UGR(61%), 前電解にて高純度化処理後、10倍希釈）
2. 水の純度等：メーカーまたは製造機等（Milli-Pore Japan , MILLI-Q GRADIENT A10 & ELIX 10 UV）
3. 洗ビンの容器の材質：（ 未使用 ）
4. 電解槽および電気化学測定装置名等：（電解槽：マルチチャンネルフロー二重電極(CFDE) /
電気化学測定装置：HA1010mM8 北斗電工 ）
5. 電解槽の容積：セル(1.9 mL)、電解液タンク(1000 mL)
6. 電解槽の洗浄方法：（ クロム混酸浸漬後、milli-pore水にて洗浄 ）
7. チャンネルフロー電極サイズ：
（ Au試験極 1mm×4mm(0.04cm²)、Pt検出極 1mm×4mm(0.04cm²) ）
8. 試験電極作製法：GC電極上に触媒を載せた上にイオノマーを滴下
9. 試験電極部：Pt/C担持量(11.0 μg cm⁻²), イオノマー担持量(Nafion 0.2wt%, 12.5 μL cm⁻²)
10. Au電極上への触媒担持方法（一回で担持、数度に分けて担持、その他の工夫などを簡潔に記述願います）：
（ 空気プラズマにより表面を親水化処理後、規定量の触媒インクを滴下 ）
11. 試験電極作製時の加熱温度と時間： 130 °C, 30 min
12. ORR特性評価における電解液中での電極の前処理：
（ 挿引速度:0.5V/sで50mV～1000mV間を定常状態になるまでサイクル(およそ80サイクル) ）
13. ORR評価測定前酸素吹込時間：60 min 以上
14. ORR評価中の酸素吹込状況：電解液中に吹き込み
15. 特記事項： ORR活性値は下記の2通りで算出。
① I^1 vs $U_m^{-1/3}$ プロット (I : ORR電流, U_m : 電解液流速) [Koutecky-Levichプロット]より
② $1/I = 1/I_{LCC} + 1/I_L$ (I : ORR電流, I_{LCC} : 活性支配電流(限界電流補正), I_L : 限界電流)より

$$I_{LCC} = \frac{I_L \times I}{I_L - I}$$

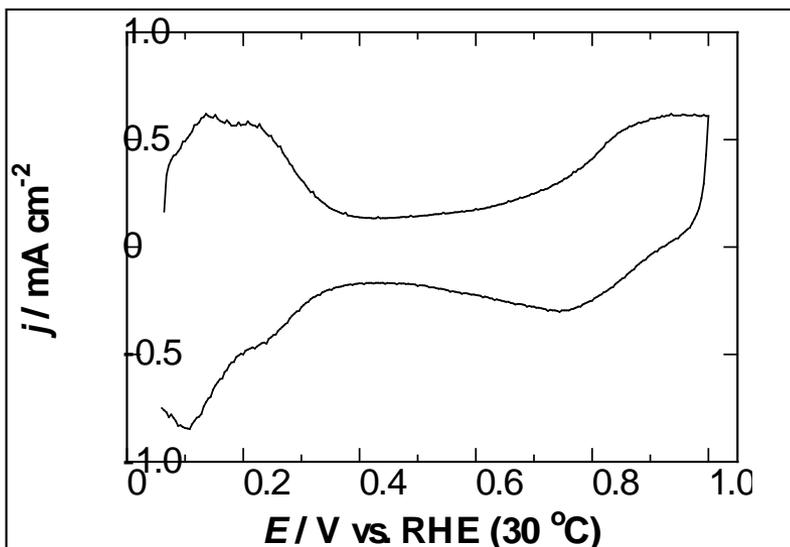


Fig.1. Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

1. 触媒 : FC-I1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) :
 $68.6 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}(\text{Pt})$ [$27.4 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}(\text{Pt/C})$]
3. 縦軸 : $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric)
4. 横軸 : $E / \text{V vs. RHE}$
5. 電解液の種類と濃度 : 種類 (HClO_4)、濃度 (0.1 M)
6. 電解液量と温度 : 液量 (700 mL), 温度 (30 °C)
7. ECSA の評価法 : 水素吸着波
8. 電位走査速度 : **100 mV s^{-1}**
9. 対極 : Pt黒
10. 参照電極 : RHE

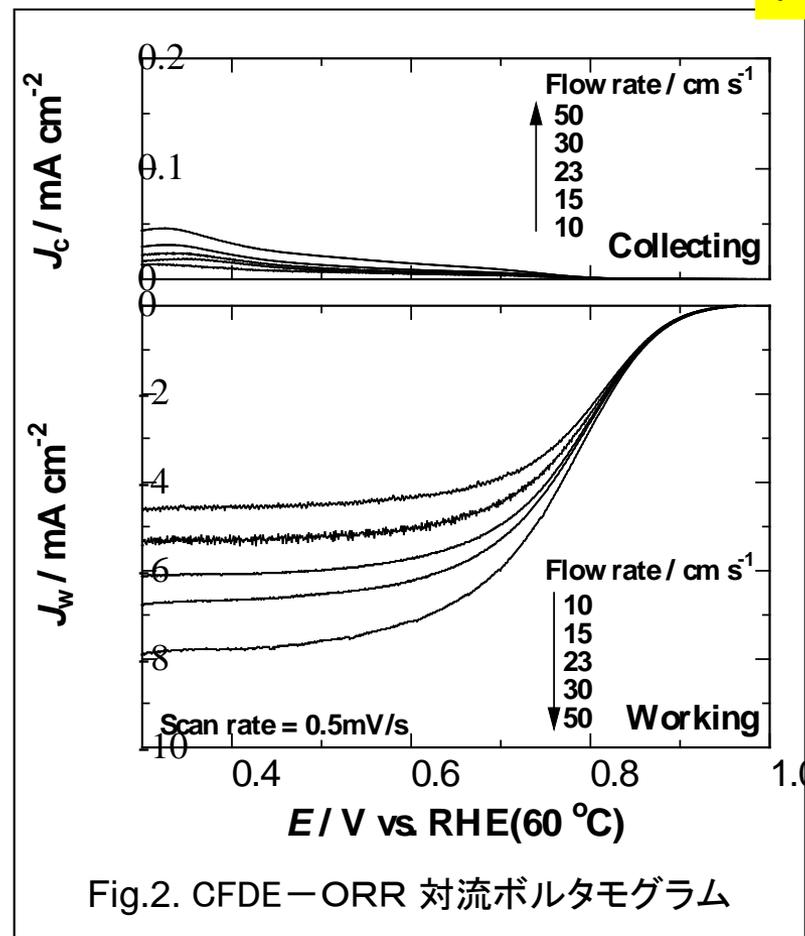
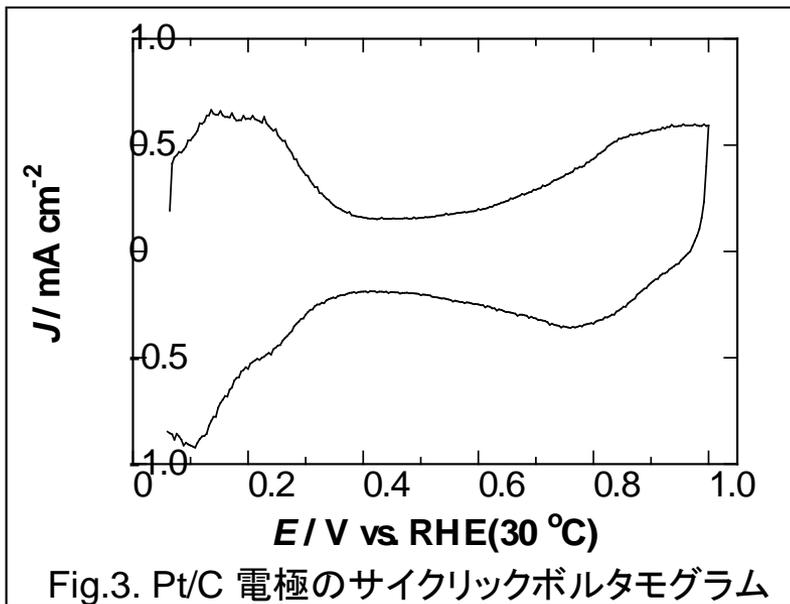
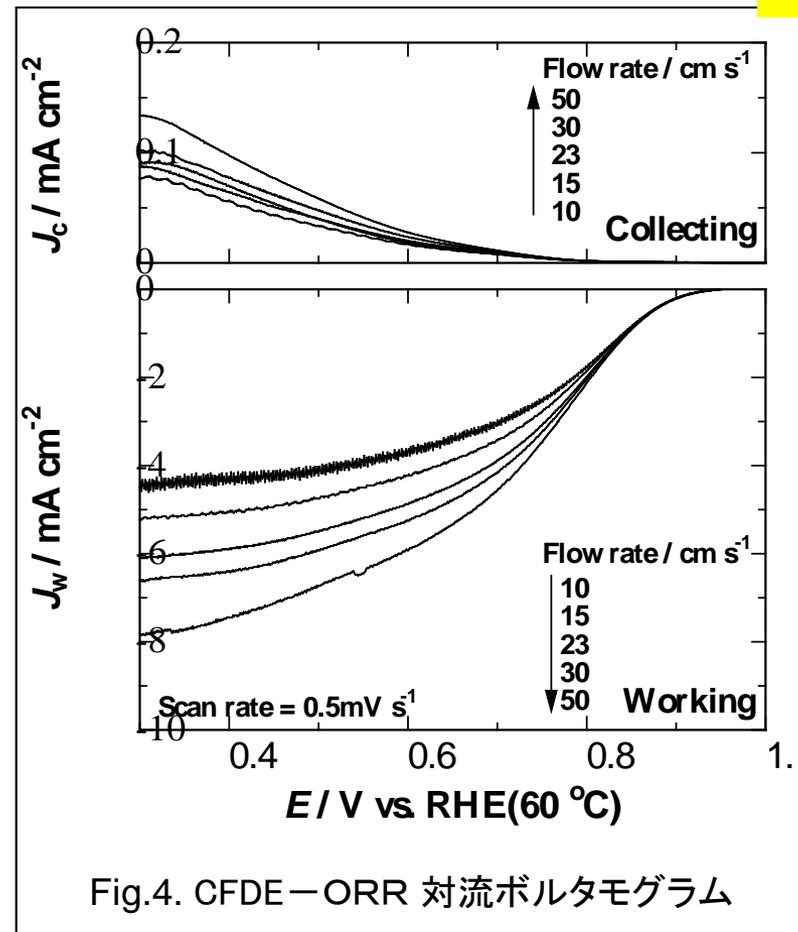


Fig.2. CFDE-ORR 対流ボルタモグラム

1. 縦軸 : $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric)
2. 横軸 : $E / \text{V vs. RHE}$
3. ORR評価の電解液温度 : a. 60 °C,
4. 電解液流速 : 任意 (10~50 cm s^{-1}) の
範囲で5種類の流速)



1. 触媒 : FC-I2
2. ECSA (電気化学活性比表面積) :
 $73.8 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}(\text{Pt})$ [$29.3 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}(\text{Pt/C})$]
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric)
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$
5. 電解液の種類と濃度: 種類 (HClO_4)、濃度 (0.1M)
6. 電解液量と温度: 液量 (700 mL), 温度 (30 °C)
7. ECSA の評価法: 水素吸着波
8. 電位走査速度: **100 mV s^{-1}**
9. 対極: Pt黒
10. 参照電極: RHE



1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric)
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$
3. ORR評価の電解液温度 (○印): 60 °C
4. 電解液流速: 任意 (10~50 cm s^{-1}) の範囲で5種類の流速)

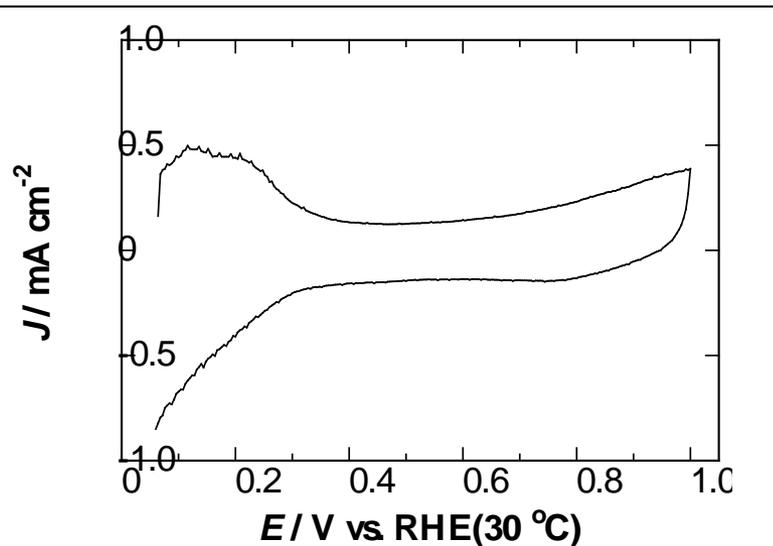


Fig.5. Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

1. 触媒 : FC-T1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) :
34.8 m² g⁻¹-(Pt) [17.8m² g⁻¹-(Pt/C)]
3. 縦軸 : $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric)
4. 横軸 : $E / \text{V vs. RHE}$
5. 電解液の種類と濃度 : 種類 (HClO_4)、濃度 (0.1M)
6. 電解液量と温度 : 液量 (700 mL), 温度 (30 °C)
7. ECSA の評価法 : 水素吸着波
8. 電位走査速度 : **100 mV s⁻¹**
9. 対極 : Pt黒
10. 参照電極 : RHE

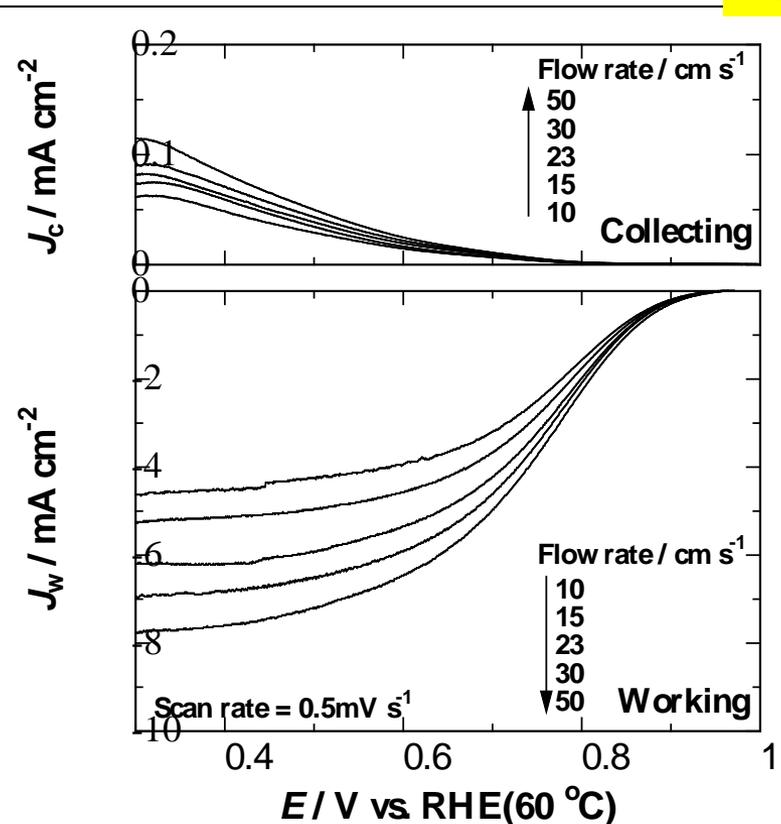
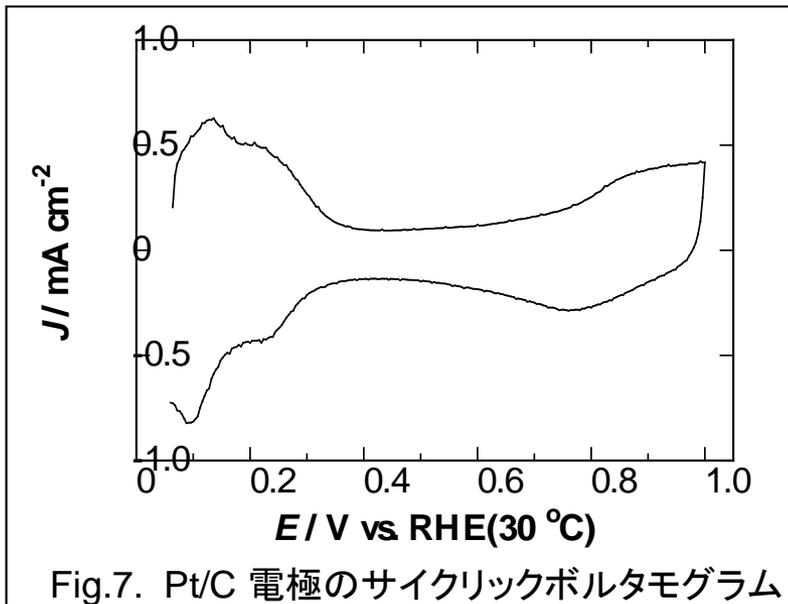
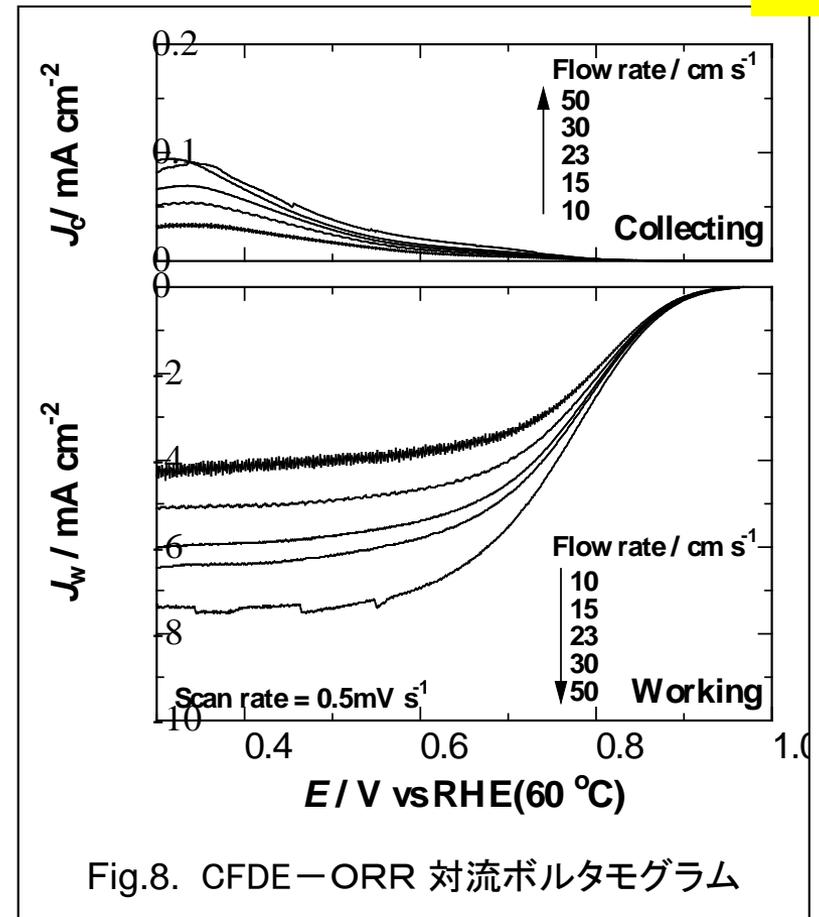


Fig.6. CFDE-ORR 対流ボルタモグラム

1. 縦軸 : $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric)
2. 横軸 : $E / \text{V vs. RHE}$
3. ORR評価の電解液温度 : a. 60 °C
4. 電解液流速 : 任意 (10~50 cm s⁻¹) の
範囲で5種類の流速)



1. 触媒 : FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) :
 $66.7 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}(\text{Pt})$ [$25.3 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}(\text{Pt/C})$]
3. 縦軸 : $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric)
4. 横軸 : $E / \text{V vs. RHE}$
5. 電解液の種類と濃度 : 種類 (HClO_4)、濃度 (0.1M)
6. 電解液量と温度 : 液量 (700 mL)、温度 (30 °C)
7. ECSA の評価法 : 水素吸着波
8. 電位走査速度 : **100 mV s^{-1}**
9. 対極 : Pt黒
10. 参照電極 : RHE



1. 縦軸 : $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric)
2. 横軸 : $E / \text{V vs. RHE}$
3. ORR評価の電解液温度 : a. 60 °C,
4. 電解液流速 : 任意 ($10 \sim 50 \text{ cm s}^{-1}$) の範囲で5種類の流速)

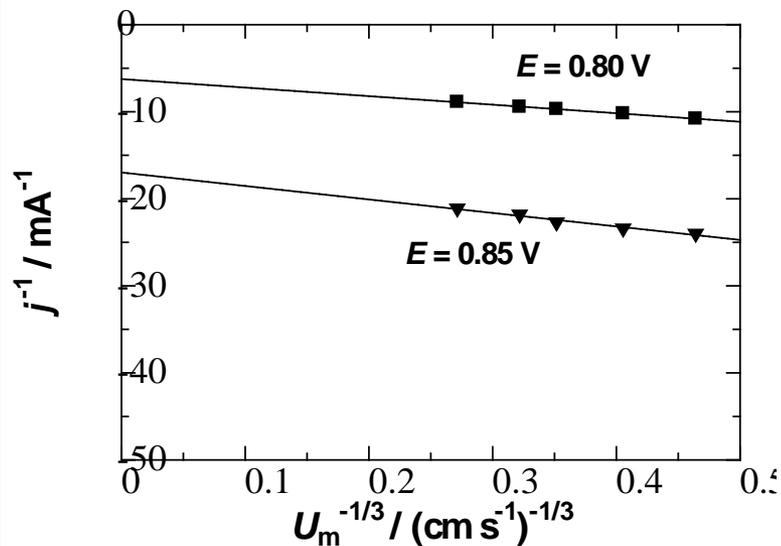


Fig. 9. j^{-1} vs. $U_m^{-1/3}$ プロット
(電位 0.80 & 0.85 V vs. RHEにおける値)

1. 触媒 : **FC-I1**
2. 電位 0.80 & 0.85 V vs. RHEにおける活性化支配電流密度:
 @0.80 V; **554 A g⁻¹-Pt, 0.81 mA cm⁻²-Pt**
 @0.85 V; **202 A g⁻¹-Pt, 0.29 mA cm⁻²-Pt**
3. 縦軸: j^{-1} / mA^{-1}
4. 横軸: $U_m^{-1/3} / (\text{cm s}^{-1})^{-1/3}$
5. 電流値評価: アノード電位走査時

評価方法② :

次式より各流速ごとの活性支配電流値を求め、平均値と標準偏差値を算出。

$$I_{\text{LCC}} = \frac{I_L \times I}{I_L - I}$$

I : ORR電流, I_{LCC} : 活性支配電流(限界電流補正),
 I_L : 限界電流

	流速 U_m (cm/s)	J_{LCC} (mA/cm ²)	Mass Act (A/g)
0.80V	10	0.93	637
	15	0.89	613
	23	0.89	614
	30	0.88	601
	50	0.88	603
	平均値	0.89	614
	標準偏差	0.02	13.0

0.85V	10	0.27	186
	15	0.27	183
	23	0.27	185
	30	0.28	190
	50	0.28	192
	平均値	0.27	187
	標準偏差	0.005	3.3

0.90V	10	0.057	39.3
	15	0.057	39.1
	23	0.059	40.1
	30	0.064	44.0
	50	0.066	45.5
	平均値	0.061	41.6
	標準偏差	0.003	2.4

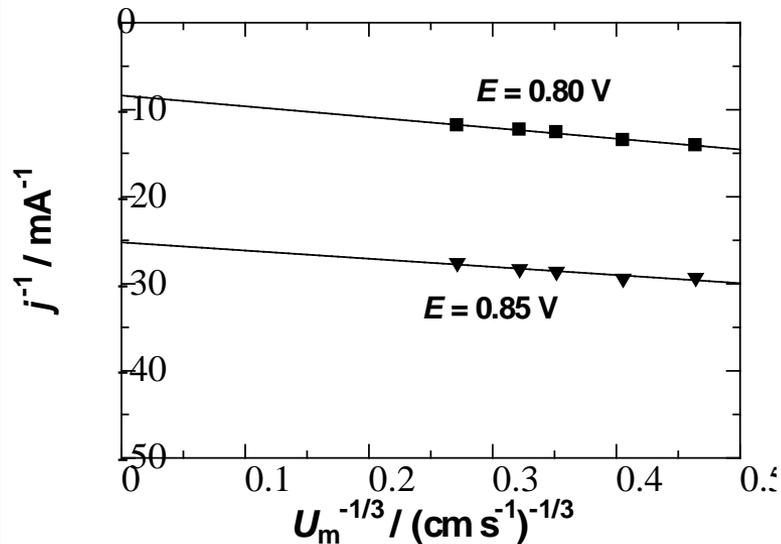


Fig.10. j^{-1} vs. $U_m^{-1/3}$ プロット
(電位 0.80 & 0.85 V vs. RHEにおける値)

1. 触媒 : **FC-12**
2. 電位 0.80 & 0.85 V vs. RHEにおける活性化支配電流密度:
 @0.80 V; 410 A g⁻¹-Pt, 0.55 mA cm⁻²-Pt
 @0.85 V; 136 A g⁻¹-Pt, 0.18 mA cm⁻²-Pt
3. 縦軸: j^{-1} / mA^{-1}
4. 横軸: $U_m^{-1/3} / (\text{cm s}^{-1})^{-1/3}$
5. 電流値評価: アノード電位走査時

評価方法② :

次式より各流速ごとの活性支配電流値を求め、平均値と標準偏差値を算出。

$$I_{\text{LCC}} = \frac{I_L \times I}{I_L - I}$$

I : ORR電流, I_{LCC} : 活性支配電流(限界電流補正),
 I_L : 限界電流

0.80V	流速 U_m (cm/s)	J_{LCC} (mA/cm ²)	Mass Act (A/g)
	10	0.54	403
	15	0.53	396
	23	0.55	405
	30	0.55	406
	50	0.54	399
	平均値	0.54	402
	標準偏差	0.005	3.8

0.85V	流速 U_m (cm/s)	J_{LCC} (mA/cm ²)	Mass Act (A/g)
	10	0.20	145
	15	0.19	140
	23	0.19	141
	30	0.19	141
	50	0.19	141
	平均値	0.19	142
標準偏差	0.002	1.7	

0.90V	流速 U_m (cm/s)	J_{LCC} (mA/cm ²)	Mass Act (A/g)
	10	0.038	28.5
	15	0.038	28.4
	23	0.039	29.0
	30	0.040	29.6
	50	0.041	30.5
	平均値	0.039	29.2
標準偏差	0.001	0.6	

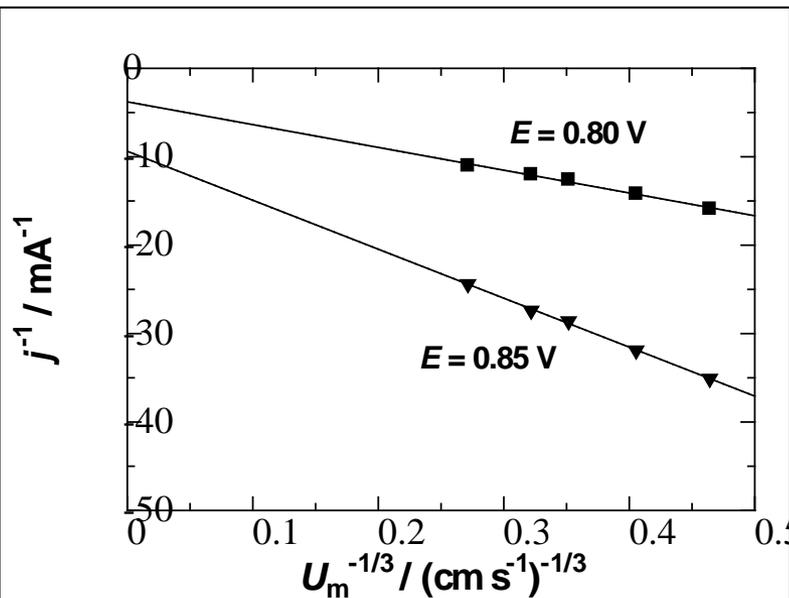


Fig.11. j^{-1} vs. $U_m^{-1/3}$ プロット
(電位 0.80 & 0.85 V vs. RHEにおける値)

1. 触媒 : FC-T1
2. 電位 0.80 & 0.85 V vs. RHEにおける活性化支配電流密度:
@0.80V; 590 A g⁻¹-Pt, 1.69 mA cm⁻²-Pt
@0.85 V; 232 A g⁻¹-Pt, 0.66 mA cm⁻²-Pt
3. 縦軸: j^{-1} / mA^{-1}
4. 横軸: $U_m^{-1/3} / (\text{cm s}^{-1})^{-1/3}$
5. 電流値評価: アノード電位走査時

評価方法② :

次式より各流速ごとの活性支配電流値を求め、平均値と標準偏差値を算出。

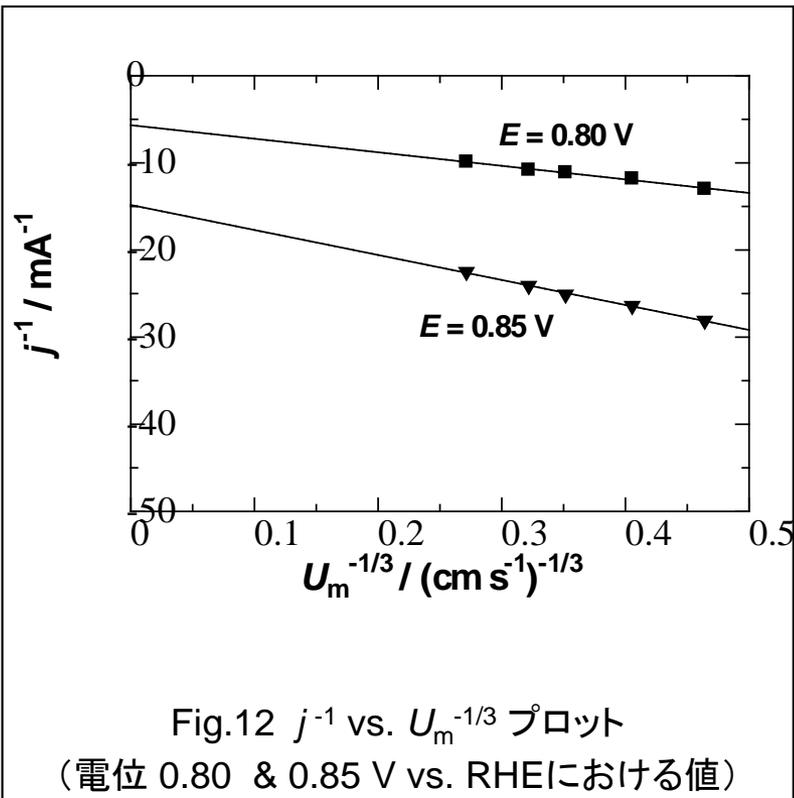
$$I_{LCC} = \frac{I_L \times I}{I_L - I}$$

I : ORR電流, I_{LCC} : 活性支配電流(限界電流補正),
 I_L : 限界電流

	流速 U_m (cm/s)	J_{LCC} (mA/cm ²)	Mass Act (A/g)
0.80V	10	0.59	206
	15	0.66	230
	23	0.73	254
	30	0.74	259
	50	0.80	280
	平均値	0.71	246
	標準偏差	0.07	25.3

0.85V	10	0.21	73.2
	15	0.23	80.1
	23	0.25	88.4
	30	0.26	91.4
	50	0.29	103
	平均値	0.25	87.2
	標準偏差	0.03	10.0

0.90V	10	0.051	17.7
	15	0.056	19.4
	23	0.062	21.5
	30	0.064	22.4
	50	0.077	26.8
	平均値	0.062	21.5
	標準偏差	0.008	2.83



1. 触媒 : **FC-J1**
2. 電位 0.80 & 0.85 V vs. RHEにおける活性化支配電流密度:
 @0.80 V; **669 A g⁻¹-Pt, 0.99 mA cm⁻²-Pt**
 @0.85 V; **255 A g⁻¹-Pt, 0.38 mA cm⁻²-Pt**
3. 縦軸 : j^{-1} / mA^{-1}
4. 横軸 : $U_m^{-1/3} / (\text{cm s}^{-1})^{-1/3}$
5. 電流値評価 : アノード電位走査時

評価方法② :

次式より各流速ごとの活性支配電流値を求め、**平均値**と**標準偏差値**を算出。

$$I_{\text{LCC}} = \frac{I_L \times I}{I_L - I}$$

I : ORR電流, I_{LCC} : 活性支配電流(限界電流補正),
 I_L : 限界電流

	流速 U_m (cm/s)	J_{LCC} (mA/cm ²)	Mass Act (A/g)
0.80V	10	0.76	518
	15	0.80	541
	23	0.80	540
	30	0.81	545
	50	0.86	580
	平均値	0.81	545
	標準偏差	0.03	20.2

0.85V	10	0.25	168
	15	0.26	175
	23	0.27	180
	30	0.27	186
	50	0.29	197
	平均値	0.27	181
	標準偏差	0.01	9.9

0.90V	10	0.052	35.3
	15	0.059	40.1
	23	0.062	42.3
	30	0.066	44.4
	50	0.070	47.4
	平均値	0.062	41.9
	標準偏差	0.005	3.7

まとめ

比活性 (mA cm⁻²)

	<i>E</i> vs. RHE	FC-I1	FC-I2	FC-T1	FC-J1
j^{-1} vs. $U_m^{-1/3}$ プロット (Koutecky-Levichプロット)	0.80	0.81	0.55	1.69	0.99
	0.85	0.29	0.18	0.66	0.38
$I_{LCC} = \frac{I_L \times I}{I_L - I}$ (限界電流補正)	0.80	0.89	0.54	0.71	0.81
	0.85	0.27	0.19	0.25	0.27
	0.90	0.061	0.039	0.062	0.062

質量活性 (A g_{Pt}⁻¹)

	<i>E</i> vs. RHE	FC-I1	FC-I2	FC-T1	FC-J1
j^{-1} vs. $U_m^{-1/3}$ プロット (Koutecky-Levichプロット)	0.80	554	410	590	669
	0.85	202	136	232	255
$I_{LCC} = \frac{I_L \times I}{I_L - I}$ (限界電流補正)	0.80	614	402	246	545
	0.85	187	142	87.2	181
	0.90	41.6	29.2	21.5	41.9

評価条件

1. 酸の純度等: メーカー(**関東化学**), 酸の純度(**UGR(61%)**, 前電解にて高純度化処理後、10倍希釈)
2. 水の純度等: メーカーまたは製造機等(**Milli-Pore Japan , MILLI-Q GRADIENT A10 & ELIX 10 UV**), 純度: (**不純物3 ppb**)
3. 洗ビンの容器の材質: (**未使用**)
4. 電解槽および電気化学測定装置名等: (**電解槽:RRDE標準セル(パイレックス製) / 電気化学測定装置:HA1010mM8 北斗電工**)
5. 電解槽の容積: **100 mL**
6. 電解槽の洗浄方法: (**クロム混酸浸漬後、milli-pore水にて洗浄**)
7. 回転電極の電極部の大きさ: 直径(**6 mm**)
8. 試験電極作製法: b. **GC電極上に触媒を載せた上にイオノマーを滴下**
9. 回転電極の試験電極部: Pt/C担持量(**$11.0 \mu\text{g cm}^{-2}$**), イオノマー担持量(**$0.05\text{wt}\%$, $25 \mu\text{L cm}^{-2}$**)
10. GC電極上への触媒担持方法(一回で担持、数度に分けて担持、その他の工夫などを簡潔に記述願います): (**一回で担持**)
11. 試験電極作製時の加熱温度と時間: **加熱なし**
12. ORR特性評価における電解液中での電極の前処理: (**挿引速度:0.5V/sで50mV~1000mV間を定常状態になるまでサイクル(およそ80サイクル)**)
13. ORR評価測定前酸素吹込時間: **60 min**
14. ORR評価中の酸素吹込状況: **電解液中に吹き込み**
15. 特記事項:なし

耐久性評価プロトコル

FCCJの起動停止模擬試験法に準拠して
電位ステップによる加速劣化
(N₂飽和電解液)



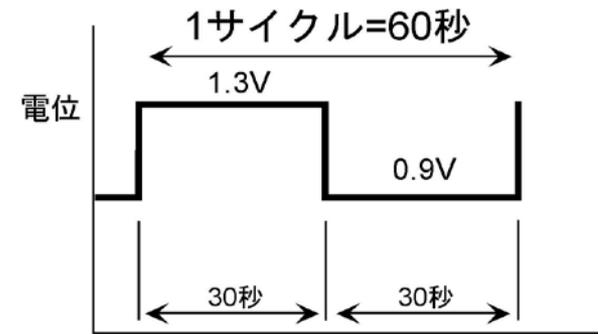
サイクリックボルタンメトリー(CV)によるPtの
活性表面積(ECSA)の測定
(N₂飽和電解液)



回転リングディスク電極(RRDE)法による酸
素還元(ORR)活性の評価
(O₂飽和電解液)

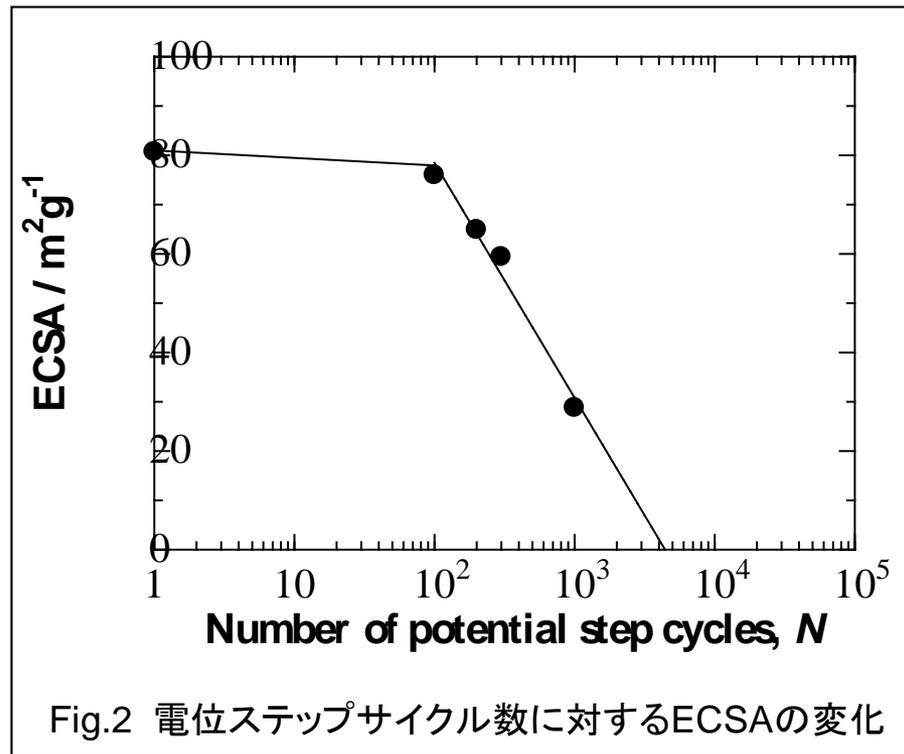
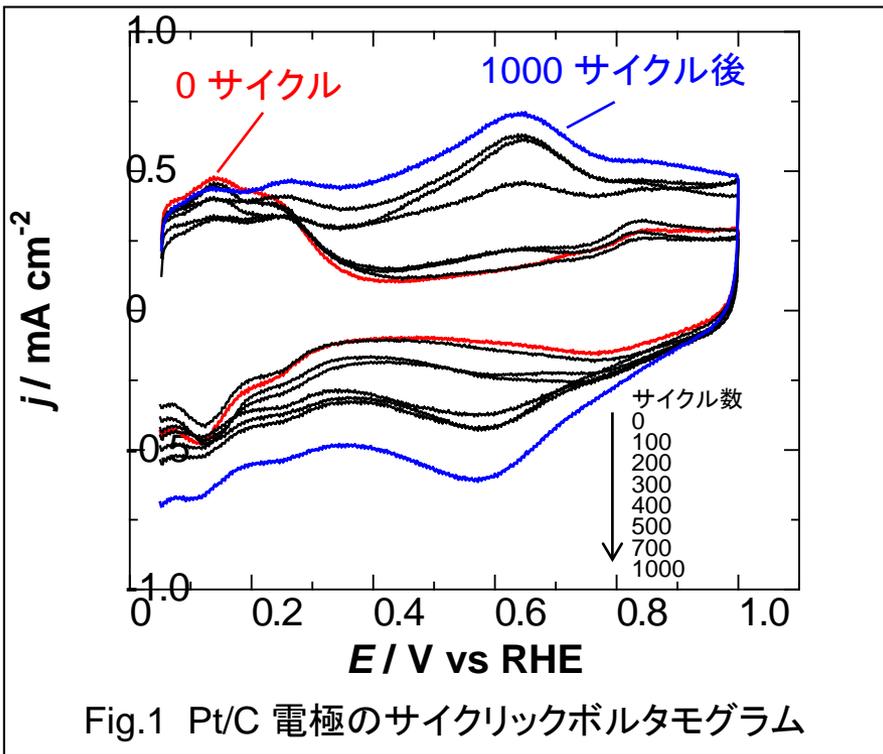


起動停止プロトコル(2007年FCCJ提案)



N₂, 0.1M HClO₄(25°C)

電気化学活性比表面積(ECSA)の変化



- ・触媒 : FC-T2,
- ・ECSA (初期値) : $80 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ -(Pt)
- ・電解液の種類と濃度 : 種類(HClO_4)、濃度(0.1M)
- ・電解液量と温度 : 液量(100 mL), 温度(25 °C)
- ・ECSA の評価法 : 水素吸着波
- ・電位走査速度 : 100 mV s^{-1}
- ・対極 : Pt黒
- ・参照電極 : RHE

ORRボルタモグラムとKoutecky-Levichプロット(劣化試験前)

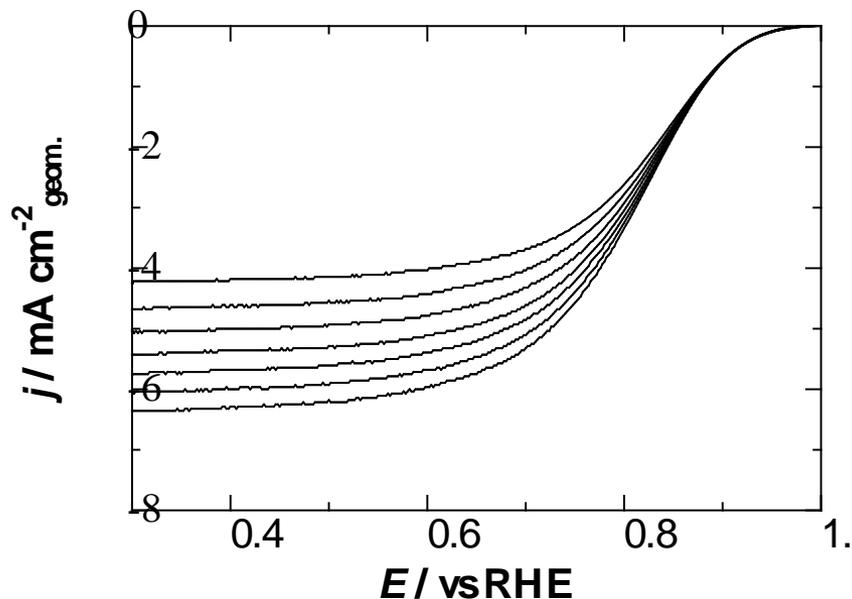


Fig.3 RDE-ORR 対流ボルタモグラム
(電位ステップサイクル=0)

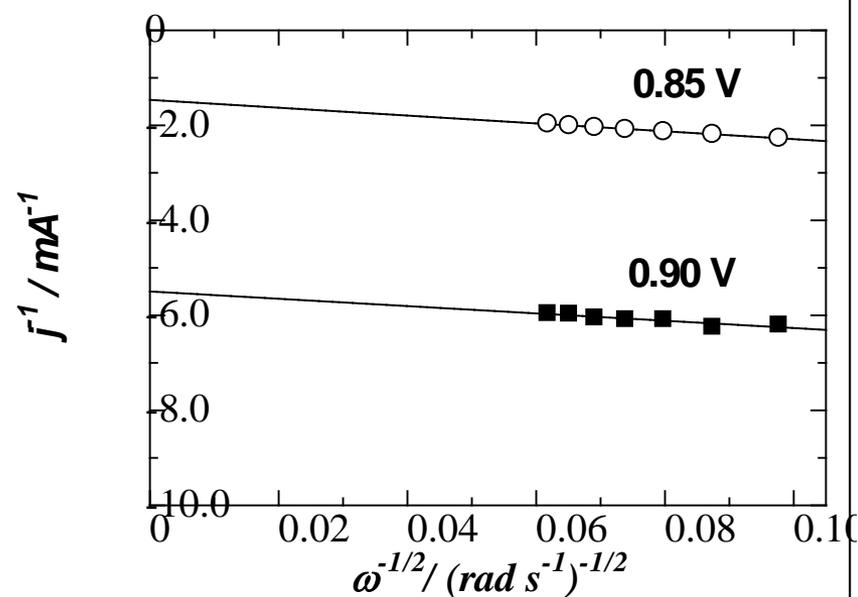
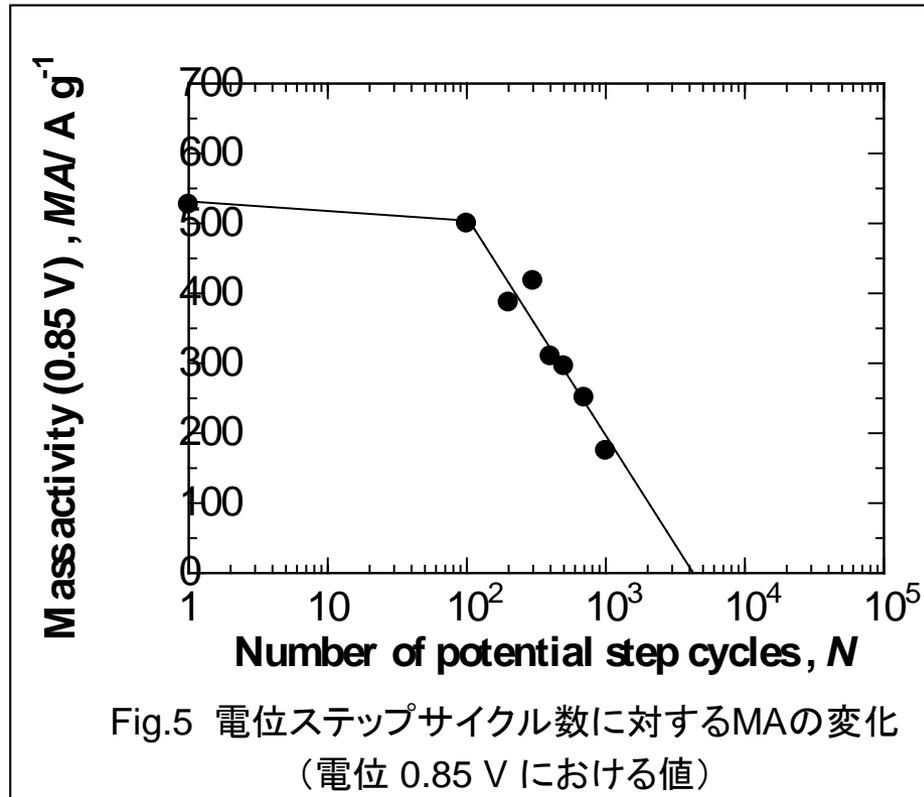


Fig.4 Koutecky-Levich プロット
(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)

- ORR評価の電解液温度: **25 °C**,
- 電極回転速度: 1000~2500 rpmの範囲で7種類の速度)
- 電位走査速度: **5 mV s⁻¹**

- 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける活性化支配電流密度:
@0.85 V; 527 A g^{-1} -Pt, 0.65 mA cm^{-2} -Pt
@0.90 V; 141 A g^{-1} -Pt, 0.17 mA cm^{-2} -Pt
- 電流値評価: b. **アノード電位走査時**,

質量活性(MA)の変化



評価条件

1. 酸の純度等：メーカー(**和光純薬**), 酸の純度(**精密分析用**)
2. 水の純度等：メーカーまたは製造機等(), 純度(**半導体用純水**)
3. 洗ビンの容器の材質：(**ポリエチレン**)
4. 電解槽および電気化学測定装置名等：(**ALS Model701D**)
5. 電解槽の容積： **約70mL**
6. 電解槽の洗浄方法：(**硫酸浸漬 煮沸 超音波30分**)
7. 回転電極の電極部の大きさ：直径(**3 mm**), チャンネルフロー電極の場合には電極サイズ等：
()
8. 試験電極作製法： a. **GC電極上にイオノマーと触媒の混合物を載せる**, b. GC電極上に触媒を載せた上にイオノマーを滴下, c. その他()
9. 回転電極の試験電極部：Pt担持量($5 \sim 18 \mu\text{g cm}^{-2}$), イオノマー担持量($5 \sim 10 \mu\text{L cm}^{-2}$)
10. GC電極上への触媒担持方法(**一回で担持**、数度に分けて担持、その他の工夫などを簡潔に記述願います)：
(**触媒担持後GC電極を回転させる**)
11. 試験電極作製時の加熱温度と時間： **60 °C, 15 min**
12. ORR特性評価における電解液中での電極の前処理：
(**0.05~1.1V *50cycle 250mV/s**)
13. ORR評価測定前酸素吹込時間： **20 min**
14. ORR評価中の酸素吹込状況： a. 電解液中に吹き込み, **b. 液上部流通**, c. 停止, d. その他
()
15. 特記事項：

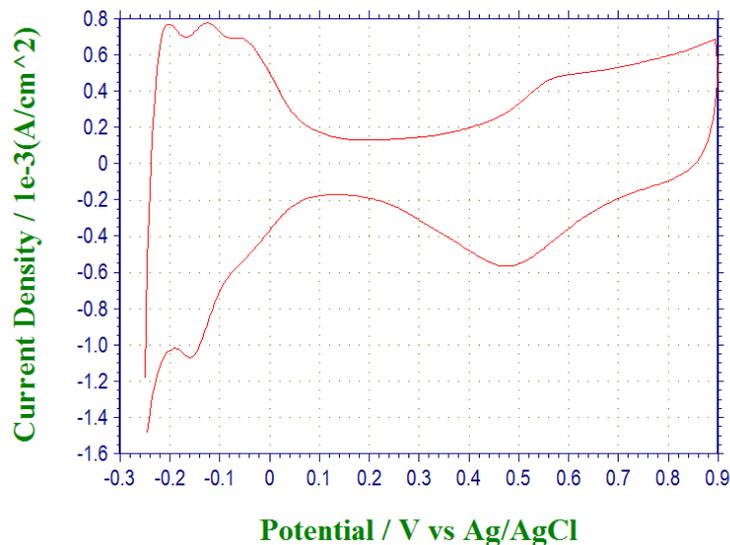


Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

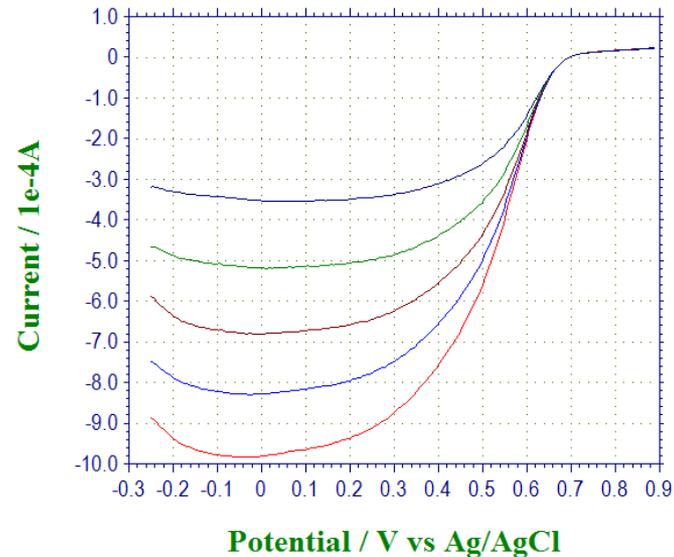


Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, **(d) FC-T2**, e. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : $72 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1} \text{-(Pt/C)}$
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類 (過塩素酸)、濃度 (**0.1M**)
6. 電解液量と温度: 液量 (50 mL), 温度 (**25 °C**)
7. ECSA の評価法 (○印) : **(a) 水素吸着波**, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
8. 電位走査速度: **50 mV s^{-1}**
9. 対極 (○印) : **(a) Pt板**, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : **(a) RHE**, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C , **(b) 60 °C 以外で評価した場合の温度 (25 °C)**
4. 電極回転速度: 任意 (例えば500~3000 rpmの範囲で6種類の速度)
5. 電位走査速度: **10 mV s^{-1}**

1600rpmのデータを下記の識を用いて i_k を算出

$$i_k = I_s \cdot I / (I_s - I)$$

ディスク電極は $\phi 3$ であり、電極の触媒量が少ないため(触媒担持密度がFCC J提案と同様)、0.9V@RHEにおいては回転レートの依存性が観測されなかったことがある。

1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける活性化支配電流密度:
 @0.85 V; 366 A g⁻¹-Pt, 512 μ A cm⁻²-Pt
 @0.90 V; 142 A g⁻¹-Pt, 198 μ A cm⁻²-Pt
 (再現性をみるため複数の結果を場合には数値を列挙)
2. 縦軸: $j^{1/2}$ / A⁻¹ が望ましい
3. 横軸: $\omega^{-1/2}$ / (rad s⁻¹)^{-1/2} が望ましい
4. 電流値評価: a. カソード電位走査時,
 b. アノード電位走査時,
 c. その他()

評価条件

1. 酸の純度等: メーカー(和光純薬工業), 酸の純度(試薬特級)
2. 水の純度等: メーカーまたは製造機等(ミリポア純水製造装置、Elix10), 純度($10 \text{ M}\Omega \text{ cm}$)
3. 洗ビンの容器の材質: (ポリエチレン)
4. 電解槽および電気化学測定装置名等: (ポテンシostat: solartron analytical 1480 Multistat, 回転電極コントローラ: 北斗電工HR202, 回転電極部: HR201)
5. 電解槽の容積: 300 mL
6. 電解槽の洗浄方法: (食器洗い用中性洗剤とブラシを用いて洗浄)
7. 回転電極の電極部の大きさ: 直径(5.0 mm), チャンネルフロー電極の場合には電極サイズ等:
(電極メーカー: 北斗電工 電極型番: HR2-D1-GC5)
8. 試験電極作製法 (b) GC電極上に触媒を載せた上にイオノマーを滴下
9. 回転電極の試験電極部: Pt/C担持量($200 \mu\text{g cm}^{-2}$), イオノマー担持量(約 $0.025 \mu\text{lcm}^{-2}$)
10. GC電極上への触媒担持方法(一回で担持、数度に分けて担持、その他の工夫などを簡潔に記述願います):
(触媒を純水中に2 mg/mlの割合で分散。超音波+攪拌を15分、超音波+攪拌をしつつマイクロピペットで適量を採取し、担持、その後、減圧乾燥30分。)
11. 試験電極作製時の加熱温度と時間: $50 \text{ }^\circ\text{C}$, 20 min.
12. ORR特性評価における電解液中での電極の前処理:
(電極を電解液中で1000 rpm, 5分間 回転保持した後、 $0-1.2 \text{ V vs. NHE}$ 200 mV/s , 10 cycleの条件で前処理)
13. ORR評価測定前酸素吹込時間: 30 min., 150 ml/min.
14. ORR評価中の酸素吹込状況 (a) 電解液中に吹き込み
15. 特記事項:

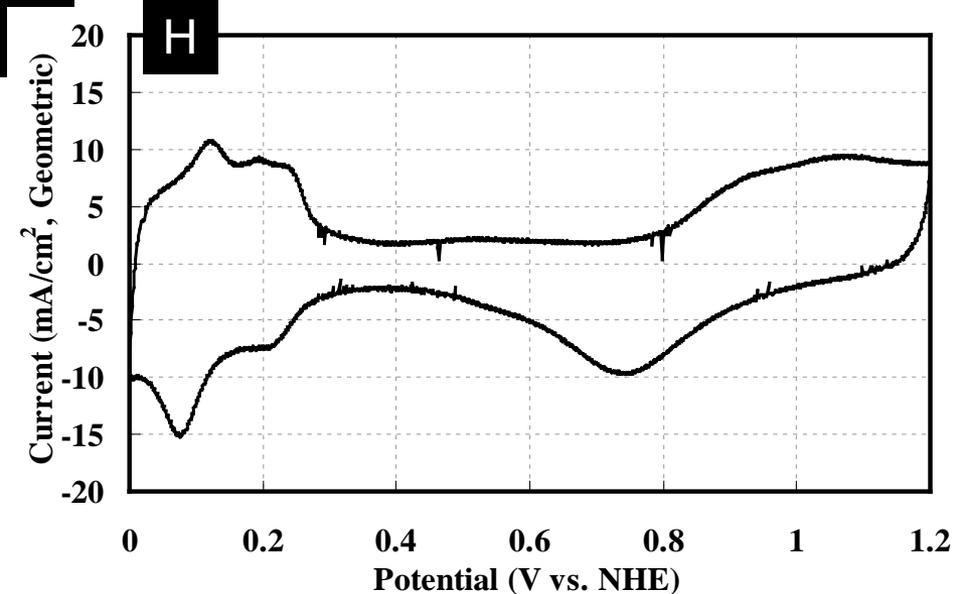


Fig. Cyclic Voltammogram.

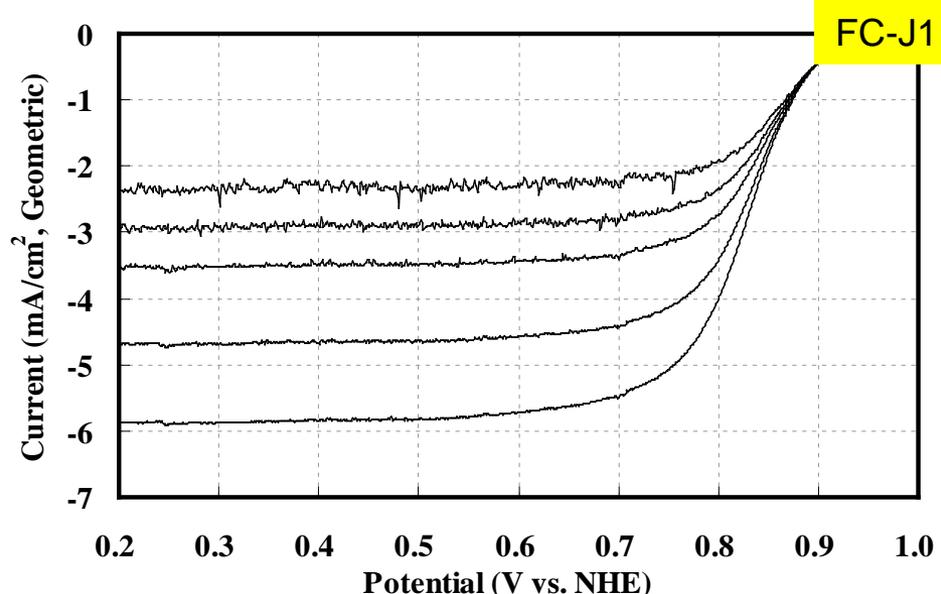


Fig. Polarization Curves.

FC-J1, 1回目

1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, d. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : 41.3 m²/gPt
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類(硫酸)、濃度(0.5 M)
6. 電解液量と温度: 液量(300 mL), 温度(35 °C)
7. ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他()
8. 電位走査速度: 10 mV s⁻¹
9. 対極 (○印) : a. Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : a. RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度(35 °C)
4. 電極回転速度: 400, 625, 900, 1600, 2500の5水準

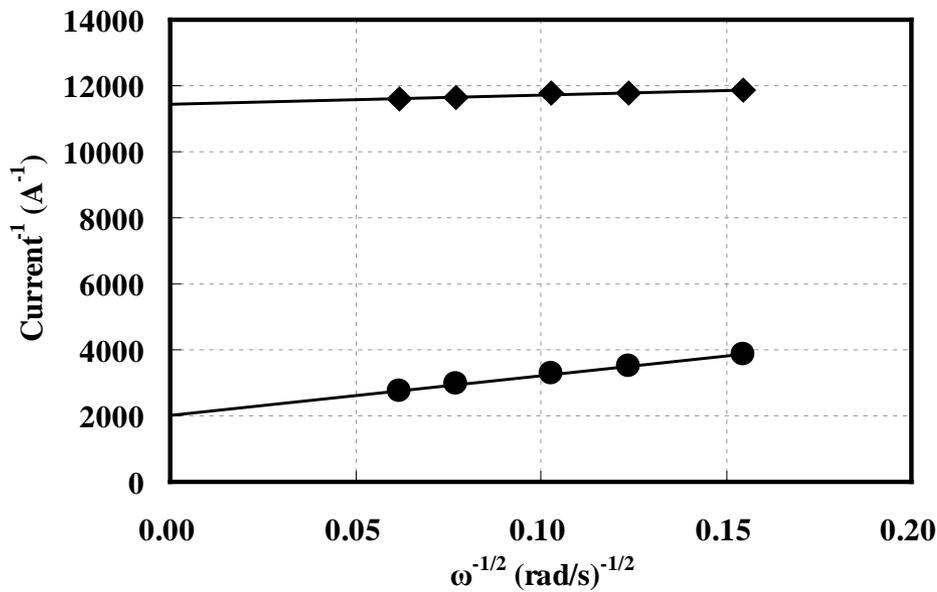


Fig. Koutecky-Levich Plot.

FC-J1, 1回目

1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度：
@0.85 V; 30.8 A g⁻¹-Pt, 7.46x10⁻⁵ A cm⁻²-Pt
@0.90 V; 5.47 A g⁻¹-Pt, 1.33x10⁻⁵ A cm⁻²-Pt
(再現性をみるため複数の結果を場合には
数値を列挙)
2. 縦軸: j^1/A^{-1} が望ましい
3. 横軸: $\omega^{-1/2}/(\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
4. 電流値評価 (a. カソード電位走査時,
b. アノード電位走査時,
c. その他())

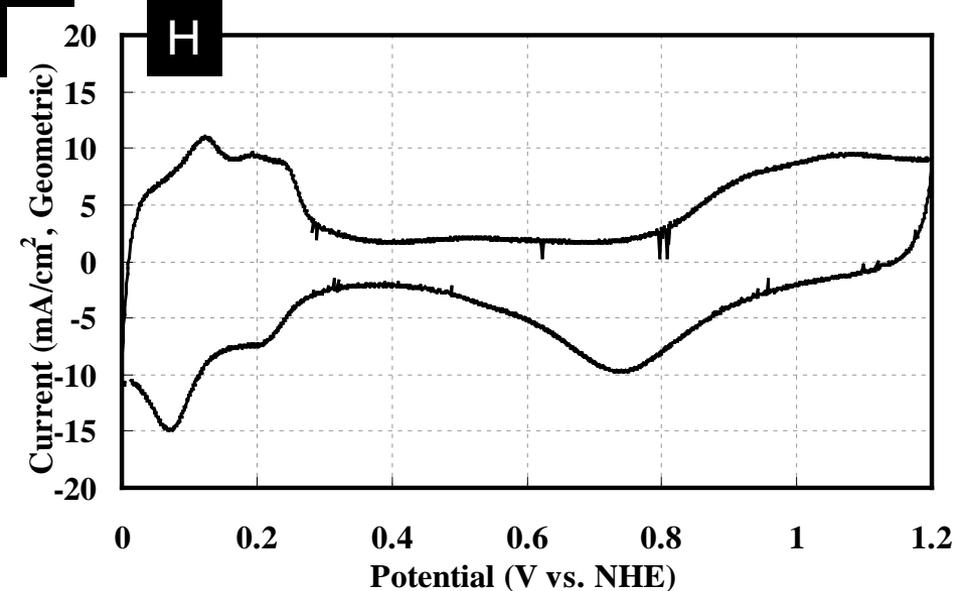


Fig. Cyclic Voltammogram.

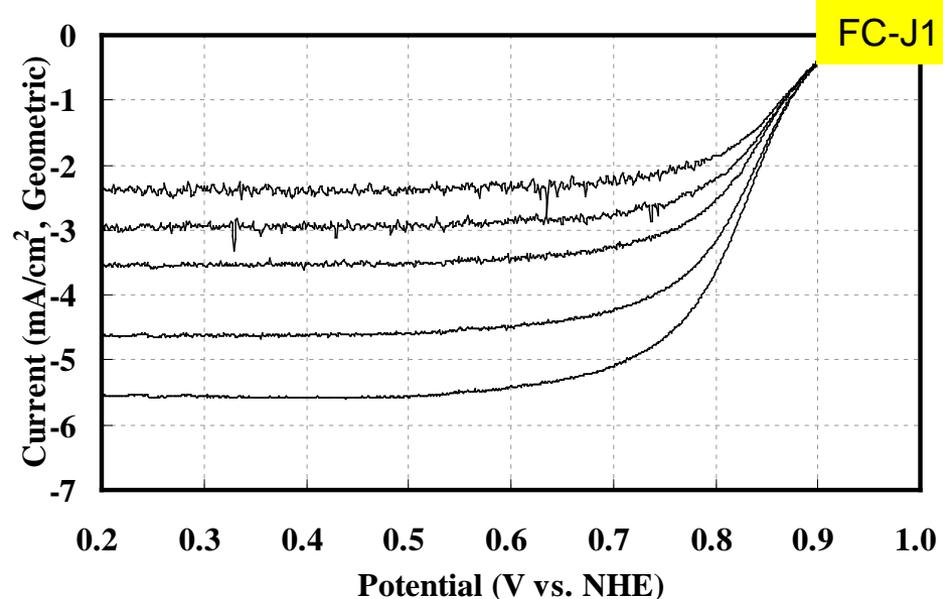


Fig. Polarization Curves.

FC-J1, 2回目

1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, d. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : 45.8 m²/gPt
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類(硫酸)、濃度(0.5 mol/l)
6. 電解液量と温度: 液量(300 mL), 温度(35 °C)
7. ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他()
8. 電位走査速度: 10 mV s⁻¹
9. 対極 (○印) : a. Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : a. RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度(35 °C)
4. 電極回転速度: 400, 625, 900, 1600, 2500の5水準

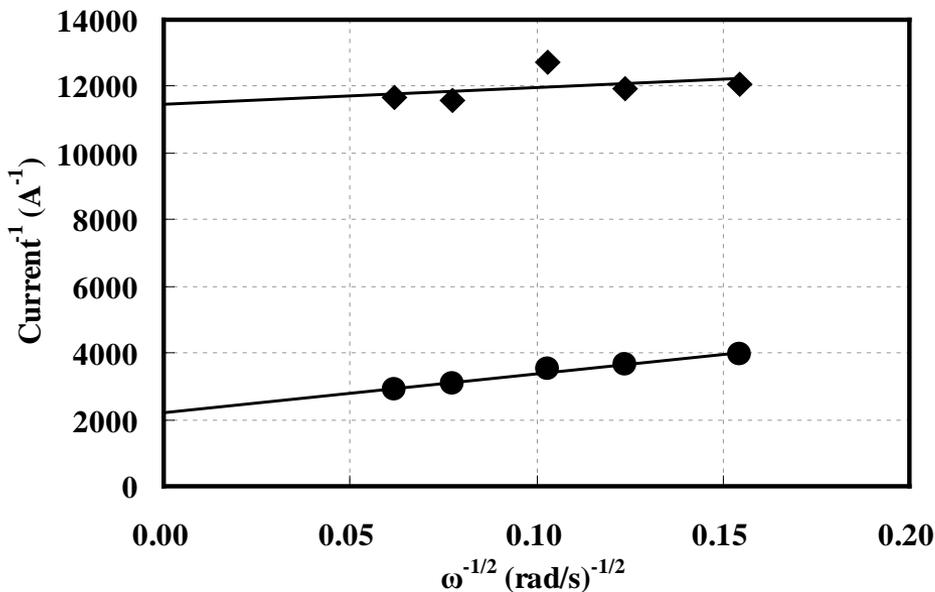


Fig. Koutecky-Levich Plot.

FC-J1, 2回目

1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度：
@0.85 V; 28.4 A g⁻¹-Pt, 6.20×10⁻⁵ A cm⁻²-Pt
@0.90 V; 5.47 A g⁻¹-Pt, 1.19×10⁻⁵ A cm⁻²-Pt
(再現性をみるため複数の結果を場合には
数値を列挙)
2. 縦軸: j^{-1}/A^{-1} が望ましい
3. 横軸: $\omega^{-1/2}/(\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
4. 電流値評価 (a. カソード電位走査時,
b. アノード電位走査時,
c. その他()

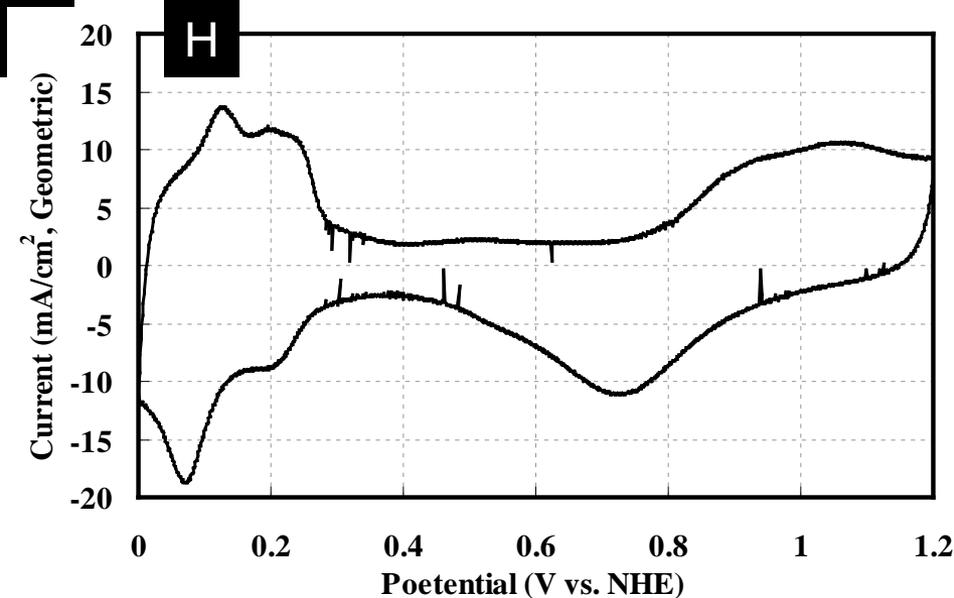


Fig. Cyclic Voltammogram.

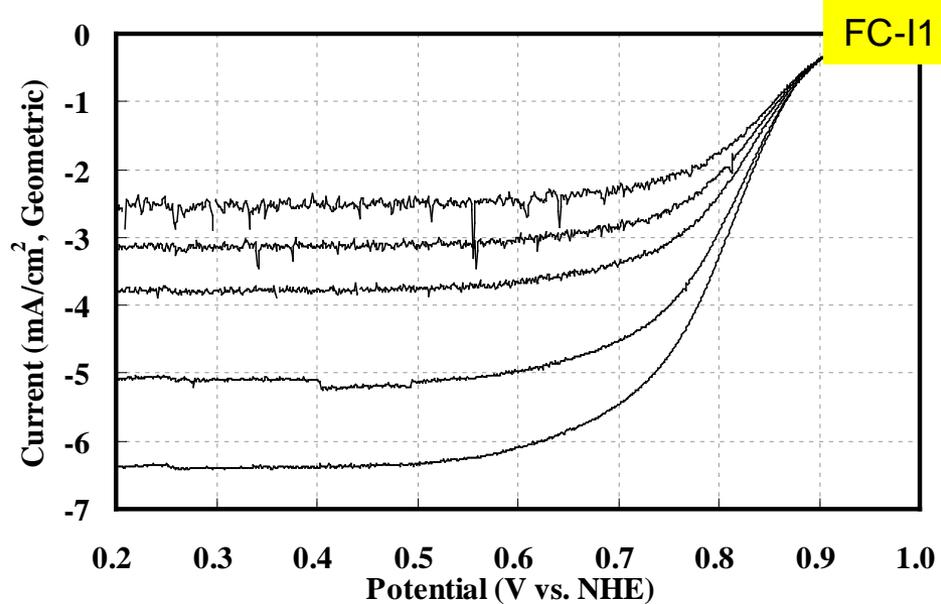


Fig. Polarization Curves.

FC-I1, 1回目

1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, d. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : 55.5 m²/gPt
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類(硫酸)、濃度(0.5 M)
6. 電解液量と温度: 液量(300 mL), 温度(35 °C)
7. ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他()
8. 電位走査速度: 10 mV s⁻¹
9. 対極 (○印) : a. Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : a. RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度(35°C)
4. 電極回転速度: 400, 625, 900, 1600, 2500の5水準

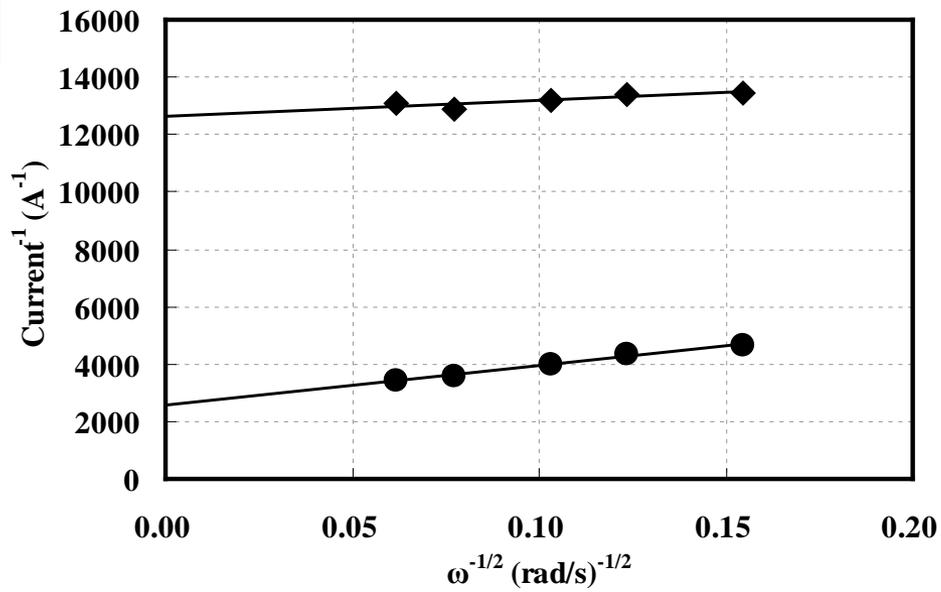


Fig. Koutecky-Levich Plot.

FC-I1, 1回目

1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度：
@0.85 V; 24.6 A g⁻¹-Pt, 4.43x10⁻⁵ A cm⁻²-Pt
@0.90 V; 5.03 A g⁻¹-Pt, 0.91x10⁻⁵ A cm⁻²-Pt
(再現性をみるため複数の結果を場合には
数値を列挙)
2. 縦軸: j^{-1}/A^{-1} が望ましい
3. 横軸: $\omega^{-1/2}/(\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
4. 電流値評価 (a. カソード電位走査時,
b. アノード電位走査時,
c. その他())

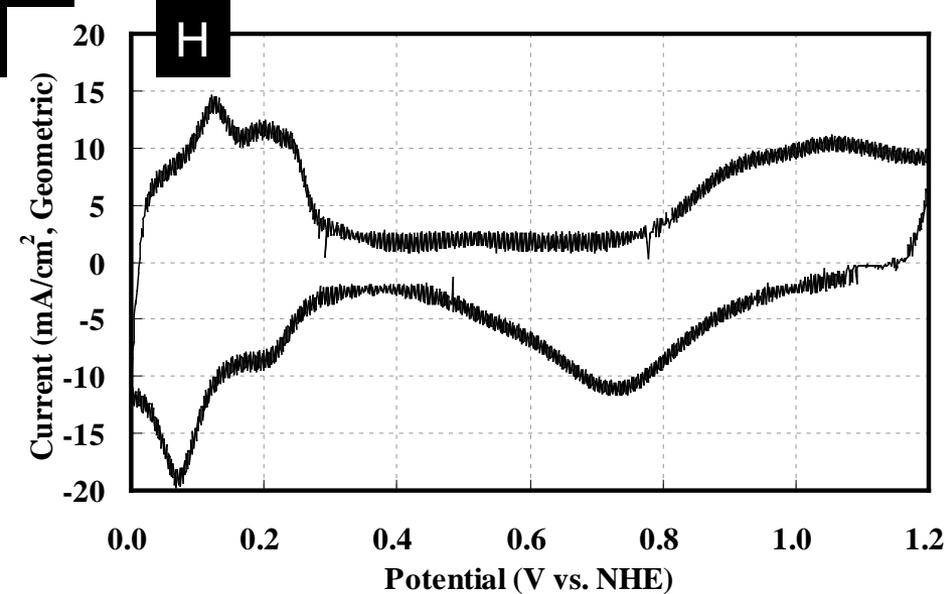


Fig. Cyclic Voltammogram.

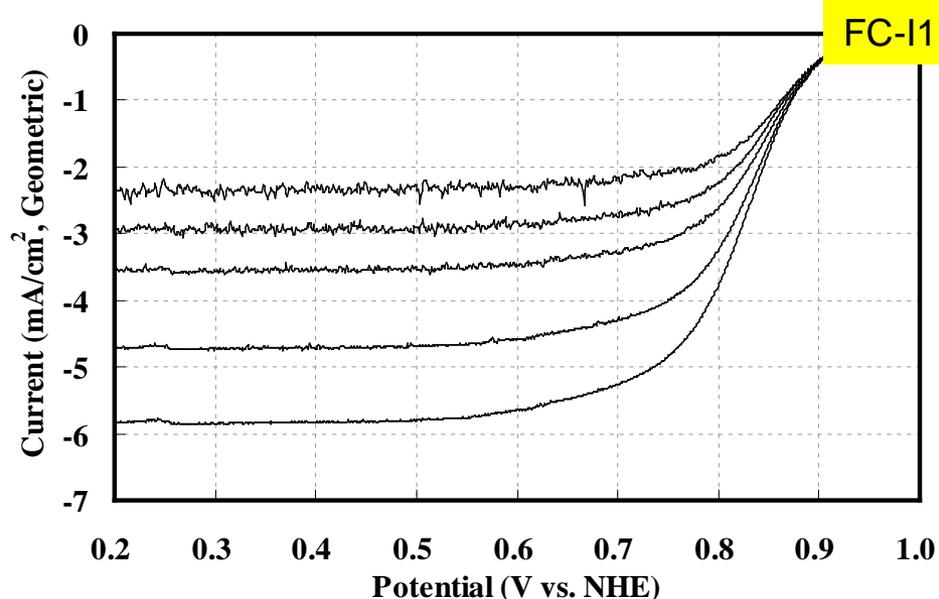


Fig. Polarization Curves.

FC-I1, 2回目

1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, d. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : 59.1 m²/gPt
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類(硫酸)、濃度(0.5 M)
6. 電解液量と温度: 液量(300 mL), 温度(35 °C)
7. ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他()
8. 電位走査速度: 10 mV s⁻¹
9. 対極 (○印) : a. Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : a. RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度(35°C)
4. 電極回転速度: 400, 625, 900, 1600, 2500の5水準

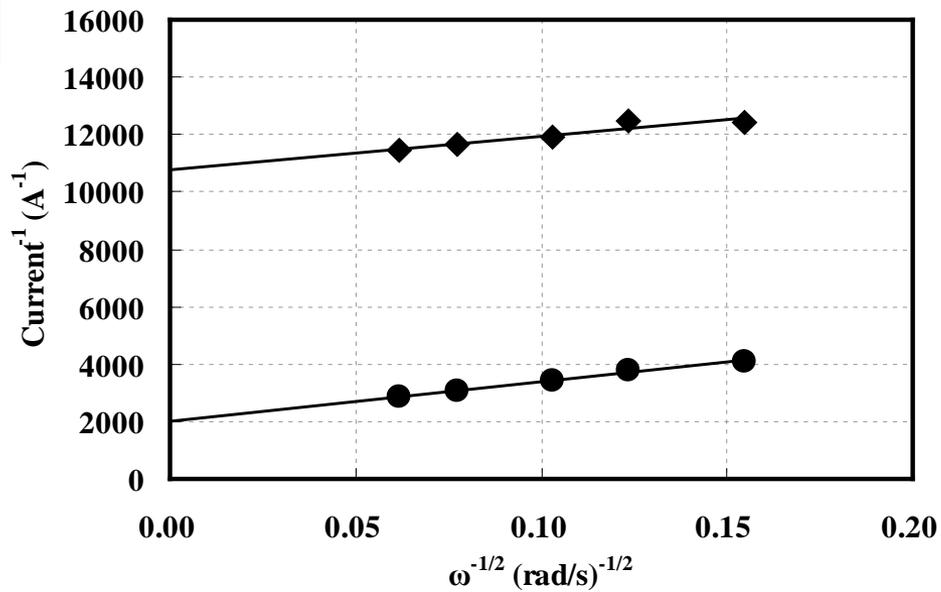


Fig. Koutecky-Levich Plot.

FC-I1, 2回目

1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度：
@0.85 V; 31.5 A g⁻¹-Pt, 5.32x10⁻⁵ A cm⁻²-Pt
@0.90 V; 5.89 A g⁻¹-Pt, 1.00x10⁻⁵ A cm⁻²-Pt
(再現性をみるため複数の結果を場合には
数値を列挙)
2. 縦軸: j^{-1}/A^{-1} が望ましい
3. 横軸: $\omega^{-1/2}/(\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
4. 電流値評価 (a. カソード電位走査時,
b. アノード電位走査時,
c. その他()

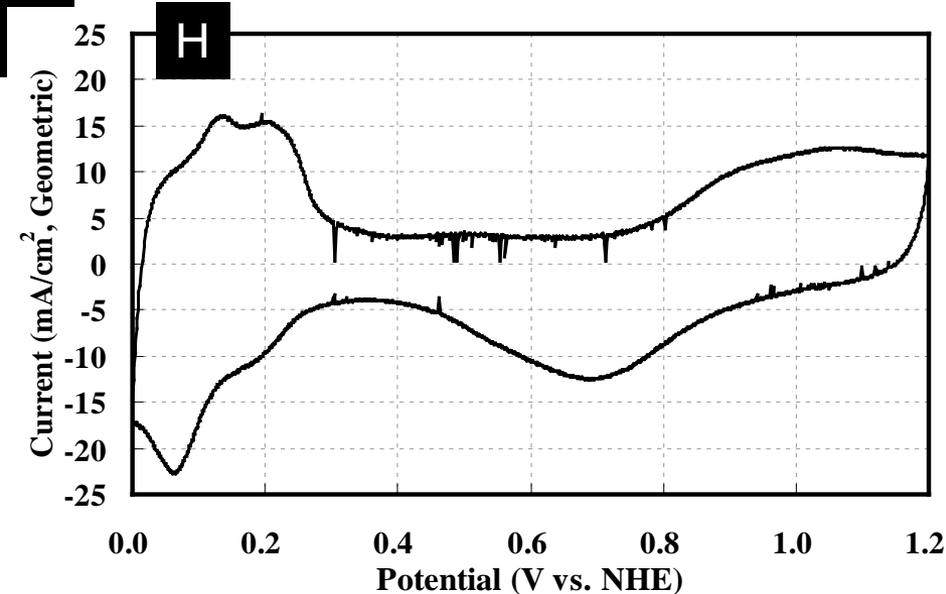


Fig. Cyclic Voltammogram.

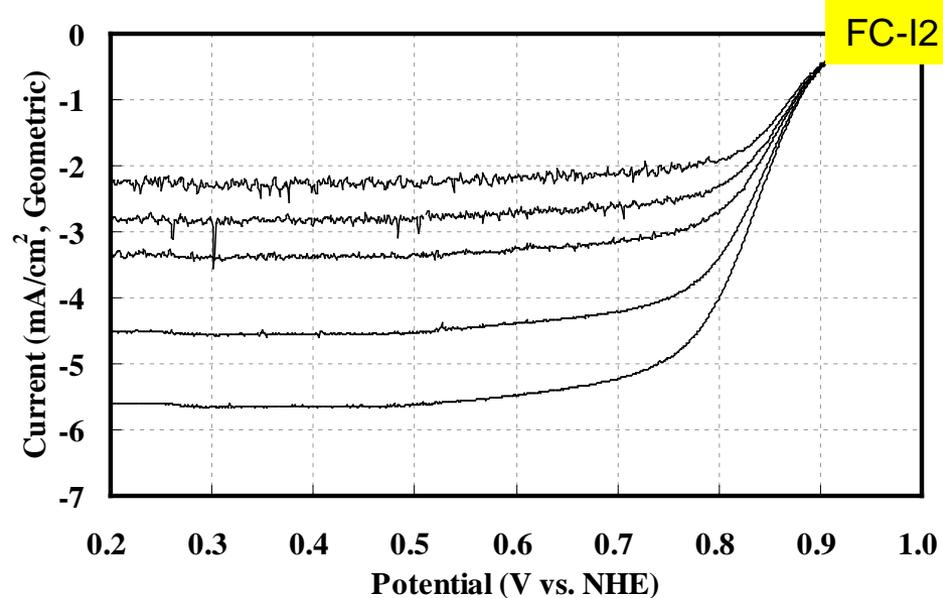


Fig. Polarization Curves.

FC-I2, 1回目

1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, d. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : 68.4 m²/gPt
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類(硫酸)、濃度(0.5 M)
6. 電解液量と温度: 液量(300 mL), 温度(35 °C)
7. ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他()
8. 電位走査速度: 10 mV s⁻¹
9. 対極 (○印) : a. Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : a. RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度(35°C)
4. 電極回転速度: 400, 625, 900, 1600, 2500の5水準

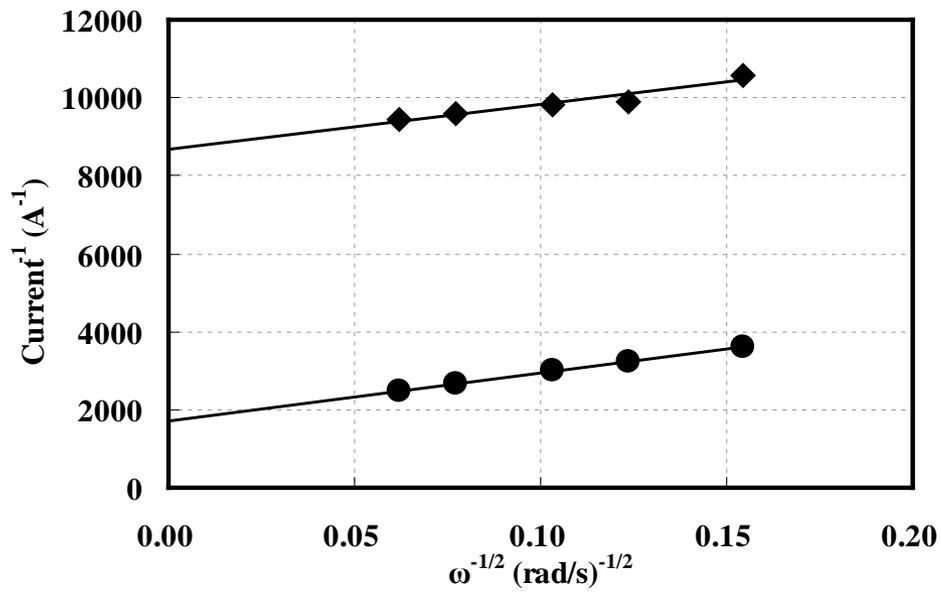


Fig. Koutecky-Levich Plot.

FC-I2, 1回目

1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度：
@0.85 V; 36.8 A g⁻¹-Pt, 5.38x10⁻⁵ A cm⁻²-Pt
@0.90 V; 7.30 A g⁻¹-Pt, 1.07x10⁻⁵ A cm⁻²-Pt
(再現性をみるため複数の結果を場合には
数値を列挙)
2. 縦軸: j^{-1}/A^{-1} が望ましい
3. 横軸: $\omega^{-1/2}/(\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
4. 電流値評価 (a.)カソード電位走査時,
b. アノード電位走査時,
c. その他()

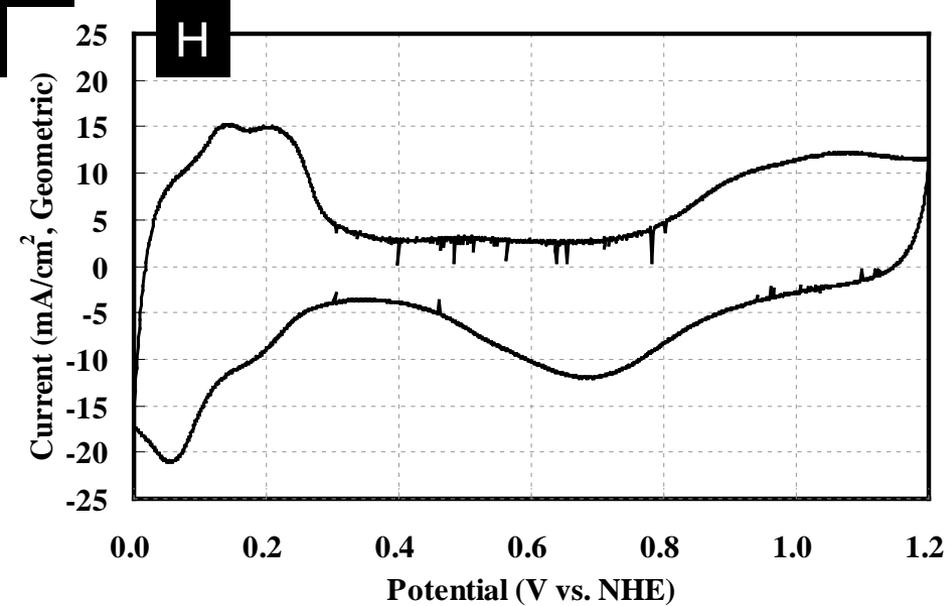


Fig. Cyclic Voltammogram.

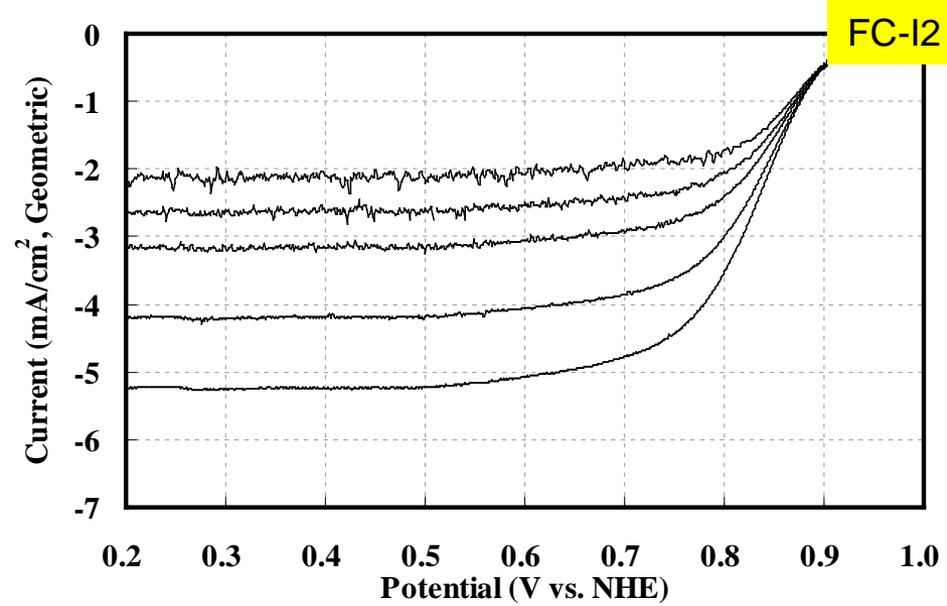


Fig. Polarization Curves.

FC-I2, 2回目

1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, d. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : 69.6 m²/gPt
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類(硫酸)、濃度(0.5 M)
6. 電解液量と温度: 液量(300 mL), 温度(35 °C)
7. ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他()
8. 電位走査速度: 10 mV s⁻¹
9. 対極 (○印) : a. Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : a. RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度(35°C)
4. 電極回転速度: 400, 625, 900, 1600, 2500の5水準

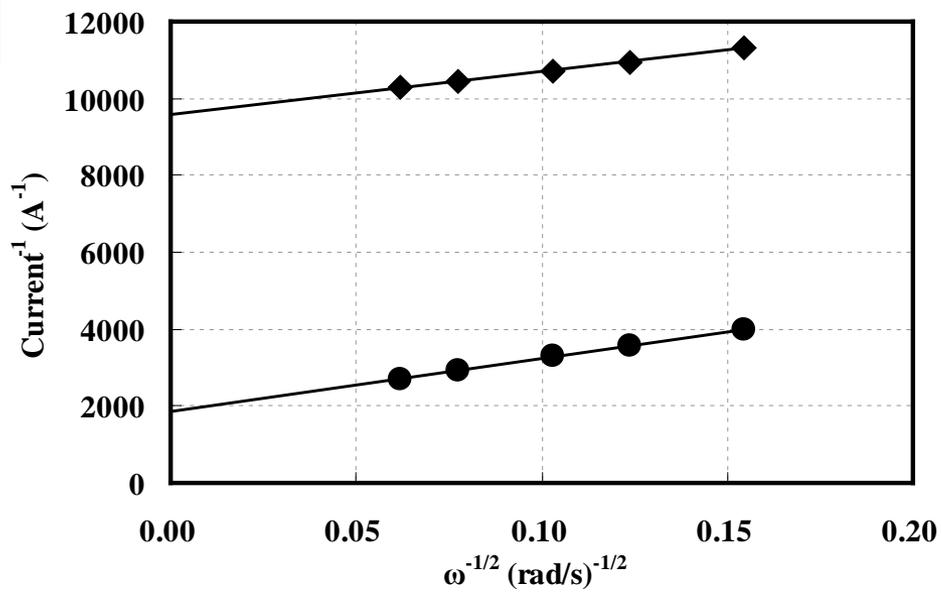


Fig. Koutecky-Levich Plot.

FC-I2, 2回目

1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度：
@0.85 V; 33.9 A g⁻¹-Pt, 4.87x10⁻⁵ A cm⁻²-Pt
@0.90 V; 6.61 A g⁻¹-Pt, 0.95x10⁻⁵ A cm⁻²-Pt
(再現性をみるため複数の結果を場合には
数値を列挙)
2. 縦軸: j^{-1}/A^{-1} が望ましい
3. 横軸: $\omega^{-1/2}/(\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
4. 電流値評価 (a.)カソード電位走査時,
b. アノード電位走査時,
c. その他()

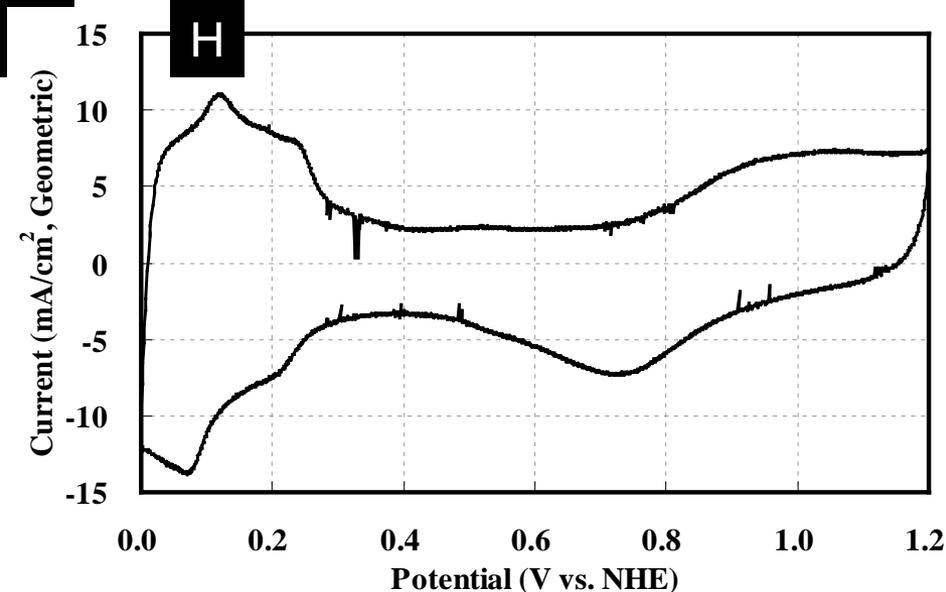


Fig. Cyclic Voltammogram.

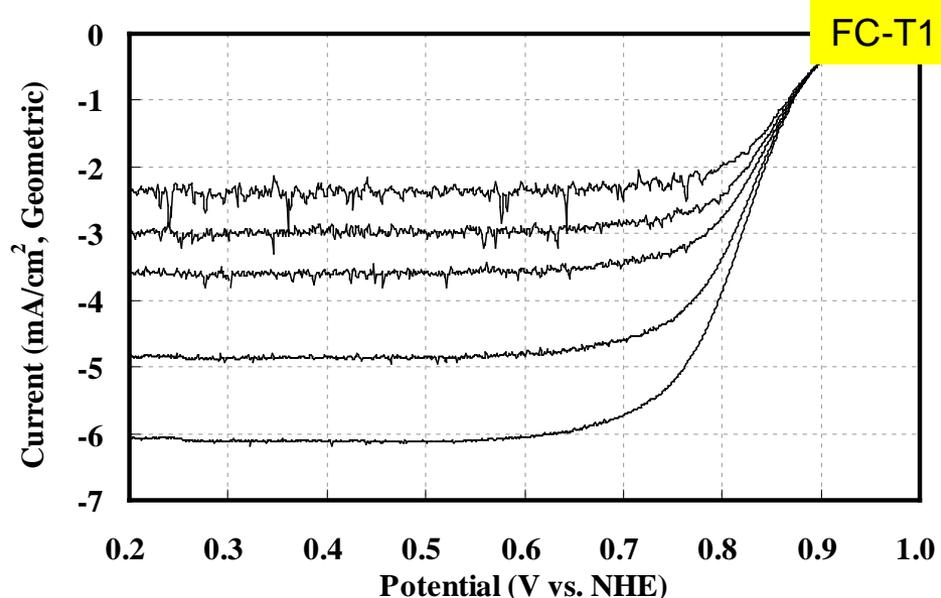


Fig. Polarization Curves.

FC-T1, 1回目

1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, d. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : 32.6 m²/gPt
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類(硫酸)、濃度(0.5 M)
6. 電解液量と温度: 液量(300 mL), 温度(35 °C)
7. ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他()
8. 電位走査速度: 10 mV s⁻¹
9. 対極 (○印) : a. Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : a. RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度(35°C)
4. 電極回転速度: 400, 625, 900, 1600, 2500の5水準

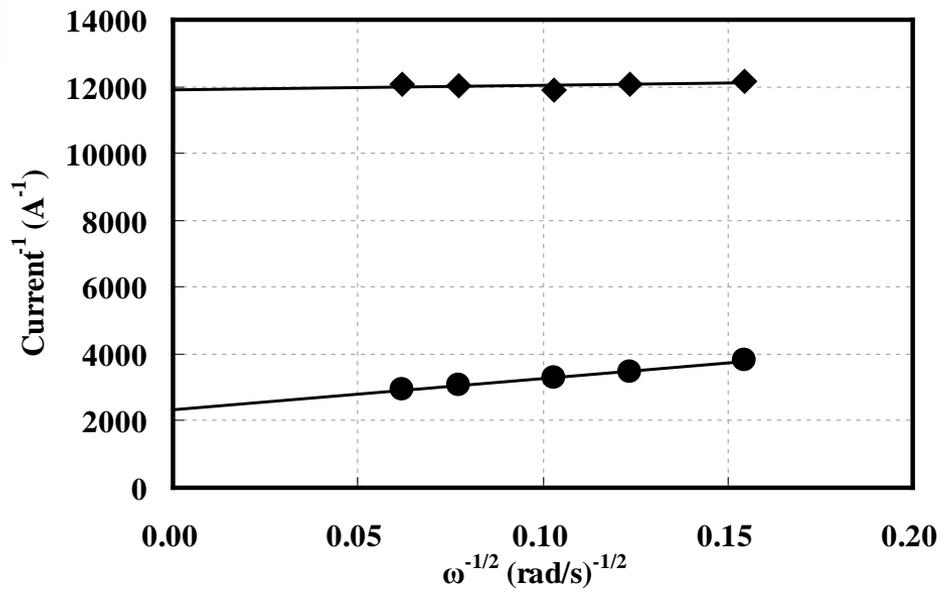


Fig. Koutecky-Levich Plot.

FC-T1, 1回目

1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度：
@0.85 V; 21.1 A g⁻¹-Pt, 6.47x10⁻⁵ A cm⁻²-Pt
@0.90 V; 4.14 A g⁻¹-Pt, 1.27x10⁻⁵ A cm⁻²-Pt
(再現性をみるため複数の結果を場合には
数値を列挙)
2. 縦軸: j^1/A^{-1} が望ましい
3. 横軸: $\omega^{-1/2}/(\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
4. 電流値評価 (a. カソード電位走査時,
b. アノード電位走査時,
c. その他())

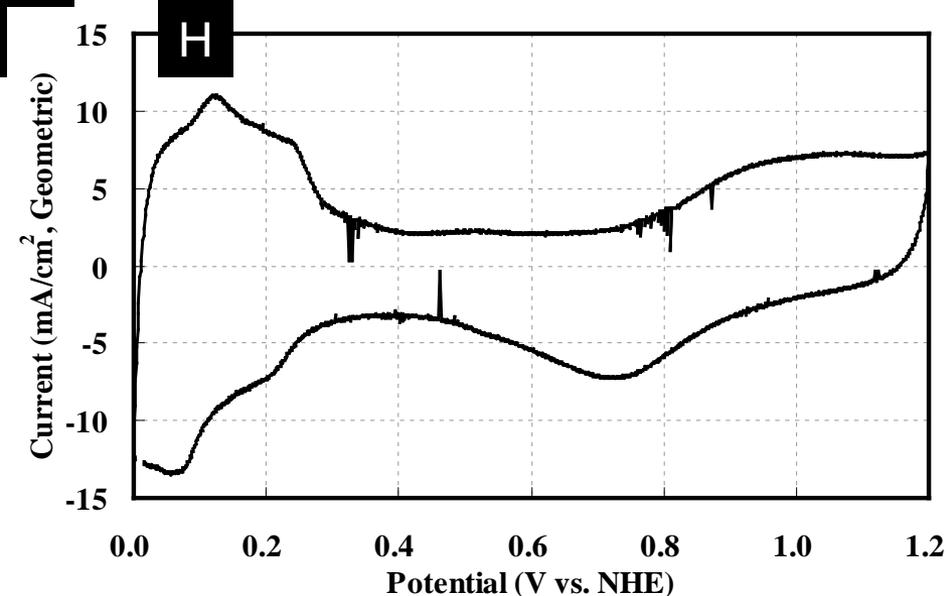


Fig. Cyclic Voltammogram.

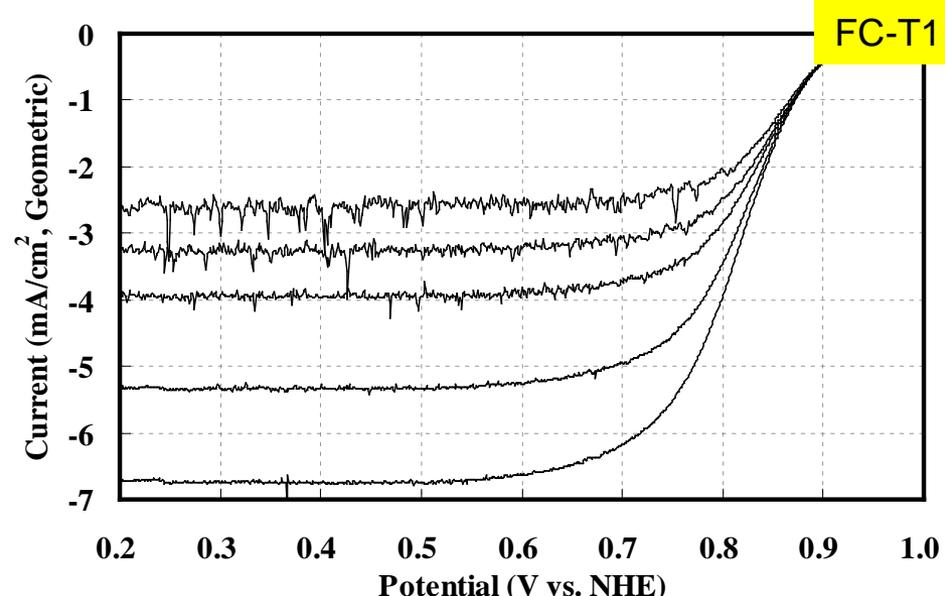


Fig. Polarization Curves.

FC-T1, 2回目

1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, **c. FC-T1**, d. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : 36.1 m²/gPt
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類(硫酸)、濃度(0.5 M)
6. 電解液量と温度: 液量(300 mL), 温度(35 °C)
7. ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, **b. 水素脱離波**, c. 吸着COの脱離波, d. その他()
8. 電位走査速度: 10 mV s⁻¹
9. 対極 (○印) : a. Pt板, **b. Pt線**, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : a. RHE, **b. Ag/AgCl**, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, **b. 60 °C以外で評価した場合の温度(35 °C)**
4. 電極回転速度: 400, 625, 900, 1600, 2500の5水準

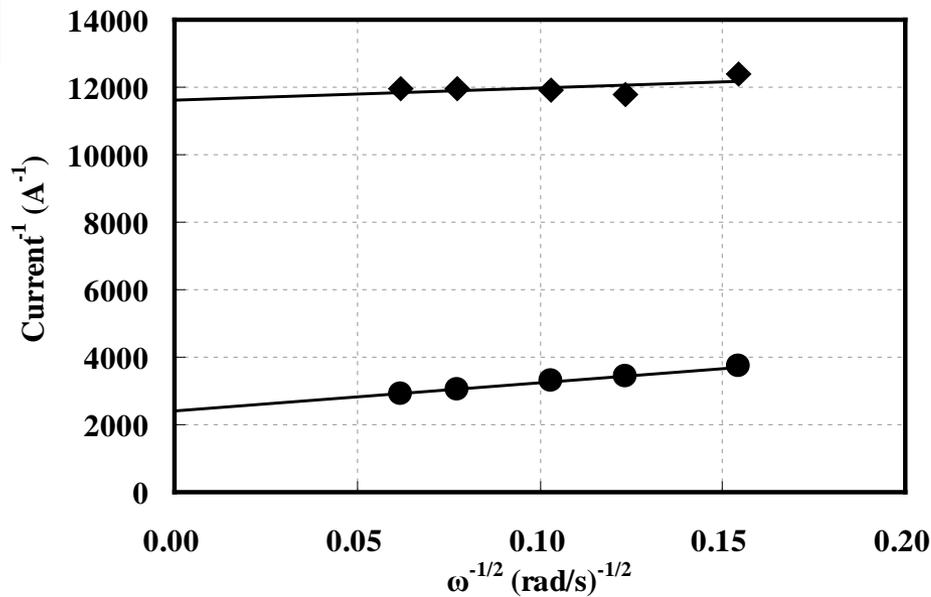


Fig. Koutecky-Levich Plot.

FC-T1, 2回目

1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度：
@0.85 V; 20.5 A g⁻¹-Pt, 5.68x10⁻⁵ A cm⁻²-Pt
@0.90 V; 4.23 A g⁻¹-Pt, 1.17x10⁻⁵ A cm⁻²-Pt
(再現性をみるため複数の結果を場合には
数値を列挙)
2. 縦軸: j^1/A^{-1} が望ましい
3. 横軸: $\omega^{-1/2}/(\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
4. 電流値評価 (a. カソード電位走査時,
b. アノード電位走査時,
c. その他())

表まとめ

触媒	表面積 (m ² /g)	$I_k@0.85\text{ V}$		$I_k@0.90\text{ V}$	
		A/g	A/cm ²	A/g	A/cm ²
FC-J1 1回目	41.3	30.8	7.46×10^{-5}	5.47	1.33×10^{-5}
FC-J1 2回目	45.8	28.4	6.20×10^{-5}	5.47	1.19×10^{-5}
FC-I1 1回目	55.5	24.6	4.43×10^{-5}	5.03	0.91×10^{-5}
FC-I1 2回目	59.1	31.5	5.32×10^{-5}	5.89	1.00×10^{-5}
FC-I2 1回目	68.4	36.8	5.38×10^{-5}	7.30	1.07×10^{-5}
FC-I2 2回目	69.6	33.9	4.87×10^{-5}	6.61	0.95×10^{-5}
FC-T1 1回目	32.6	21.1	6.47×10^{-5}	4.14	1.27×10^{-5}
FC-T1 2回目	36.1	20.5	5.68×10^{-5}	4.23	1.17×10^{-5}

評価条件

1. 酸の純度等: メーカー(関東化学), 酸の純度(Ultrapur)
2. 水の純度等: メーカーまたは製造機等(Millipore), 純度(比抵抗18.2 M Ω 、TOC 4 ppb)
3. 洗ビンの容器の材質: (PFA(フッ素樹脂))
4. 電解槽および電気化学測定装置名等: (北斗電工製HZ5000)
5. 電解槽の容積: 約**300** mL
6. 電解槽の洗浄方法: (中性洗剤で自動洗浄後、95°C以上の超純水中で30分間煮沸)
7. 回転電極の電極部の大きさ: 直径(**5** mm), チャンネルフロー電極の場合には電極サイズ等:
()
8. 試験電極作製法: **a.** GC電極上にイオノマーと触媒の混合物を載せる, b. GC電極上に触媒を載せた上にイオノマーを滴下, c. その他()
9. 回転電極の試験電極部: C担持量(約20 $\mu\text{g}_{\text{Carbon}} \text{cm}^{-2}$), イオノマー担持量(約 9 $\mu\text{g}_{\text{Nafion}} \text{cm}^{-2}$)
10. GC電極上への触媒担持方法(一回で担持、数度に分けて担持、その他の工夫などを簡潔に記述願います):
(一回で担持)
11. 試験電極作製時の加熱温度と時間: **60** °C, **15** min
12. ORR特性評価における電解液中での電極の前処理:
(2分間1.2 Vで定電位保持後、0-1.2 Vの電位範囲を500 mV s⁻¹で20回電位走査)
13. ORR評価測定前酸素吹込時間: **30** min
14. ORR評価中の酸素吹込状況: a, 電解液中に吹き込み, **b.** 液上部流通, c. 停止, d. その他
()
15. 特記事項:

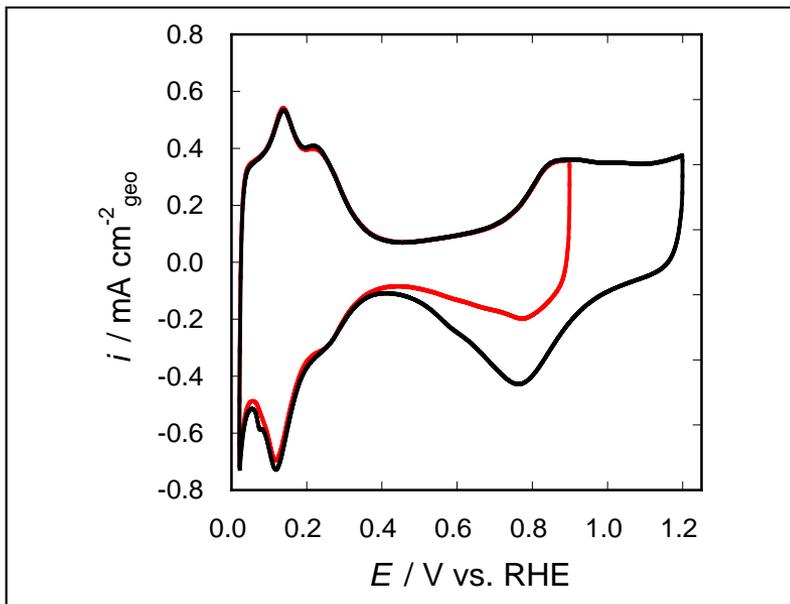


Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

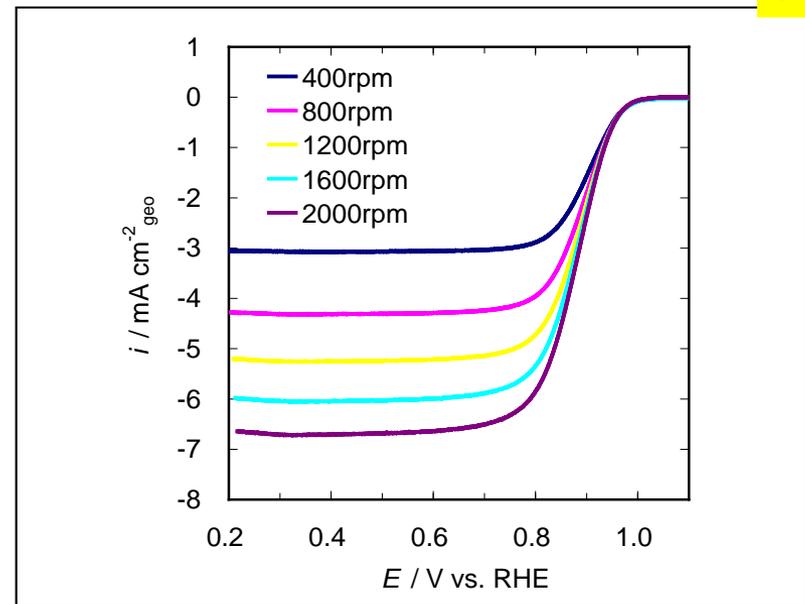


Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, d. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : 64.3 m² g⁻¹-Pt
3. 縦軸: j / mA cm⁻² (geometric) が望ましい
4. 横軸: E / V vs. RHE が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類 (HClO₄)、濃度 (0.1 M)
6. 電解液量と温度: 液量 (約300 mL)、温度 (20 °C)
7. ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
8. 電位走査速度: 50 mV s⁻¹
9. 対極 (○印) : a. Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : a. RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: j / mA cm⁻² (geometric) が望ましい
2. 横軸: E / V vs. RHE が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度 (20 °C)
4. 電極回転速度: 400~2000 rpmの範囲で5種類の速度

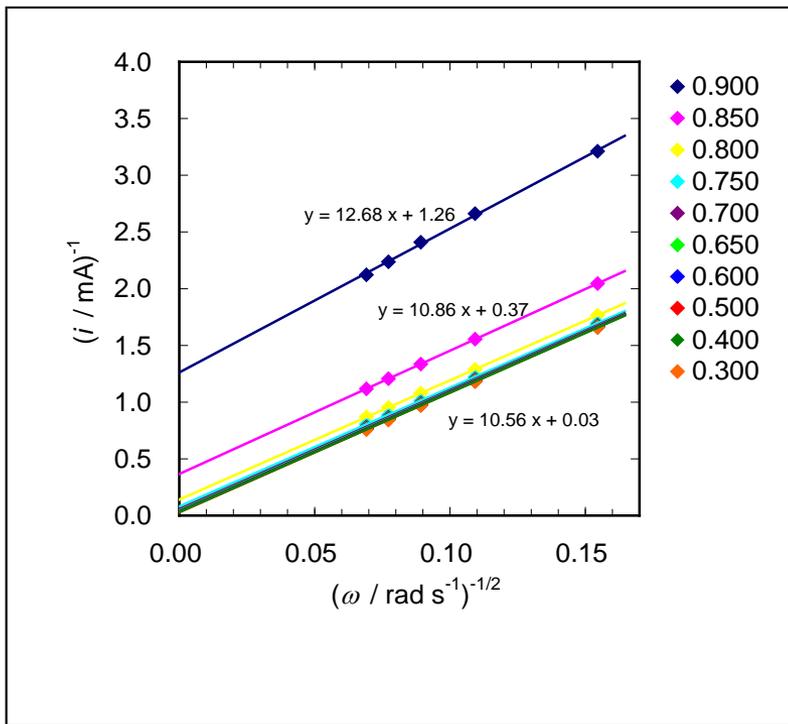
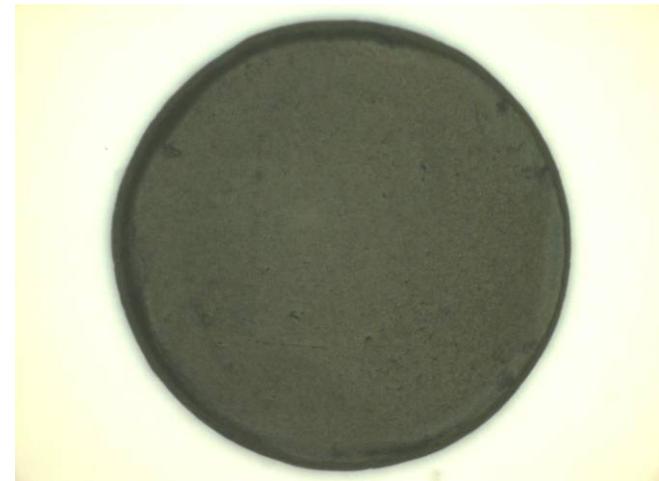


Fig.3 Koutecky-Levich プロット



電極触媒塗布状態

1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける活性化支配電流密度:
 @0.85 V; **1149 A g⁻¹-Pt, 1786 uA cm⁻²-Pt**
 @0.90 V; **324 A g⁻¹-Pt, 504 uA cm⁻²-Pt**
 (再現性をみるため複数の結果を場合には数値を列挙)
2. 縦軸: j^{-1}/A^{-1} が望ましい
3. 横軸: $\omega^{-1/2}/(\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
4. 電流値評価: a. カソード電位走査時,
 (b) アノード電位走査時,
 c. その他()

【参考】

Pt担持量 13.20 $\mu\text{g}_{\text{Pt}} \text{cm}^{-2}$

溶液抵抗補正前の電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける活性化支配電流密度:

@0.85 V; **615 A g⁻¹-Pt, 957 uA cm⁻²-Pt**@0.90 V; **221 A g⁻¹-Pt, 344 uA cm⁻²-Pt**

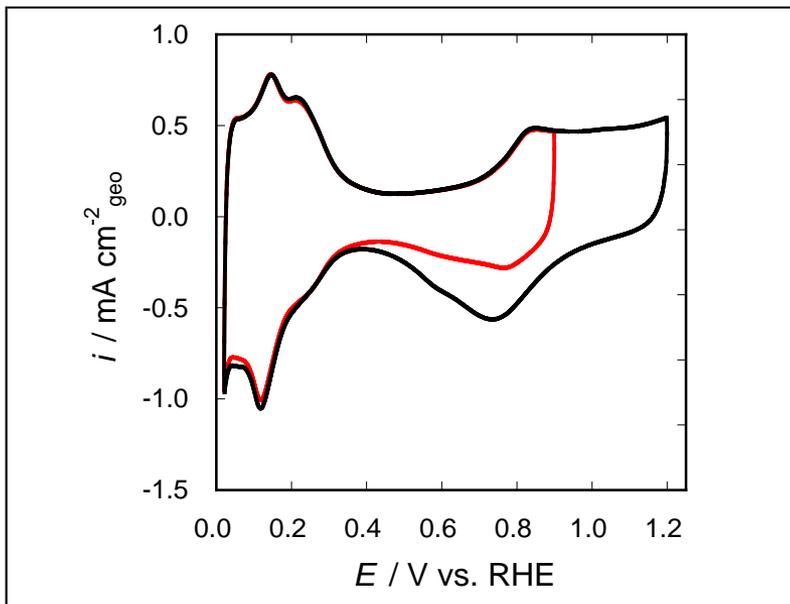


Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

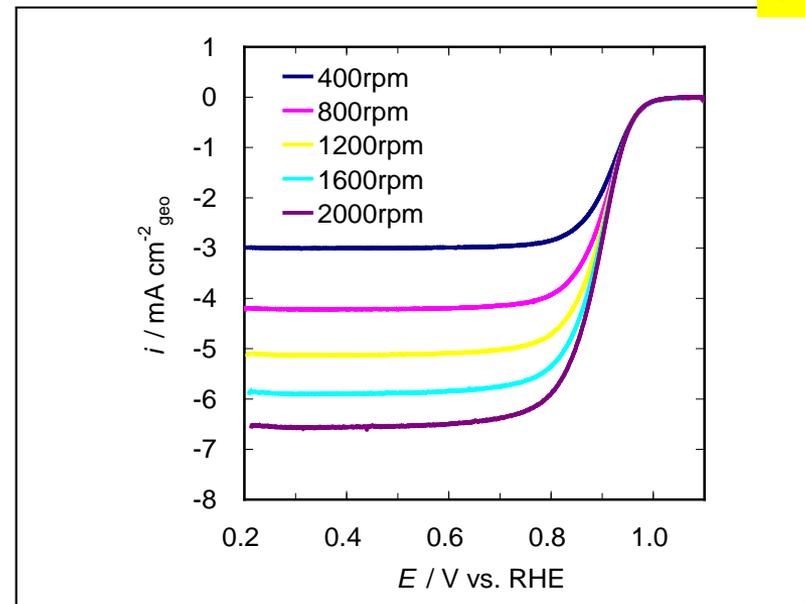


Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, d. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : 87.8 m² g⁻¹-Pt
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類 (HClO₄)、濃度 (0.1 M)
6. 電解液量と温度: 液量 (約300 mL), 温度 (20 °C)
7. ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
8. 電位走査速度: 50 mV s⁻¹
9. 対極 (○印) : a. Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : a. RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度 (20 °C)
4. 電極回転速度: 400~2000 rpmの範囲で5種類の速度

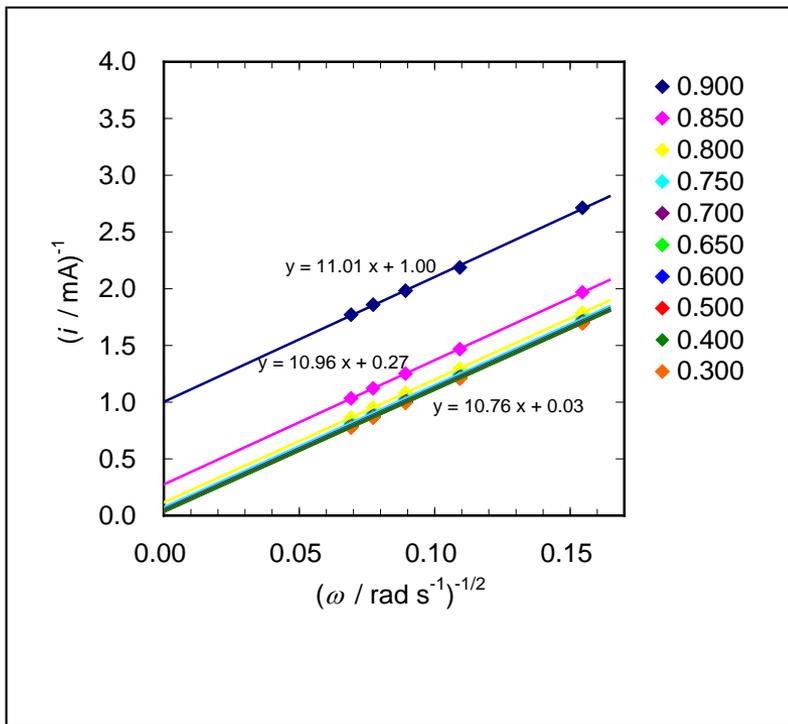
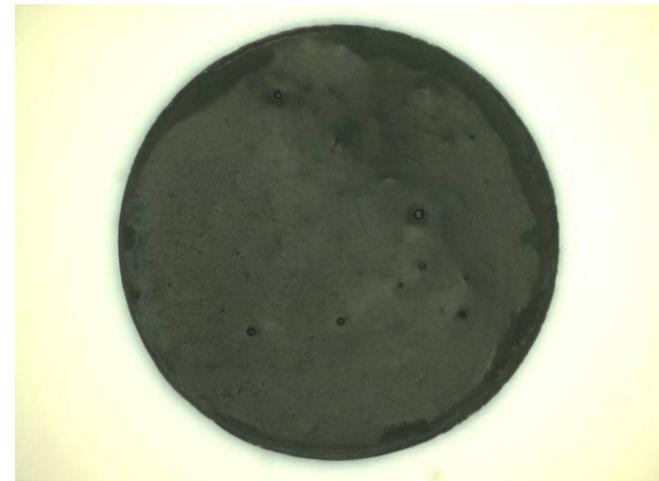


Fig.3 Koutecky-Levich プロット



電極触媒塗布状態

1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける活性化支配電流密度:
 @0.85 V; **1601 A g⁻¹-Pt, 1822 uA cm⁻²-Pt**
 @0.90 V; **397 A g⁻¹-Pt, 452 uA cm⁻²-Pt**
 (再現性をみるため複数の結果を場合には数値を列挙)
2. 縦軸: $j^{1/2} / A^{-1}$ が望ましい
3. 横軸: $\omega^{-1/2} / (\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
4. 電流値評価: a. カソード電位走査時,
 b. アノード電位走査時,
 c. その他()

【参考】

Pt担持量 13.24 μg_{Pt} cm⁻²

溶液抵抗補正前の電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける活性化支配電流密度:

@0.85 V; **832 A g⁻¹-Pt, 947 uA cm⁻²-Pt**@0.90 V; **254 A g⁻¹-Pt, 289 uA cm⁻²-Pt**

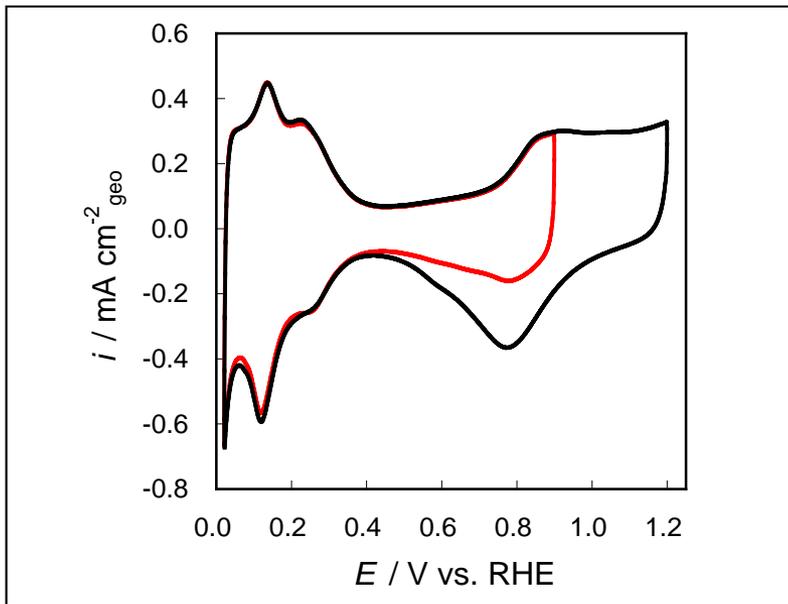


Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

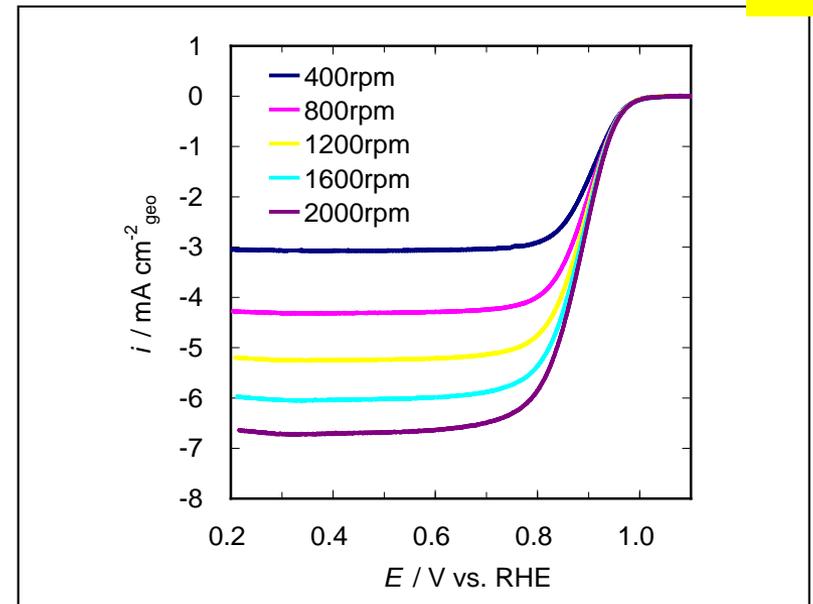


Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, d. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : 54.3 m² g⁻¹-Pt
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類 (HClO₄)、濃度 (0.1 M)
6. 電解液量と温度: 液量 (約300 mL), 温度 (20 °C)
7. ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
8. 電位走査速度: 50 mV s⁻¹
9. 対極 (○印) : a. Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : a. RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度 (20 °C)
4. 電極回転速度: 400~2000 rpmの範囲で5種類の速度

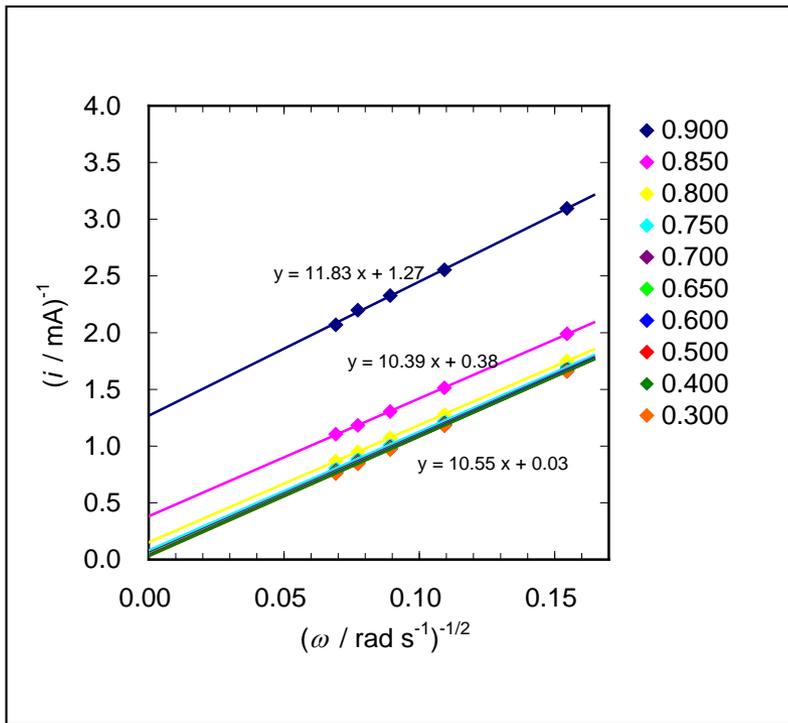
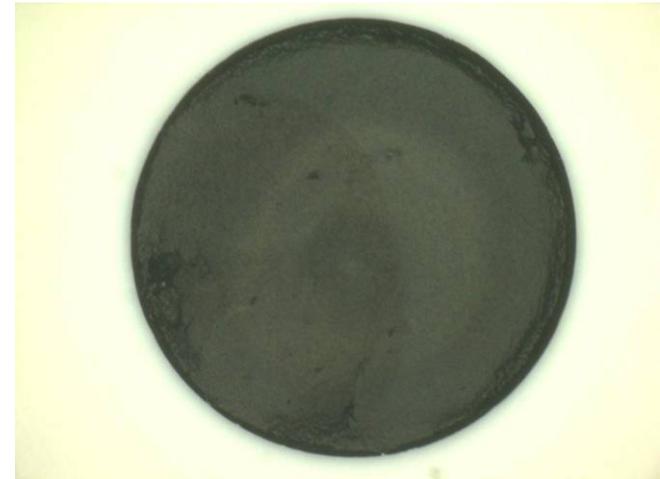


Fig.3 Koutecky-Levich プロット



電極触媒塗布状態

1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける活性化支配電流密度:
 @0.85 V; **1174 A g⁻¹-Pt, 2161 uA cm⁻²-Pt**
 @0.90 V; **333 A g⁻¹-Pt, 612 A cm⁻²-Pt**
 (再現性をみるため複数の結果を場合には数値を列挙)
2. 縦軸: $j^{1/2} / A^{-1}$ が望ましい
3. 横軸: $\omega^{-1/2} / (\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
4. 電流値評価: a. カソード電位走査時,
 b. アノード電位走査時,
 c. その他()

【参考】

Pt担持量 12.38 $\mu\text{g}_{\text{Pt}} \text{cm}^{-2}$

溶液抵抗補正前の電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける活性化支配電流密度:

@0.85 V; **649 A g⁻¹-Pt, 1195 uA cm⁻²-Pt**@0.90 V; **233 A g⁻¹-Pt, 430 uA cm⁻²-Pt**

評価条件

1. 酸の純度等: メーカー(関東化学), 酸の純度(Ultrapur) **FCCJ準拠**
2. 水の純度等: メーカーまたは製造機等(Millipore), 純度(比抵抗18.2 M Ω 、TOC 4 ppb)
3. 洗ビンの容器の材質: (PFA(フッ素樹脂))
4. 電解槽および電気化学測定装置名等: (北斗電工製HZ5000)
5. 電解槽の容積: 約**300** mL
6. 電解槽の洗浄方法: (中性洗剤で自動洗浄後、95°C以上の超純水中で30分間煮沸 **FCCJ準拠**)
7. 回転電極の電極部の大きさ: 直径(**5** mm), チャンネルフロー電極の場合には電極サイズ等:
()
8. 試験電極作製法: (a) GC電極上にイオノマーと触媒の混合物を載せる, b. GC電極上に触媒を載せた上にイオノマーを滴下, c. その他(**FCCJ準拠**)
9. 回転電極の試験電極部: C担持量(約20 $\mu\text{g}_{\text{Carbon}} \text{cm}^{-2}$), イオノマー担持量(約9 $\mu\text{g}_{\text{Nafion}} \text{cm}^{-2}$) **FCCJ準拠**
10. GC電極上への触媒担持方法(一回で担持、数度に分けて担持、その他の工夫などを簡潔に記述願います):
(一回で担持)
11. 試験電極作製時の加熱温度と時間: **60** °C, **15** min **FCCJ準拠**
12. ORR特性評価における電解液中での電極の前処理:
(0-1.2 Vの電位範囲を100 mV s⁻¹で20回電位走査)
13. ORR評価測定前酸素吹込時間: **30** min
14. ORR評価中の酸素吹込状況: a, 電解液中に吹き込み, (b) 液上部流通, c. 停止, d. その他
()
15. 特記事項:

FCCJが提案した評価方法プロトコルに準じた場合には、該当する箇所にその事を記述してください。

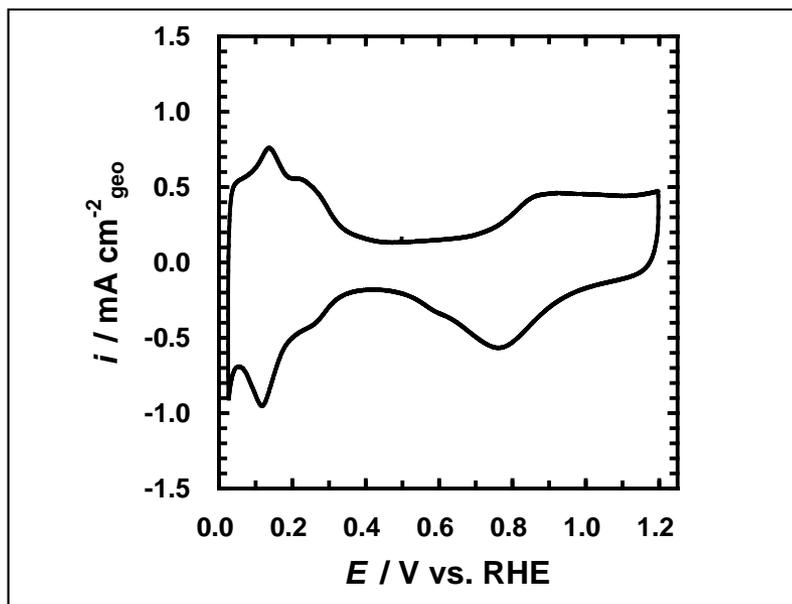


Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

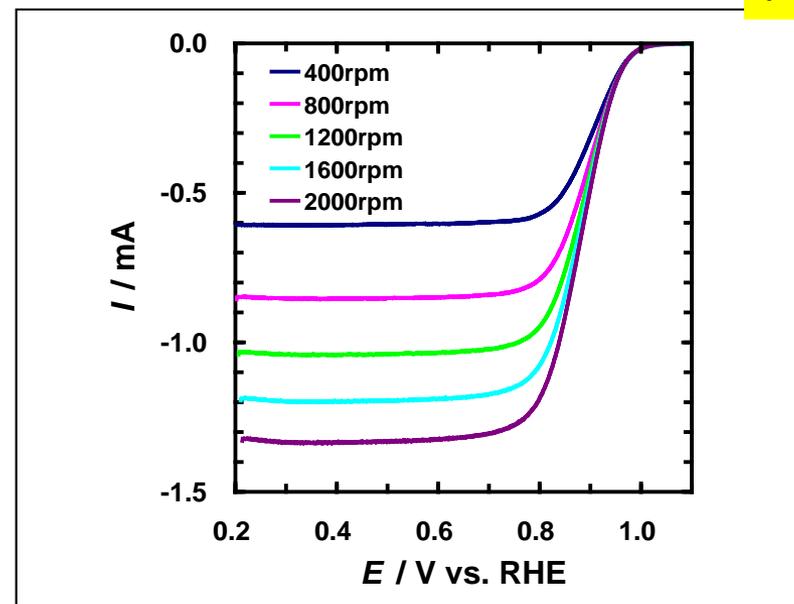


Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

- 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, d. FC-T2, e. FC-J1
- ECSA (電気化学活性比表面積) : 53.7 m² g⁻¹ Pt
- 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
- 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい **FCCJ準拠**
- 電解液の種類と濃度: 種類 (HClO₄)、濃度 (0.1 M)
- 電解液量と温度: 液量 (約300 mL), 温度 (25 °C)
- ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
- 電位走査速度: 50 mV s⁻¹ **FCCJ準拠**
- 対極 (○印) : a. Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
- 参照電極 (○印) : a. RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
- 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

- 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
- 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
- ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度 (25 °C)
- 電極回転速度: 400~2000 rpmの範囲で5種類の速度 **FCCJ準拠**
- 電位走査速度: 10 mV s⁻¹、Anodic

FCCJが提案した評価方法プロトコルに準じた場合には、該当する箇所にその事を記述してください。

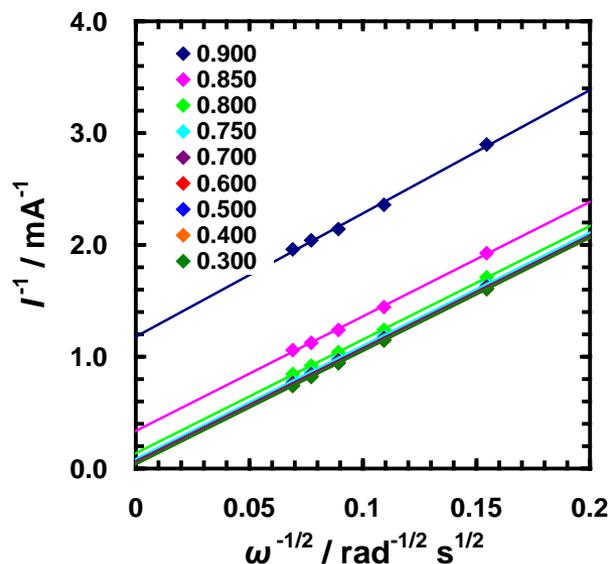


Fig.3 Koutecky-Levich プロット
(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)



電極触媒塗布状態

- 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける活性化支配電流密度:
 @0.85 V; $1376 \text{ A g}^{-1}_{\text{Pt}}$, $2563 \text{ uA cm}^{-2}_{\text{Pt}}$
 @0.90 V; $291 \text{ A g}^{-1}_{\text{Pt}}$, $541 \text{ uA cm}^{-2}_{\text{Pt}}$
 (再現性をみるため複数の結果を場合には数値を列挙)
- 縦軸: j^{-1} / A^{-1} が望ましい
- 横軸: $\omega^{-1/2} / (\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
- 電流値評価: a. カソード電位走査時,
 b. アノード電位走査時, **FCCJ準拠**
 c. その他()

【参考】

Pt担持量 $20.94 \mu\text{g}_{\text{Pt}} \text{ cm}^{-2}$

溶液抵抗補正前の電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける活性化支配電流密度:
 @0.85 V; $626 \text{ A g}^{-1}\text{-Pt}$, $1166 \text{ uA cm}^{-2}\text{-Pt}$
 @0.90 V; $183 \text{ A g}^{-1}\text{-Pt}$, $342 \text{ uA cm}^{-2}\text{-Pt}$

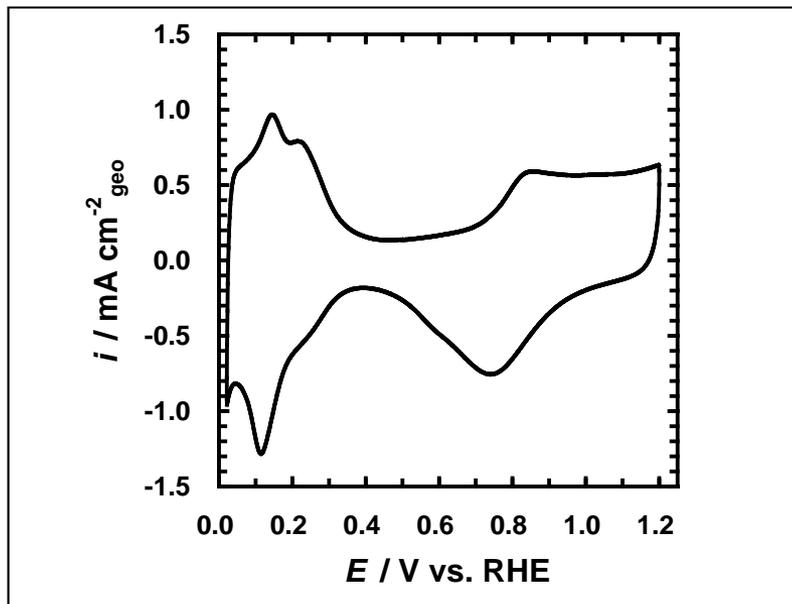


Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

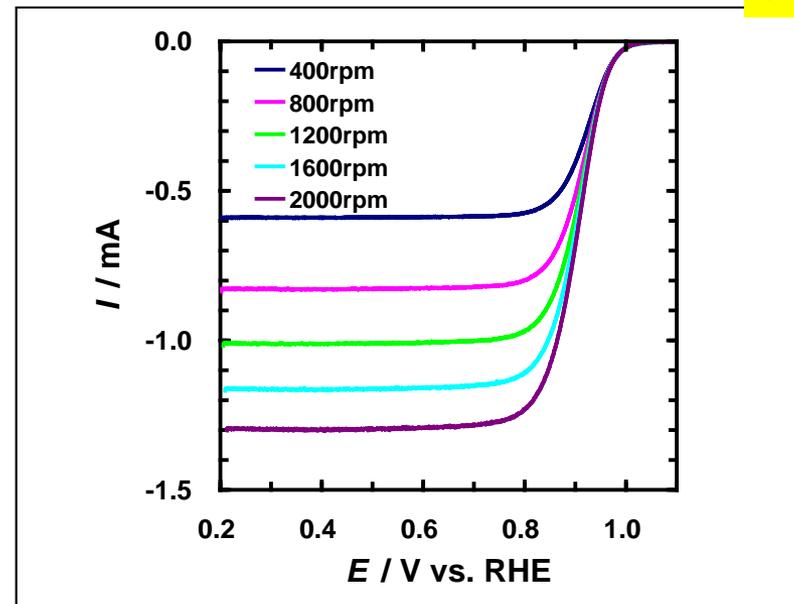


Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

- 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, **d. FC-T2**, e. FC-J1
- ECSA (電気化学活性比表面積) : $85.7 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1} \text{ Pt}$
- 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
- 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい **FCCJ準拠**
- 電解液の種類と濃度: 種類 (HClO_4)、濃度 (0.1 M)
- 電解液量と温度: 液量 (約300 mL), 温度 (**25°C**)
- ECSA の評価法 (○印) (a) 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
- 電位走査速度: **50 mV s⁻¹** **FCCJ準拠**
- 対極 (○印) : a. Pt板, **b. Pt線**, c. Pt黒, d. 炭素繊維
- 参照電極 (○印) (a) RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
- 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

- 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
- 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
- ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, **b. 60 °C以外で評価した場合の温度 (25 °C)**
- 電極回転速度: 400~2000 rpmの範囲で5種類の速度 **FCCJ準拠**
- 電位走査速度: **10 mV s⁻¹**、Anodic

FCCJが提案した評価方法プロトコルに準じた場合には、該当する箇所にその事を記述してください。

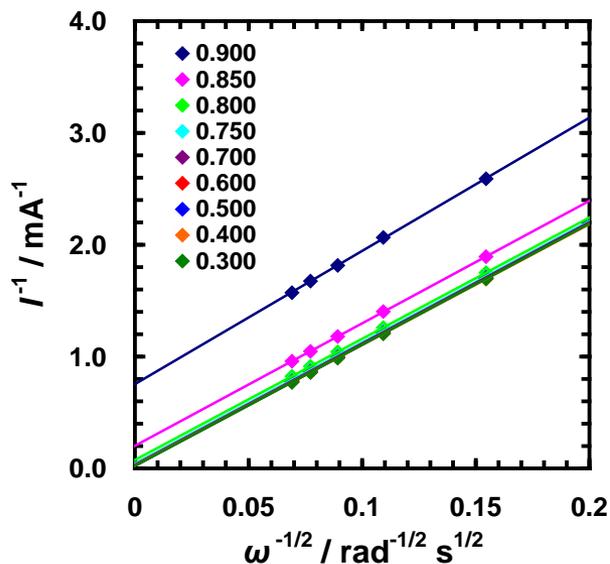
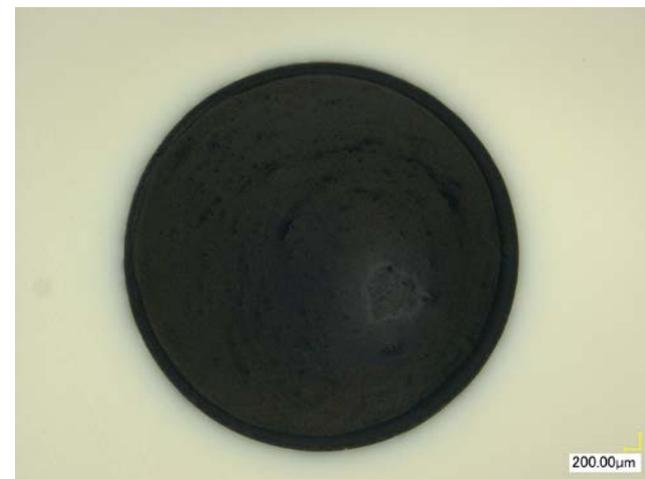


Fig.3 Koutecky-Levich プロット
(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)



電極触媒塗布状態

- 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける活性化支配電流密度:
 @0.85 V; $1771 \text{ A g}^{-1}_{\text{Pt}}$, $2065 \text{ uA cm}^{-2}_{\text{Pt}}$
 @0.90 V; $468 \text{ A g}^{-1}_{\text{Pt}}$, $545 \text{ uA cm}^{-2}_{\text{Pt}}$
 (再現性をみるため複数の結果を場合には数値を列挙)
- 縦軸: j^1 / A^{-1} が望ましい
- 横軸: $\omega^{-1/2} / (\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
- 電流値評価: a. カソード電位走査時,
 b. アノード電位走査時, **FCCJ準拠**
 c. その他()

【参考】

Pt担持量 $20.34 \mu\text{g}_{\text{Pt}} \text{ cm}^{-2}$

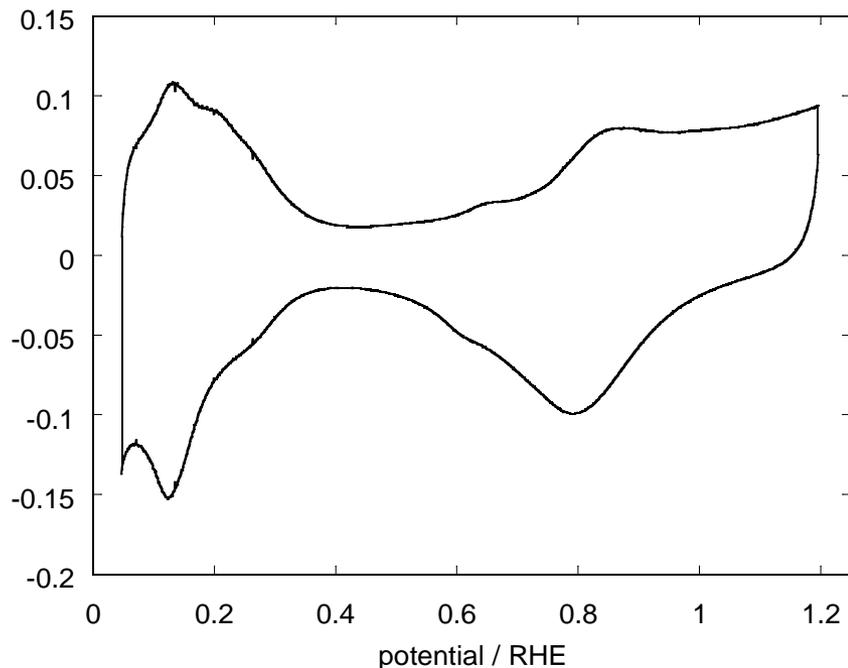
溶液抵抗補正前の電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける活性化支配電流密度:

@0.85 V; $837 \text{ A g}^{-1}\text{-Pt}$, $976 \text{ uA cm}^{-2}\text{-Pt}$

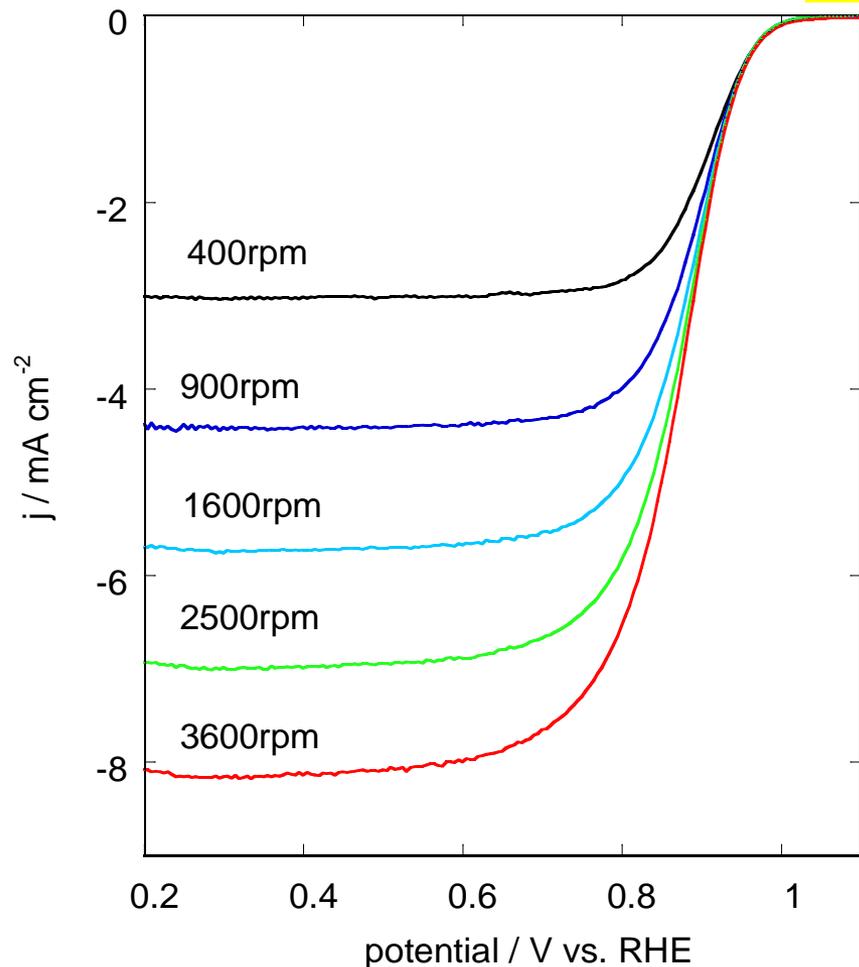
@0.90 V; $256 \text{ A g}^{-1}\text{-Pt}$, $299 \text{ uA cm}^{-2}\text{-Pt}$

評価条件

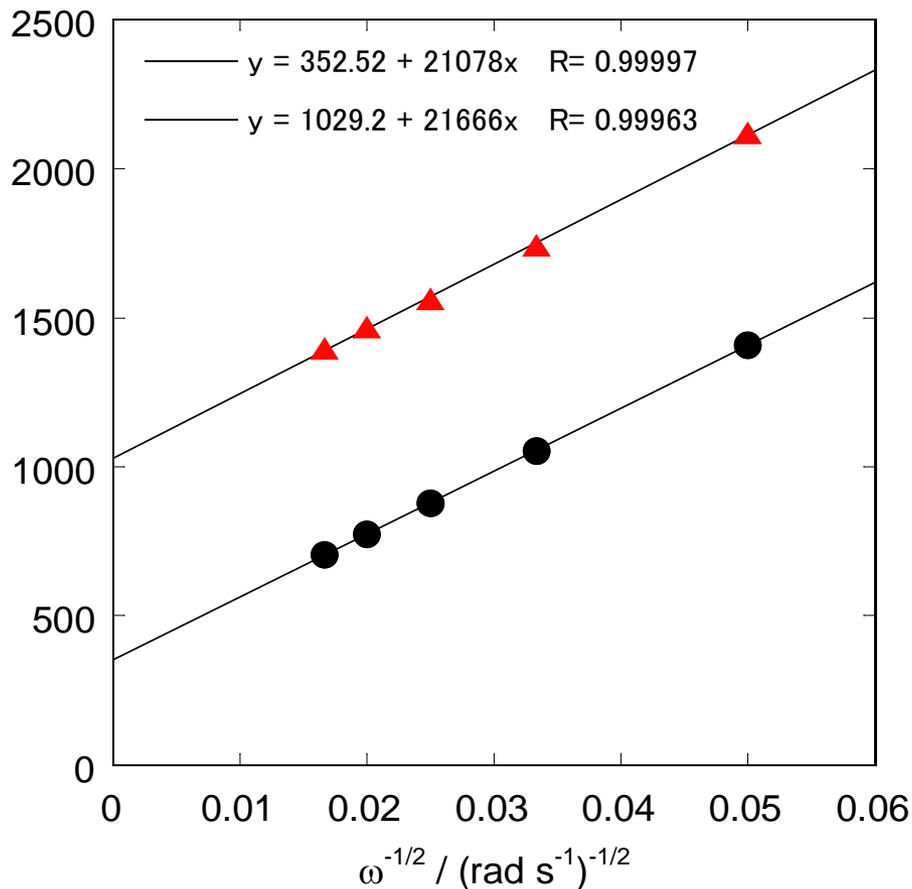
1. 酸の純度等：メーカー（関東化学 精密分析用 過塩素酸），酸の純度（ ）
2. 水の純度等：メーカーまたは製造機等（日本ミリポア Direct Q UV ），純度（非抵抗値 = $18\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ 以上, TOC < 0.02）
3. 洗ビンの容器の材質：（使用していない）
4. 電解槽および電気化学測定装置名等：（日厚計測社製 ）
5. 電解槽の容積：約 200mL
6. 電解槽の洗浄方法：（ 3Mの硝酸に一晩浸し，その後超純水で電解槽を満たし超音波を20分間照射）
7. 回転電極の電極部の大きさ：直径（ 6 mm），チャンネルフロ-電極の場合には電極サイズ等：（ ）
8. 試験電極作製法：b. GC電極上に触媒を載せた上にイオノマーを滴下）
9. 回転電極の試験電極部：Pt/C担持量（ $45.3\ \mu\text{g cm}^{-2}$ ），イオノマー担持量（ $3.71\ \mu\text{L cm}^{-2}$ ）
10. GC電極上への触媒担持方法（一回で担持、数度に分けて担持、その他の工夫などを簡潔に記述願います）：
（触媒を6.4mgに対し水を20 μl 滴下し，触媒を十分に濡らす。その後，5mlの2-プロパノールを添加し，超音波を20分間照射した。10 μL をディスク上に滴下し，自然乾燥させた。）
11. 試験電極作製時の加熱温度と時間：30 °C(室温)，30 min
12. ORR特性評価における電解液中での電極の前処理：
（窒素雰囲気下で0.05~1.20V間でポテンシャルを50サイクル変動後（ 50mVsec^{-1} ），LSV測定直前に酸素雰囲気下0.05 Vと1.20 Vの各電位で10秒保持をそれぞれ2回繰り返した）
13. ORR評価測定前酸素吹込時間：20 min
14. ORR評価中の酸素吹込状況：b. 液上部流通，
15. 特記事項：



1. 触媒: a. FC-I1
2. ECSA (電気化学活性比表面積): $44.8 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}(\text{Pt})$
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}(\text{geometric})$ が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類(HClO_4)、濃度(0.1 M)
6. 電解液量と温度: 液量(150 mL), 温度(26 °C)
7. ECSA の評価法: b. 水素脱離波
8. 電位走査速度: 10 mV s^{-1}
9. 対極: a. Pt板
10. 参照電極: b. Ag/AgCl
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める



1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}(\text{geometric})$ が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度(○印): (26 °C)
4. 電極回転速度: 400, 900, 1600, 2500, 3600rpm



結果、実験方法、評価方法などについて何か付記すべき事項がございましたら、ここに、図、表、写真、文章等で記載してください。次ページにわたってもかまいません。

1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける活性化支配電流密度：
 @0.85 V; $554 \text{ A g}^{-1}\text{-Pt}$, $1.24 \times 10^{-3} \text{ A cm}^{-2}\text{-Pt}$
 @0.90 V; $190 \text{ A g}^{-1}\text{-Pt}$, $4.24 \times 10^{-4} \text{ A cm}^{-2}\text{-Pt}$
2. 縦軸: j^{-1} / A^{-1} が望ましい
3. 横軸: $\omega^{-1/2} / (\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
4. 電流値評価: b. アノード電位走査時,

評価条件

1. 酸の純度等: メーカー(関東化学), 酸の純度(精密分析用 60%)
2. 水の純度等: メーカーまたは製造機等(Millipore Direct-Q UV), 純度(18.2MΩ)
3. 洗ビンの容器の材質: ()
4. 電解槽および電気化学測定装置名等: (RRDE: 日厚計測 電気化学測定装置: 北斗電工)
5. 電解槽の容積: 150 mL
6. 電解槽の洗浄方法: (60wt% の硝酸に一晩浸漬, 超純水で20分超音波, 超純水で30分煮沸洗浄)
7. 回転電極の電極部の大きさ: 直径(6 mm)
8. 試験電極作製法: a. GC電極上にイオノマーと触媒の混合物を載せる
9. 回転電極の試験電極部: Pt/C担持量($26.5 \mu\text{g cm}^{-2}$), イオノマー担持量($0.008 \mu\text{L cm}^{-2}$)
10. GC電極上への触媒担持方法(一回で担持、数度に分けて担持、その他の工夫などを簡潔に記述願います):
(触媒を3.8mg に対し水を20 μl 滴下し, 触媒を十分に濡らす. その後, 4.98mlの2-プロパノール, 5wt%のNafionを0.020ml を添加し, 氷水中で超音波を30分間照射. 10 μL をディスク上に滴下し, 自然乾燥.)
11. 試験電極作製時の加熱温度と時間: 30 °C(室温), 30 min
12. ORR特性評価における電解液中での電極の前処理:
(0.05 Vと1.20 Vの各電位で, 10秒保持をそれぞれ2回繰り返した後, ORRを測定)
13. ORR評価測定前酸素吹込時間: 20 min
14. ORR評価中の酸素吹込状況: d. その他(20分間電解液中でバブリング後, 液上を流通させ測定)
15. 特記事項:

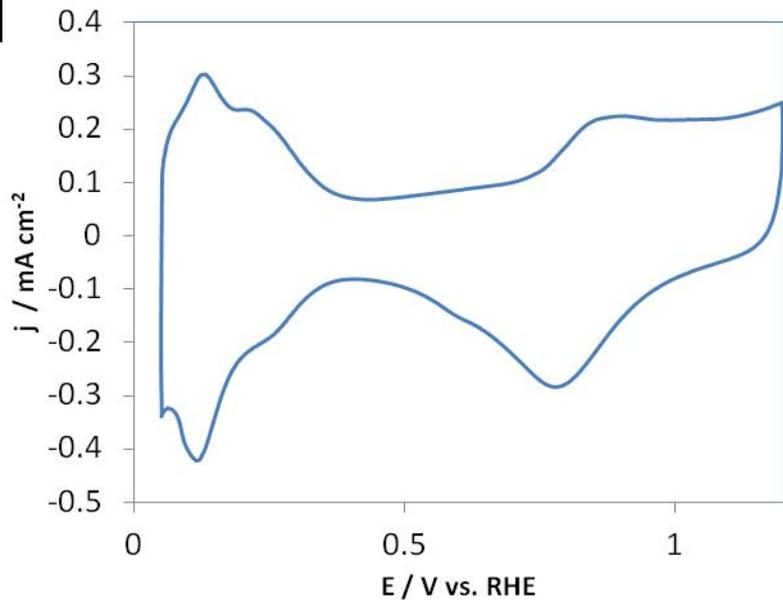


Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

- 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, d. FC-T2, **e. FC-J1**
- ECSA (電気化学活性比表面積) : $40.8 \text{ m}^2 \text{ g-Pt}^{-1}$
- 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
- 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
- 電解液の種類と濃度: 種類 (HClO_4)、濃度 (0.1 M)
- 電解液量と温度: 液量 (150 mL), 温度 (25 °C)
- ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, **b. 水素脱離波**, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
- 電位走査速度: 50 mV s^{-1}
- 対極 (○印) : a. Pt板, **b. Pt線**, c. Pt黒, d. 炭素繊維
- 参照電極 (○印) : **a. RHE**, b. Ag/AgCl, c. SCE
- 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

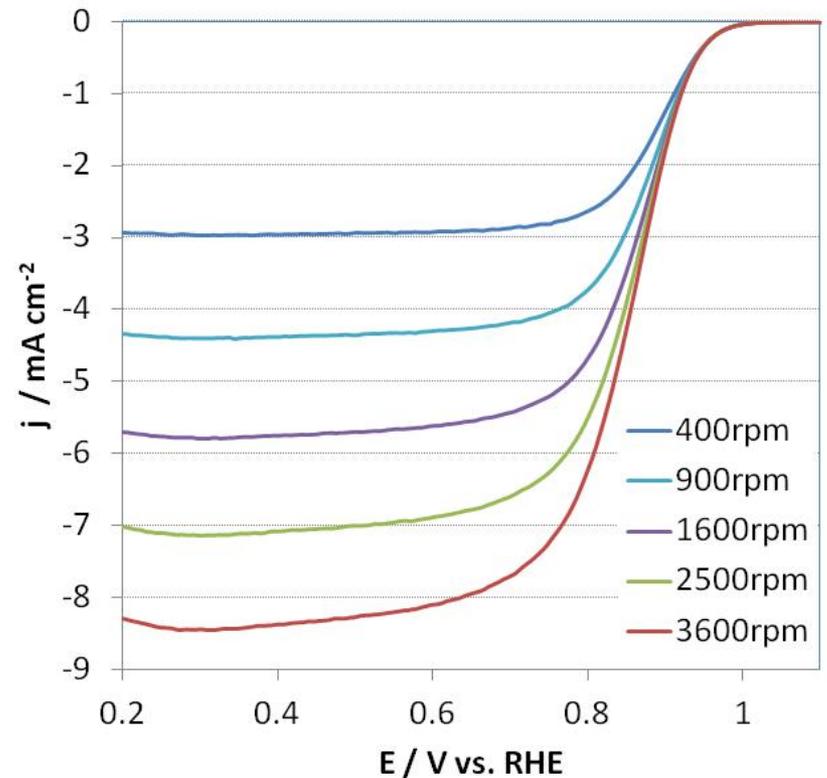


Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

- 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
- 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
- ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, **b. 60 °C以外で評価した場合の温度 (25 °C)**
- 電極回転速度: 任意 (例えば500~3000 rpmの範囲で6種類の速度)
- 電位走査速度: 10 mV s^{-1}

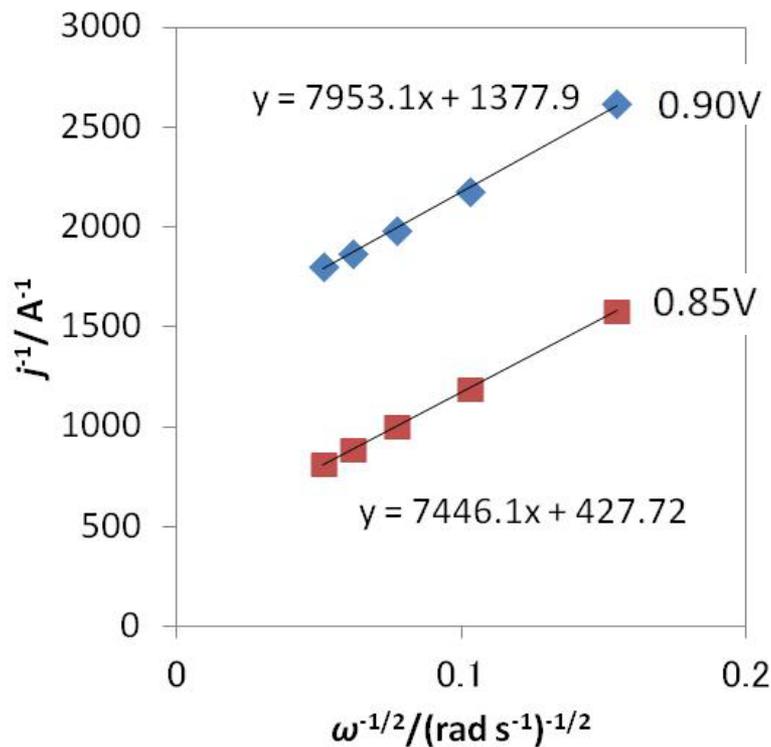


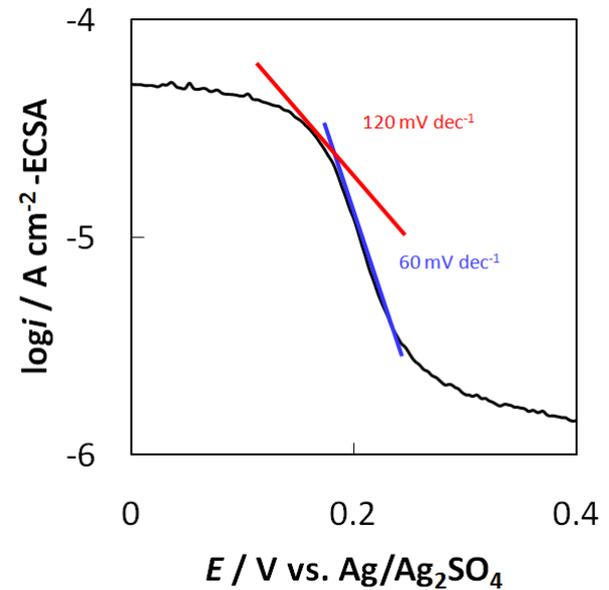
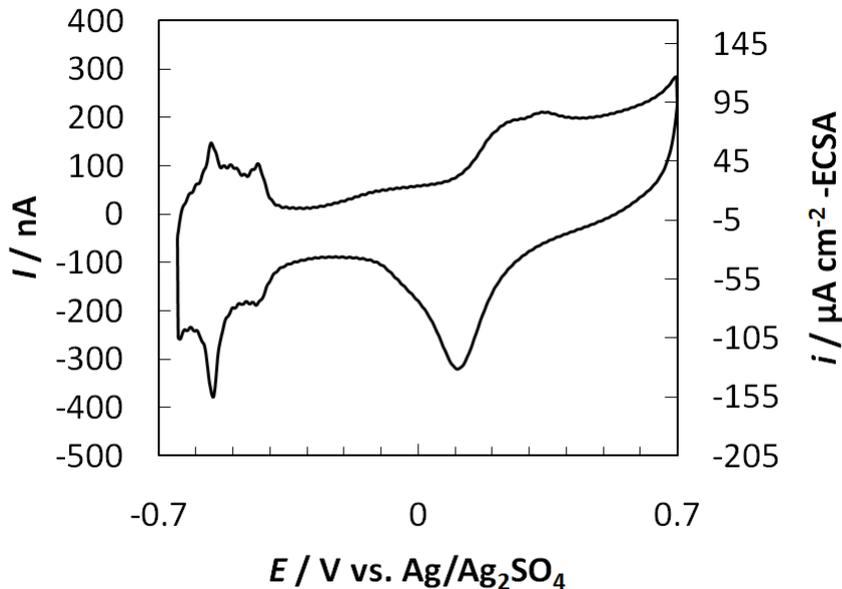
Fig.3 Koutecky-Levich プロット
(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)

1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度:
@0.85 V; $779.3 \text{ A g}^{-1}\text{-Pt}$, $1910 \mu\text{A cm}^{-2}\text{-Pt}$
@0.90 V; $241.9 \text{ A g}^{-1}\text{-Pt}$, $593 \mu\text{A cm}^{-2}\text{-Pt}$
(再現性をみるため複数の結果を場合には
数値を列挙)
2. 縦軸: j^{-1}/A^{-1} が望ましい
3. 横軸: $\omega^{-1/2}/(\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
4. 電流値評価: b. **アノード電位走査時**

結果、実験方法、評価方法などについて何か付記すべき事項がございましたら、ここに、図、表、写真、文章等で記載してください。次ページにわたってもかまいません。

評価条件

1. 酸の純度等：メーカー（和光純薬工業株式会社），酸の純度（試薬特級）
2. 水の純度等：メーカーまたは製造機等（MILLIPORE CORPORATION, DIRECT-Q® 3 UV），純度（比抵抗:18.2 MΩ.cm @25°C, 導電率:0.056 μS/cm @25°C, 全有機体炭素:< 10 μg/L(ppb), 生菌数:< 1CFU/ml)
3. 洗ビンの容器の材質：（PE(ポリエチレン)）
4. 電解槽および電気化学測定装置名等：3電極式ガラスセル、ALS Electrochemical Analyzer Model 802B
5. 電解槽の容積：約150 mL
6. 電解槽の洗浄方法：硝酸、MilliQ水で洗浄後、電解液で共洗い
7. 多孔質マイクロ電極空孔部：直径50 μm, 深さ11 μm
8. 試験電極作製法：多孔質マイクロ電極の空孔部に粉体触媒を充填
9. 多孔質マイクロ電極に充填する前の粉体触媒の加熱温度と時間：ロータリーポンプ減圧下で80°C、60 min
10. ORR特性評価における電解液中での電極の前処理：Arガスバブリング1時間後、不活性雰囲気のままポテンシャルウィンドウの範囲で1時間、ポテンシャルスイープでクリーニング
11. ORR評価測定前酸素吹込時間：30 min
12. ORR評価中の酸素吹込状況：液上部流通



触媒 : FC-T1

ECSA (電気化学活性比表面積) : 0.002437 cm^2

電解液の種類と濃度 : 種類 (H_2SO_4)、濃度 (0.5 M)

電解液量と温度 : 液量 (約 70 mL)、温度 (60 °C)

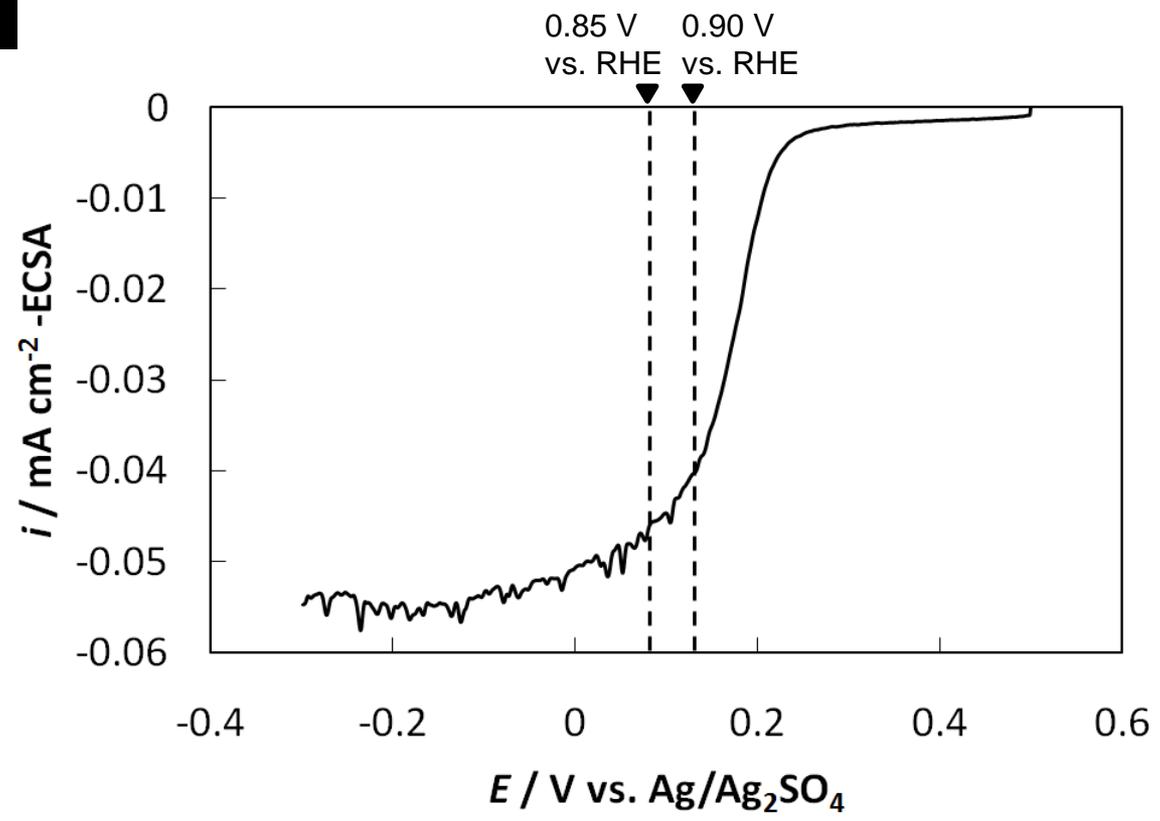
ECSA の評価法 : 水素吸着波と水素脱離波の平均値

電位走査速度 : 50 mV s^{-1}

対極 : Pt線

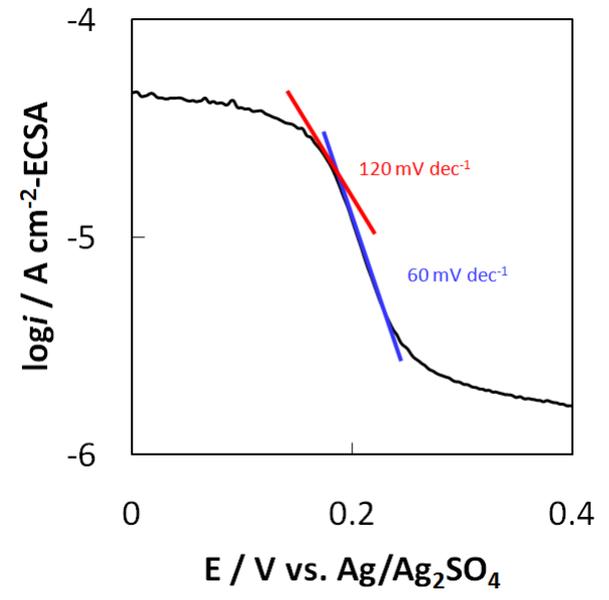
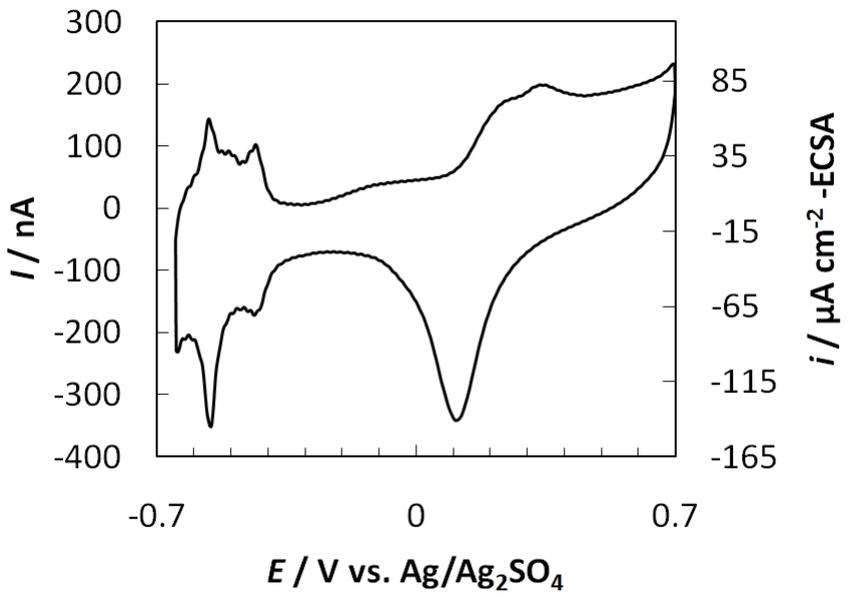
参照電極 : $\text{Ag/Ag}_2\text{SO}_4$

ORR評価の電解液温度 : 60 °C,
電位掃引速度 : 1 mV s^{-1}



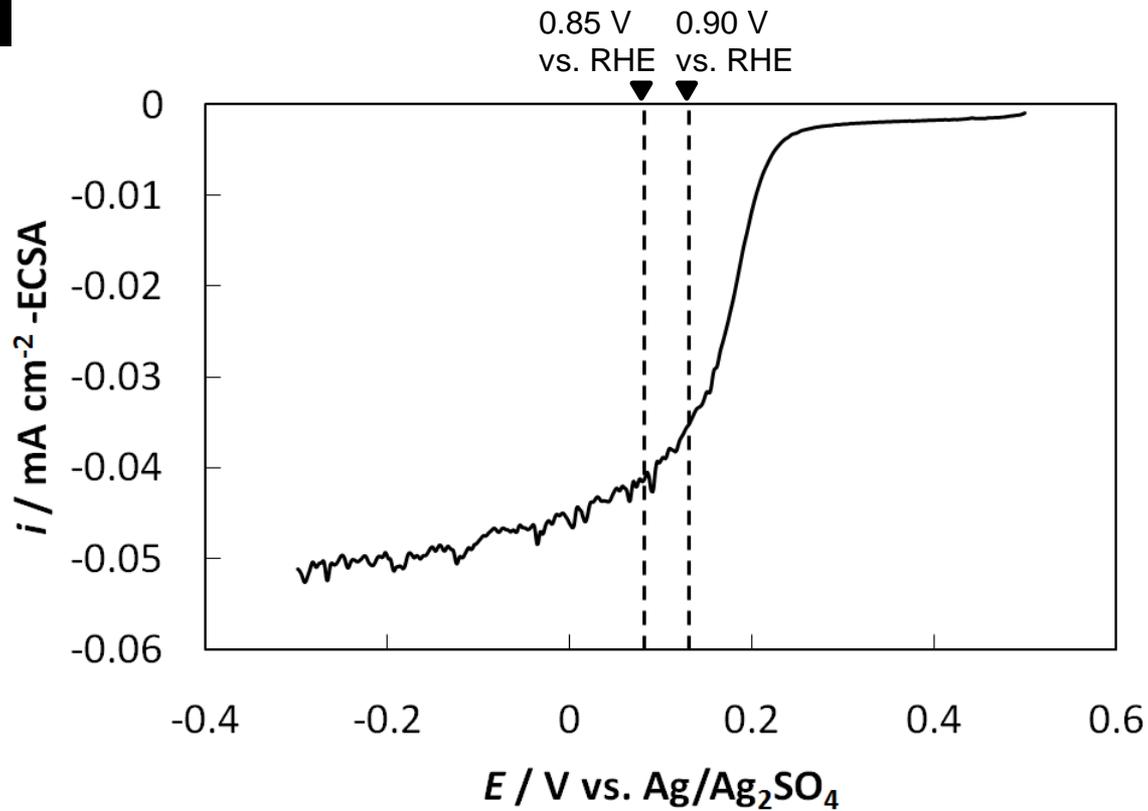
触媒 : FC-T1
電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度:
@0.85 V ; $-0.04702 \text{ mA cm}^{-2}\text{-Pt(FC-T1)}$
@0.90 V ; $-0.04037 \text{ mA cm}^{-2}\text{-Pt(FC-T1)}$

電流値評価: カソーディック電位走査時



触媒 : FC-J1
 ECSA (電気化学活性比表面積) : 0.002417 cm²
 電解液の種類と濃度 : 種類 (H₂SO₄)、濃度 (0.5 M)
 電解液量と温度 : 液量 (約70 mL)、温度 (60 °C)
 ECSA の評価法 : 水素吸着波と水素脱離波の平均値
 電位走査速度 : 50 mV s⁻¹
 対極 : Pt線
 参照電極 : Ag/Ag₂SO₄

ORR評価の電解液温度 : 60 °C,
 電位掃引速度 : 1 mV s⁻¹



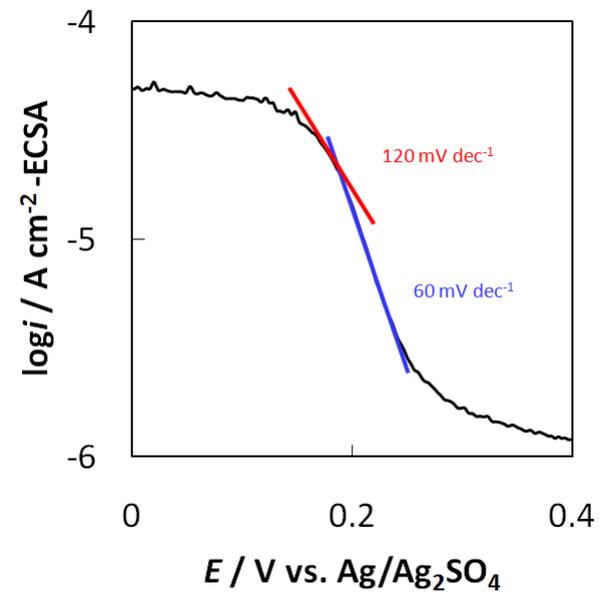
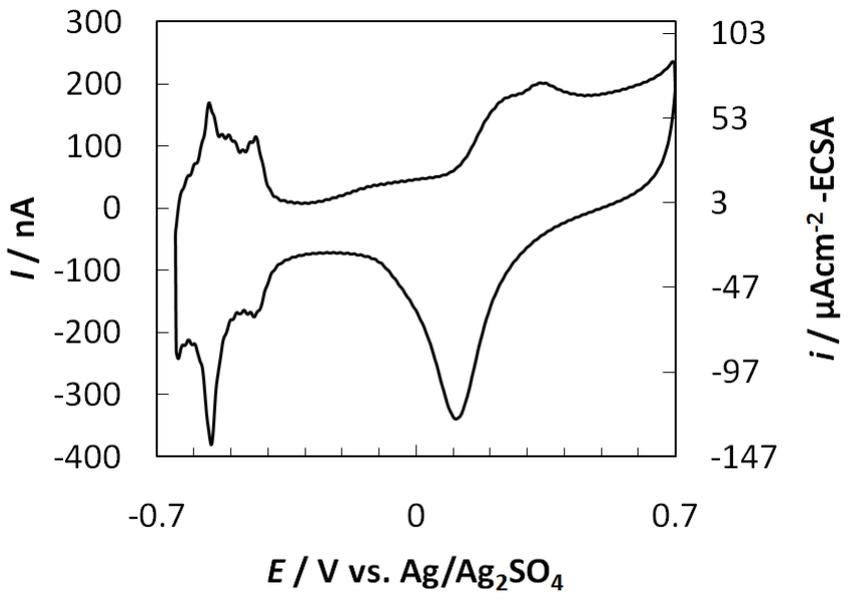
触媒 : FC-J1

電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度:

@0.85 V ; $-0.04145 \text{ mA cm}^{-2} - \text{Pt}(\text{ECSA})$

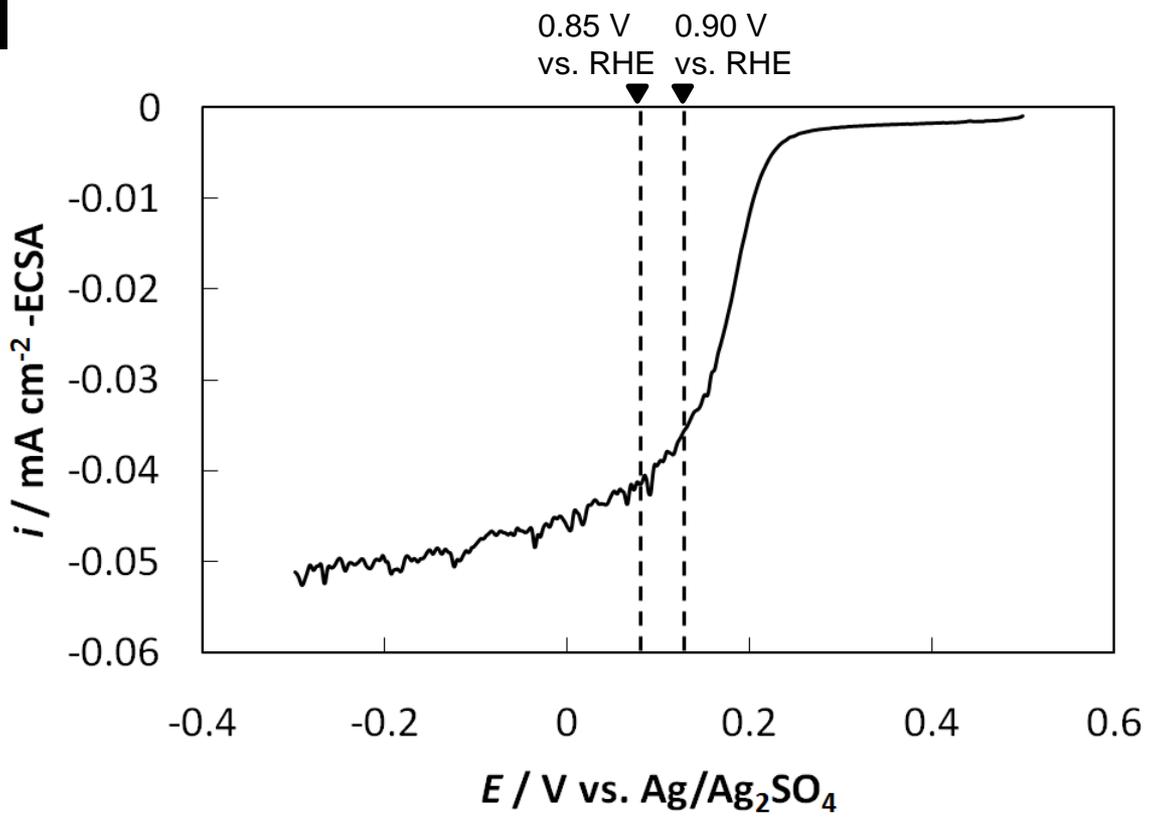
@0.90 V ; $-0.03543 \text{ mA cm}^{-2} - \text{Pt}(\text{ECSA})$

電流値評価: カソーディック電位走査時



触媒 : FC-I1
 ECSA (電気化学活性比表面積) : 0.002726 cm²
 電解液の種類と濃度: 種類(H₂SO₄)、濃度(0.5 M)
 電解液量と温度: 液量(約70 mL)、温度(60 °C)
 ECSA の評価法 : 水素吸着波と水素脱離波の平均値
 電位走査速度: 50 mV s⁻¹
 対極 : Pt線
 参照電極 : Ag/Ag₂SO₄

ORR評価の電解液温度 : 60 °C,
 電位掃引速度: 1 mV s⁻¹



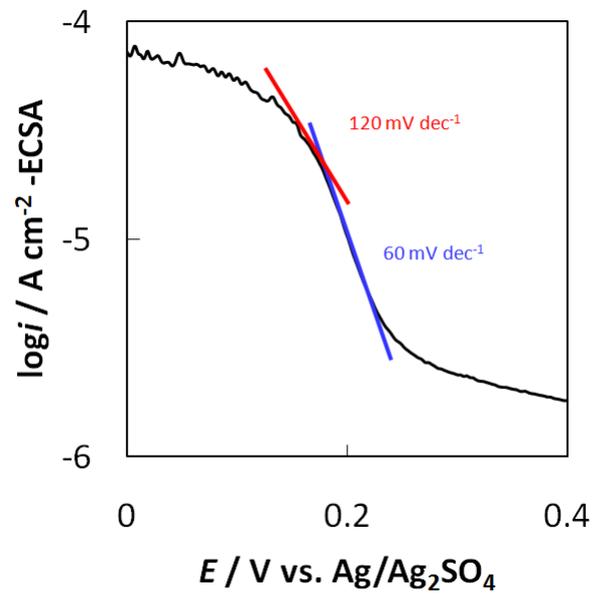
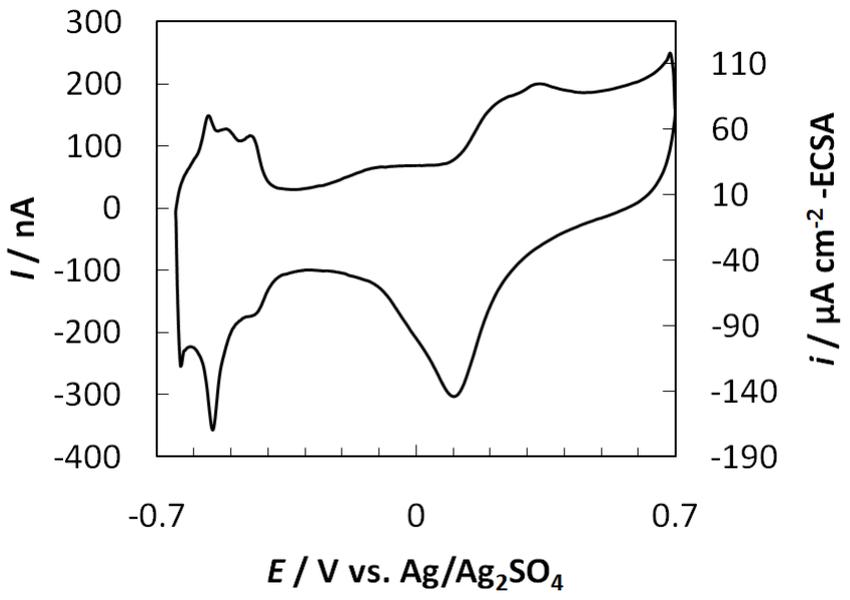
触媒 : FC-I1

電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度:

@0.85 V ; $-0.04612 \text{ mA cm}^{-2} - \text{Pt}(\text{ECSA})$

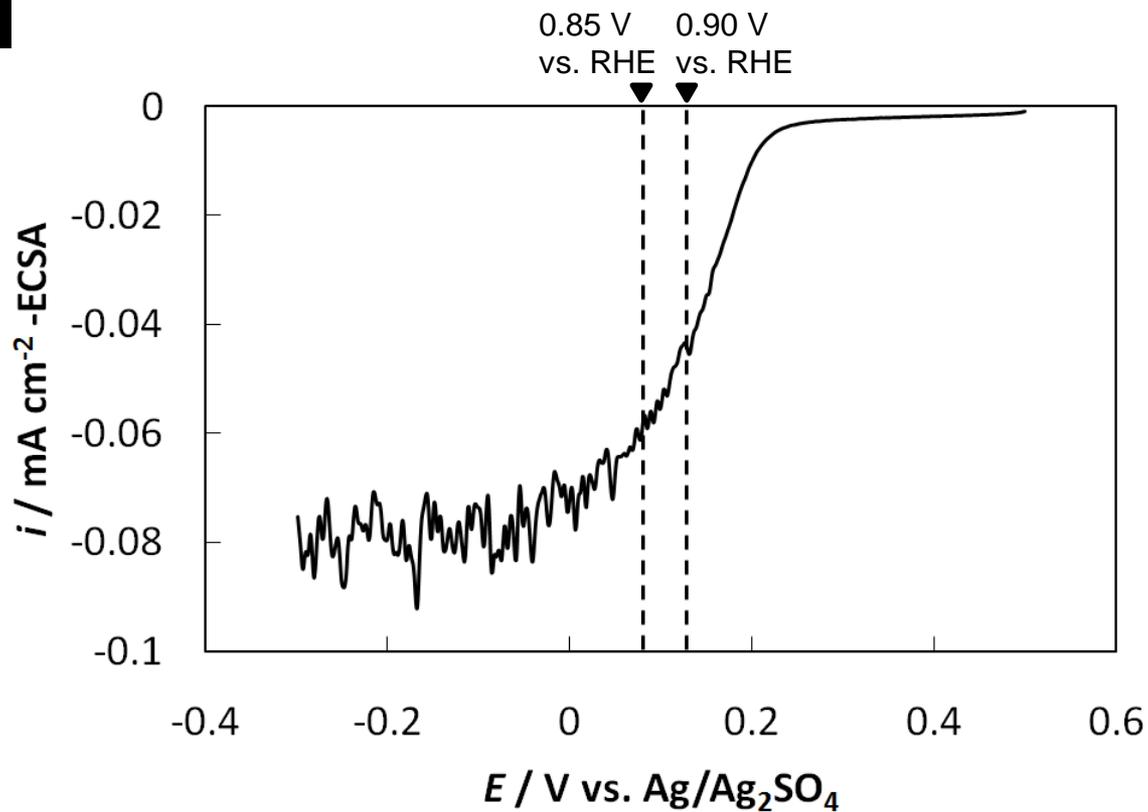
@0.90 V ; $-0.04098 \text{ mA cm}^{-2} - \text{Pt}(\text{ECSA})$

電流値評価: カソーディック電位走査時



触媒 : FC-I2
 ECSA (電気化学活性比表面積) : 0.002109 cm²
 電解液の種類と濃度 : 種類 (H₂SO₄)、濃度 (0.5 M)
 電解液量と温度 : 液量 (約70 mL)、温度 (60 °C)
 ECSA の評価法 : 水素吸着波と水素脱離波の平均値
 電位走査速度 : 50 mV s⁻¹
 対極 : Pt線
 参照電極 : Ag/Ag₂SO₄

ORR評価の電解液温度 : 60 °C,
 電位掃引速度 : 1 mV s⁻¹



触媒 : FC-I2

電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度:

@0.85 V ; $-0.06003 \text{ mA cm}^{-2} -\text{Pt(FC-I2)}$

@0.90 V ; $-0.04438 \text{ mA cm}^{-2} -\text{Pt(FC-I2)}$

電流値評価: カソーディック電位走査時

評価条件

1. 酸の純度等：メーカー(**和光純薬工業株式会社**), 酸の純度(**60%の過塩素酸を0.1mol/lに希釈**)
2. 水の純度等：メーカーまたは製造機等(**日本ミリポア製 Direct-Q UV**), 純度(**18MΩ・cm**)
3. 洗ビンの容器の材質：(**ポリエチレン**)
4. 電解槽および電気化学測定装置名等：(**ポテンシオスタット: BAS製 CHI700D 電解槽: 日厚計測**)
5. 電解槽の容積： **220 mL**
6. 電解槽の洗浄方法：(**洗瓶の硫酸で2~3回共洗いをする。**)
7. 回転電極の電極部の大きさ：直径(**6 mm**), チャンネルフロー電極の場合には電極サイズ等：
()
8. 試験電極作製法： **a. GC電極上にイオノマーと触媒の混合物を載せる。**
9. 回転電極の試験電極部：Pt/C担持量(**75.8 μg cm⁻²**), イオノマー担持量(**34.9 μg cm⁻²**)
10. GC電極上への触媒担持方法(一回で担持、数度に分けて担持、その他の工夫などを簡潔に記述願います)：
(**電極表面をエタノールで拭き、1回で担持している。**)
11. 試験電極作製時の加熱温度と時間： **25 °C, 10 min**
12. ORR特性評価における電解液中での電極の前処理：
(**0V~1.25V 500mV/sec 20サイクル程度**)
13. ORR評価測定前酸素吹込時間： **30 min**
14. ORR評価中の酸素吹込状況： **b. 液上部流通**
15. 特記事項：

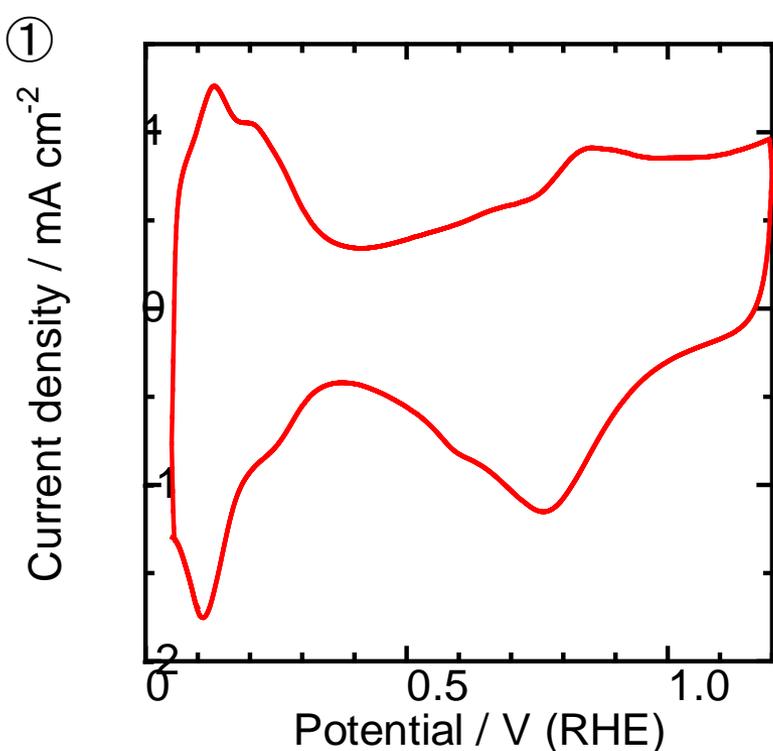


Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

1. 触媒 : a. FC-I1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : $61 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1} \text{ -Pt}$
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類 (HClO_4)、濃度 (0.1M)
6. 電解液量と温度: 液量 (125 mL), 温度 (25 °C)
7. ECSA の評価法 : b. 水素脱離波
8. 電位走査速度: 50 mV s^{-1}
9. 対極 : d. 炭素繊維
10. 参照電極 : a. RHE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

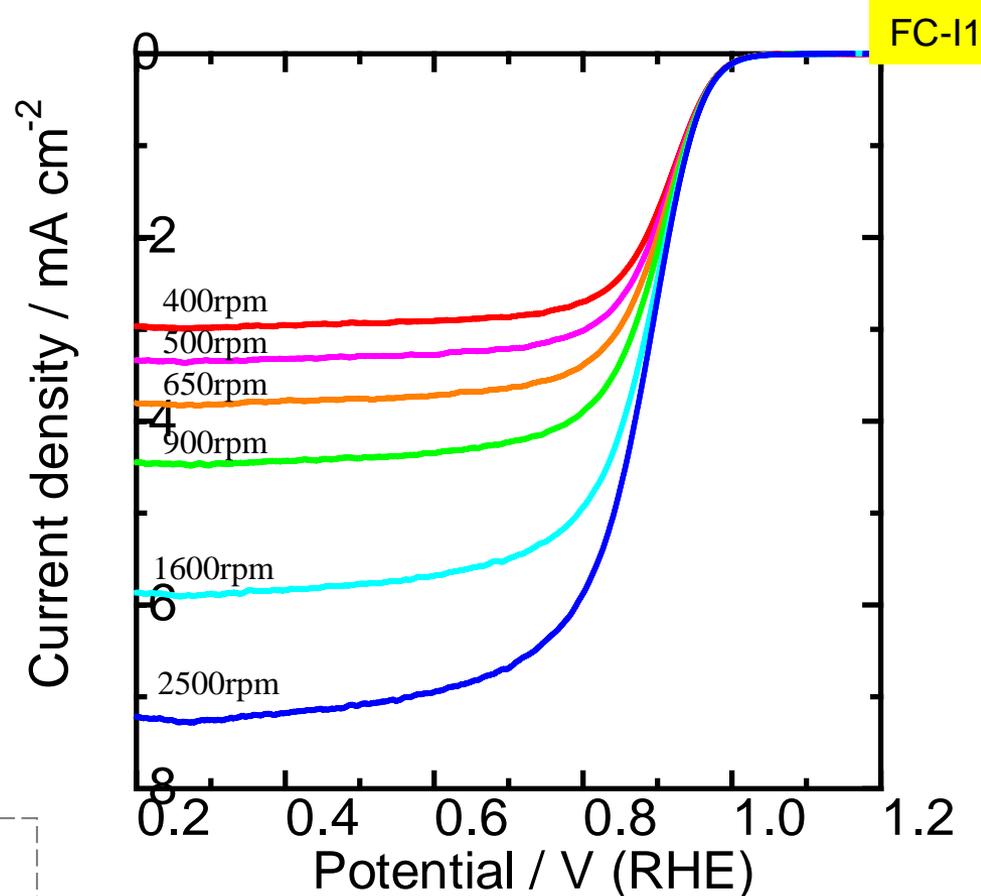


Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 : b. 25 °C
4. 電極回転速度: 400, 500, 650, 900, 1500, 2500rpm

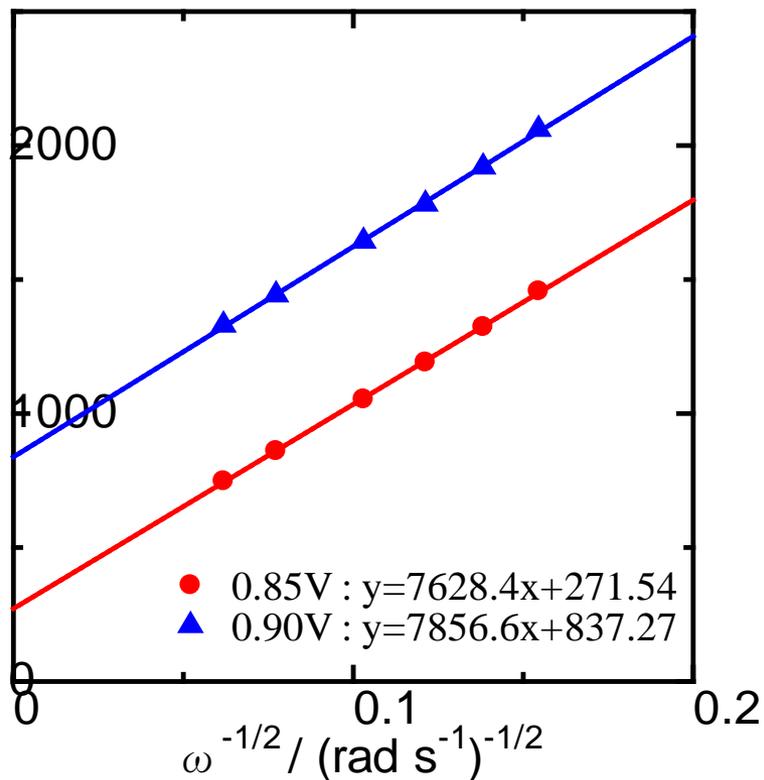
L
①

Fig.3 Koutecky-Levich プロット

1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度:
 @0.85 V ; $436 \text{ A g}^{-1}\text{-Pt}$, $7.15 \times 10^{-4} \text{ A cm}^{-2}\text{-Pt}$
 @0.90 V ; $141 \text{ A g}^{-1}\text{-Pt}$, $2.32 \times 10^{-4} \text{ A cm}^{-2}\text{-Pt}$
 (再現性をみるため複数の結果を場合には
数値を列挙)
2. 縦軸: j^{-1}/A^{-1} が望ましい
3. 横軸: $\omega^{-1/2}/(\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
4. 電流値評価: **b. アノード電位走査時**

結果、実験方法、評価方法などについて何か付記すべき事項がございましたら、ここに、図、表、写真、文章等で記載してください。次ページにわたってもかまいません。

評価条件

1. 酸の純度等：メーカー（ 関東化学株式会社 ），酸の純度（ 過塩素酸Ultrapurを0.1mol/lに希釈 ）
2. 水の純度等：メーカーまたは製造機等（ 日本ミリポア製 Direct-Q UV ），純度（ $18\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ ）
3. 洗ビンの容器の材質：（ PFA ）
4. 電解槽および電気化学測定装置名等：（ポテンシオスタット：Ivium Technologies製 Ivium Stat
電解槽：日厚計測）
5. 電解槽の容積： 220 mL
6. 電解槽の洗浄方法：（ 超純水中で煮沸洗浄後、自然乾燥。測定前に電解液で2～3回共洗いをする。 ）
7. 回転電極の電極部の大きさ：直径（ 6 mm ），チャンネルフロー電極の場合には電極サイズ等：
（ ）
8. 試験電極作製法： a. GC電極上にイオノマーと触媒の混合物を載せる。
9. 回転電極の試験電極部：Pt/C担持量（ $37.5\ \mu\text{g}\ \text{cm}^{-2}$ ），イオノマー担持量（ $9.34\ \mu\text{g}\ \text{cm}^{-2}$ ）
10. GC電極上への触媒担持方法（一回で担持、数度に分けて担持、その他の工夫などを簡潔に記述願います）：
（ 電極表面をエタノールで拭き、1回で担持している。 ）
11. 試験電極作製時の加熱温度と時間： $60\ ^\circ\text{C}$ ， 15 min
12. ORR特性評価における電解液中での電極の前処理：
（ $0\text{V}\sim 1.25\text{V}$ $500\text{mV}/\text{sec}$ 20サイクル程度 ）
13. ORR評価測定前酸素吹込時間： 30 min
14. ORR評価中の酸素吹込状況： b. 液上部流通
15. 特記事項：

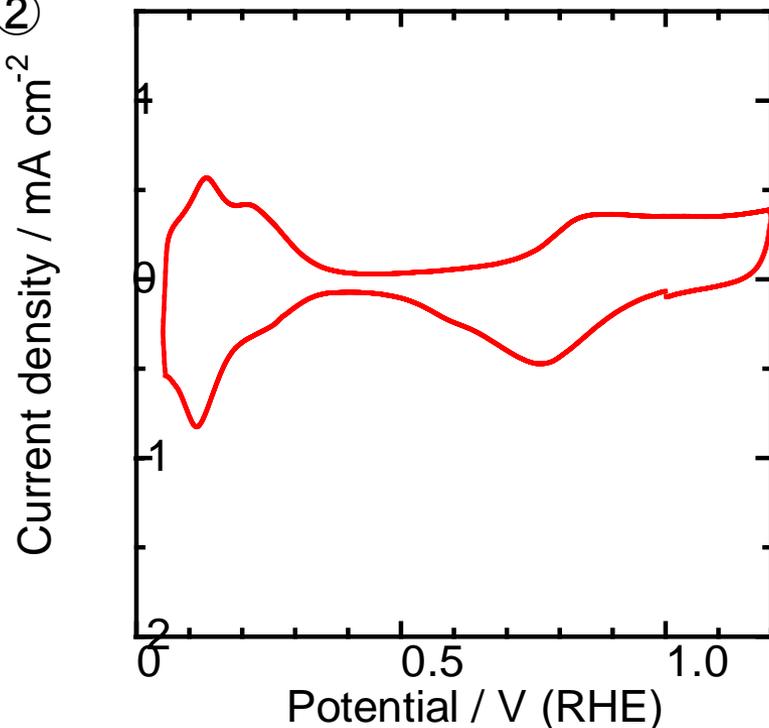


Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

1. 触媒 : a. **FC-I1**
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : **$49 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1} \text{-Pt}$**
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類 (**HClO_4**)、濃度 (**0.1M**)
6. 電解液量と温度: 液量 (**125 mL**), 温度 (**25°C**)
7. ECSA の評価法 : b. **水素脱離波**
8. 電位走査速度: **50 mV s^{-1}**
9. 対極 : d. **炭素繊維**
10. 参照電極 : a. **RHE**
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

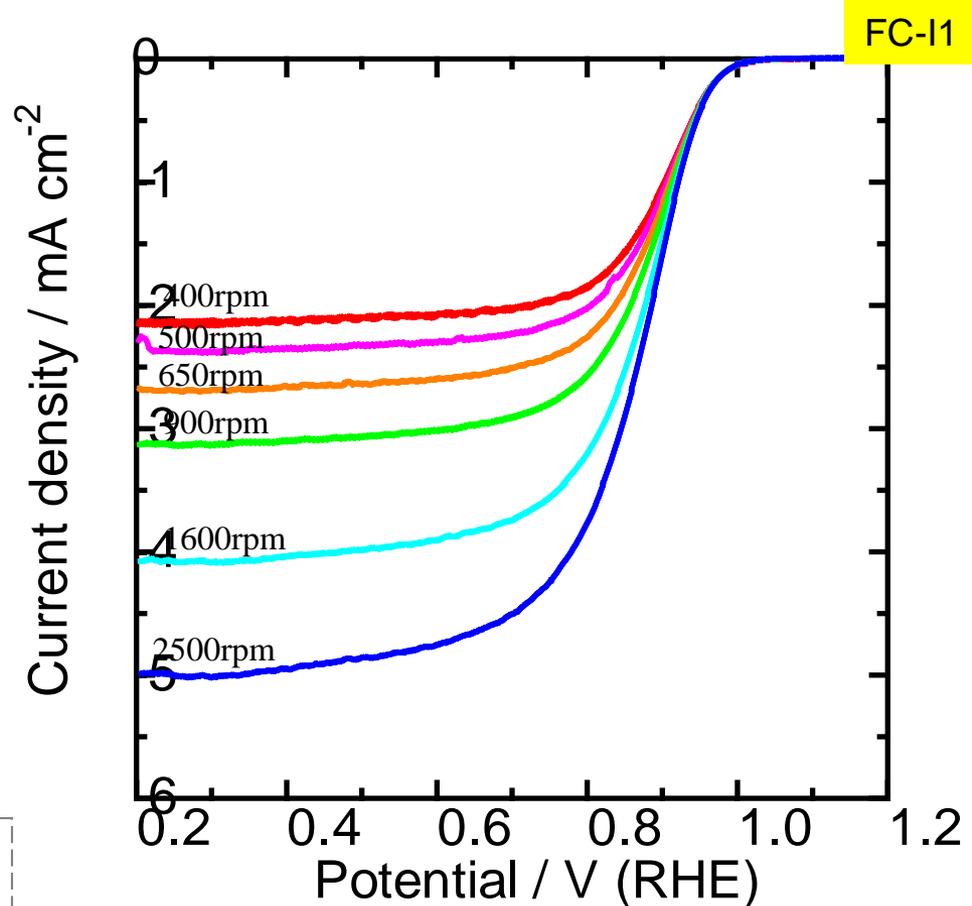


Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 : b. **25°C**
4. 電極回転速度: **400, 500, 650, 900, 1500, 2500rpm**
5. 電位走査速度: ()

L ②

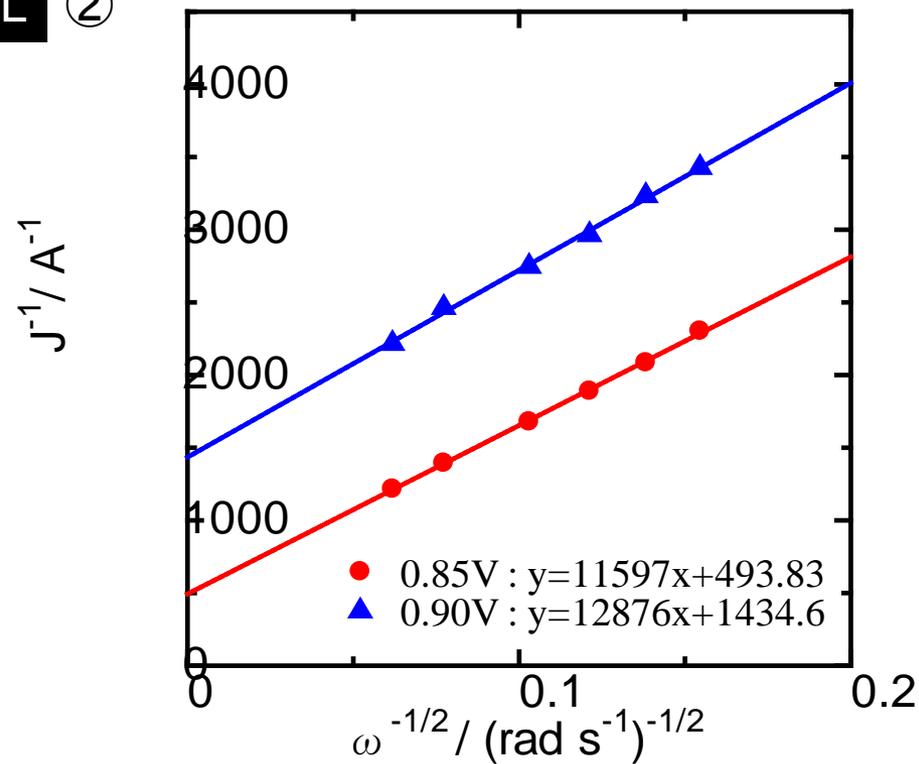


Fig.3 Koutecky-Levich プロット

1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける活性化支配電流密度:
 @0.85 V; $484 \text{ A g}^{-1}\text{-Pt}$, $9.88 \times 10^{-4} \text{ A cm}^{-2}\text{-Pt}$
 @0.90 V; $166 \text{ A g}^{-1}\text{-Pt}$, $3.40 \times 10^{-4} \text{ A cm}^{-2}\text{-Pt}$
 (再現性をみるため複数の結果を場合にはは数値を列挙)
2. 縦軸: j^{-1}/A^{-1} が望ましい
3. 横軸: $\omega^{-1/2}/(\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
4. 電流値評価: **b. アノード電位走査時**

結果、実験方法、評価方法などについて何か付記すべき事項がございましたら、ここに、図、表、写真、文章等で記載してください。次ページにわたってもかまいません。

評価条件

1. 酸の純度等：メーカー（ 関東化学株式会社 ），酸の純度（ 過塩素酸Ultrapurを0.1mol/lに希釈 ）
2. 水の純度等：メーカーまたは製造機等（ 日本ミリポア製 Direct-Q UV ），純度（ $18\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ ）
3. 洗ビンの容器の材質：（ PFA ）
4. 電解槽および電気化学測定装置名等：（ ポテンシostat: Ivium Technologies製 Ivium Stat
電解槽：日厚計測）
5. 電解槽の容積： 220 mL
6. 電解槽の洗浄方法：（ 超純水中で煮沸洗浄後、自然乾燥。測定前に電解液で2～3回共洗いをする。）
7. 回転電極の電極部の大きさ：直径（ 6 mm ），チャンネルフロー電極の場合には電極サイズ等：
（ ）
8. 試験電極作製法： a. GC電極上にイオノマーと触媒の混合物を載せる。
9. 回転電極の試験電極部：Pt/C担持量（ $37.5\ \mu\text{g}\ \text{cm}^{-2}$ ），イオノマー担持量（ $9.34\ \mu\text{g}\ \text{cm}^{-2}$ ）
10. GC電極上への触媒担持方法（一回で担持、数度に分けて担持、その他の工夫などを簡潔に記述願います）：
（ 電極表面をエタノールで拭き、1回で担持している。 ）
11. 試験電極作製時の加熱温度と時間： $60\ ^\circ\text{C}$ ， 15 min
12. ORR特性評価における電解液中での電極の前処理：
（ 0V～1.25V 500mV/sec 20サイクル程度 ）
13. ORR評価測定前酸素吹込時間： 30 min
14. ORR評価中の酸素吹込状況： b. 液上部流通
15. 特記事項：

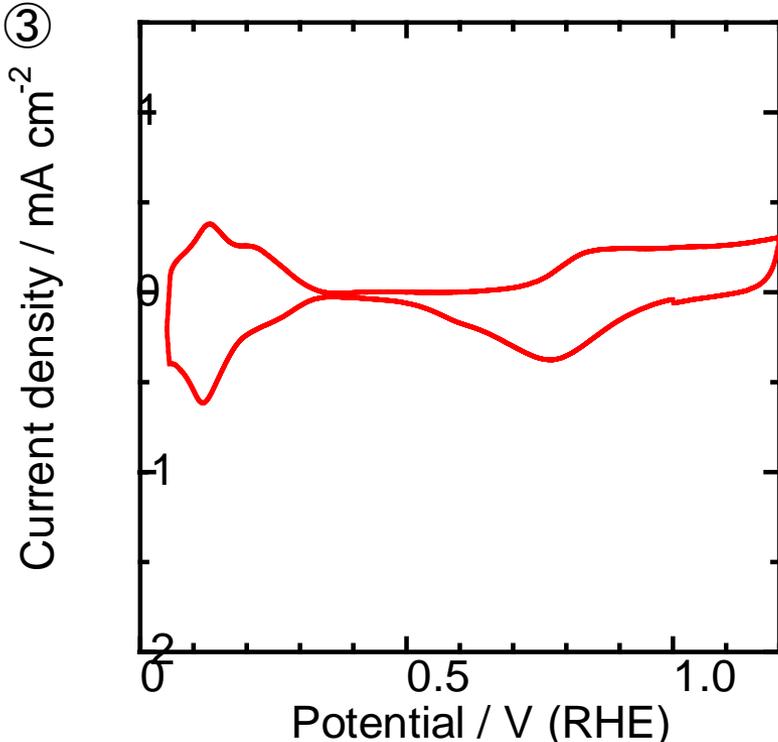


Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

1. 触媒 : a. FC-I1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : $35 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1} \text{-Pt}$
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類 (HClO_4)、濃度 (0.1M)
6. 電解液量と温度: 液量 (125 mL), 温度 (25 °C)
7. ECSA の評価法 : b. 水素脱離波
8. 電位走査速度: 50 mV s^{-1}
9. 対極 : d. 炭素繊維
10. 参照電極 : a. RHE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

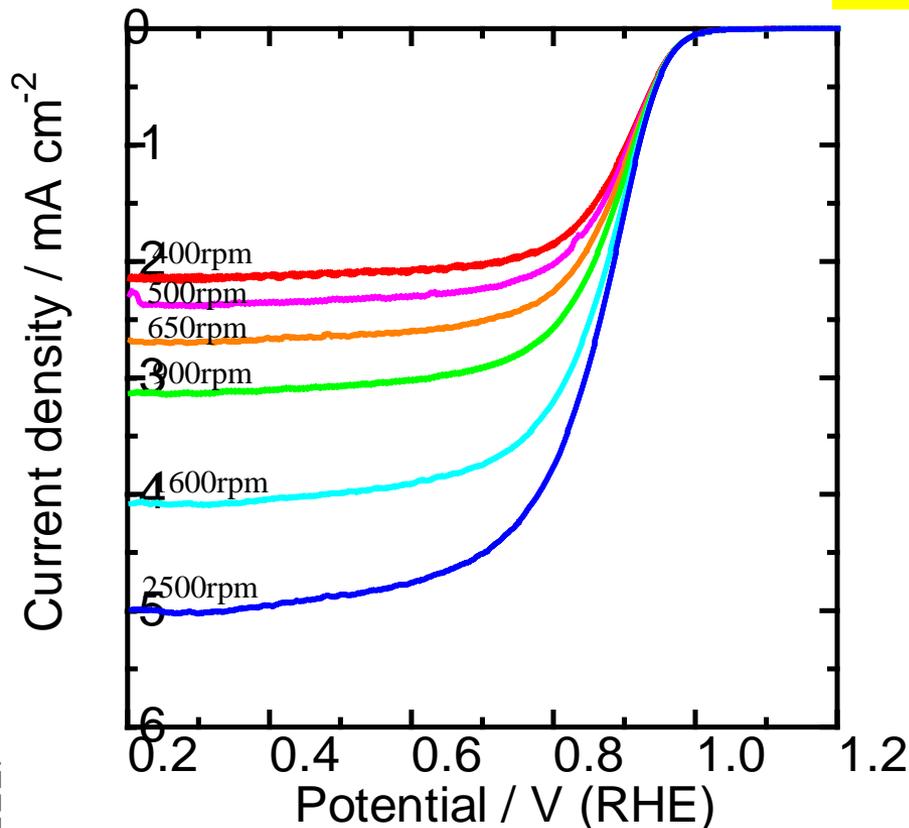


Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 : b. 25 °C
4. 電極回転速度: 400, 500, 650, 900, 1500, 2500rpm
5. 電位走査速度: ()

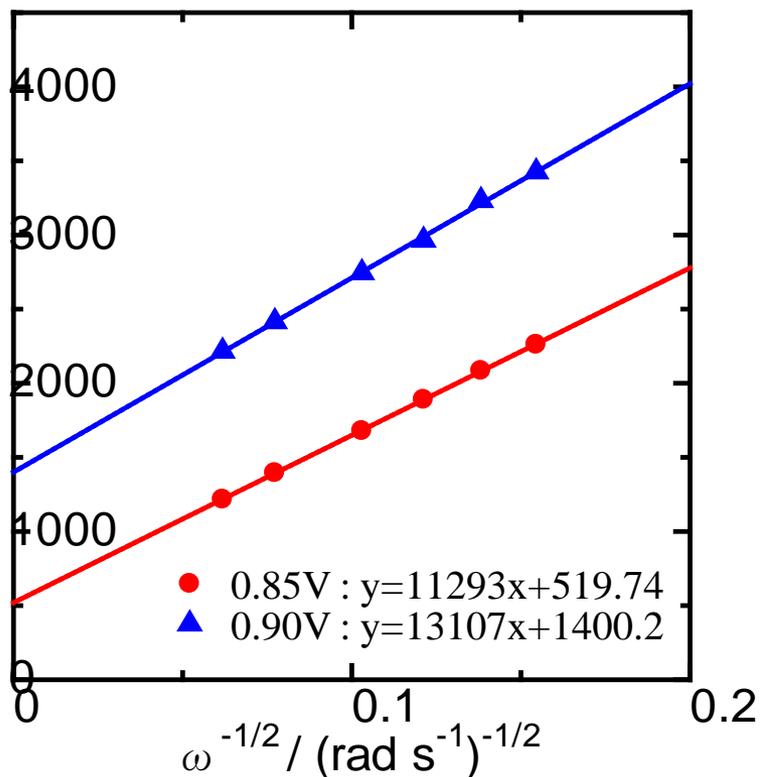
L
③
 J^{-1}/A^{-1} 

Fig.3 Koutecky-Levich プロット

1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける活性化支配電流密度:
 @0.85 V ; $460A\ g^{-1}\text{-Pt}$, $1.28 \times 10^{-3}\ A\ cm^{-2}\text{-Pt}$
 @0.90 V ; $170A\ g^{-1}\text{-Pt}$, $4.74 \times 10^{-4}\ A\ cm^{-2}\text{-Pt}$
 (再現性をみるため複数の結果を場合にはは数値を列挙)
2. 縦軸: j^{-1}/A^{-1} が望ましい
3. 横軸: $\omega^{-1/2}/(\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
4. 電流値評価: b. **アノード電位走査時**

結果、実験方法、評価方法などについて何か付記すべき事項がございましたら、ここに、図、表、写真、文章等で記載してください。次ページにわたってもかまいません。

評価条件

1. 酸の純度等：メーカー（ 関東化学株式会社 ），酸の純度（ 過塩素酸Ultrapurを0.1mol/lに希釈 ）
2. 水の純度等：メーカーまたは製造機等（ 日本ミリポア製 Direct-Q UV ），純度（ $18\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ ）
3. 洗ビンの容器の材質：（ PFA ）
4. 電解槽および電気化学測定装置名等：（ ポテンシostat: Ivium Technologies製 Ivium Stat
電解槽：日厚計測）
5. 電解槽の容積： 220 mL
6. 電解槽の洗浄方法：（ 超純水中で煮沸洗浄後、自然乾燥。測定前に電解液で2～3回共洗いをする。）
7. 回転電極の電極部の大きさ：直径（ 6 mm ），チャンネルフロ-電極の場合には電極サイズ等：
（ ）
8. 試験電極作製法： b. GC電極上に触媒を載せた上にイオノマーを滴下。
9. 回転電極の試験電極部： Pt/C担持量（ $75.8\ \mu\text{g}\ \text{cm}^{-2}$ ），イオノマー担持量（ $34.8\ \mu\text{g}\ \text{cm}^{-2}$ ）
10. GC電極上への触媒担持方法（一回で担持、数度に分けて担持、その他の工夫などを簡潔に記述願います）：
（ 電極表面をエタノールで拭き、1回で担持している。 ）
11. 試験電極作製時の加熱温度と時間： 25 °C, 10 min
12. ORR特性評価における電解液中での電極の前処理：
（ 0V～1.25V 500mV/sec 20サイクル程度 ）
13. ORR評価測定前酸素吹込時間： 30 min
14. ORR評価中の酸素吹込状況： b. 液上部流通
15. 特記事項：

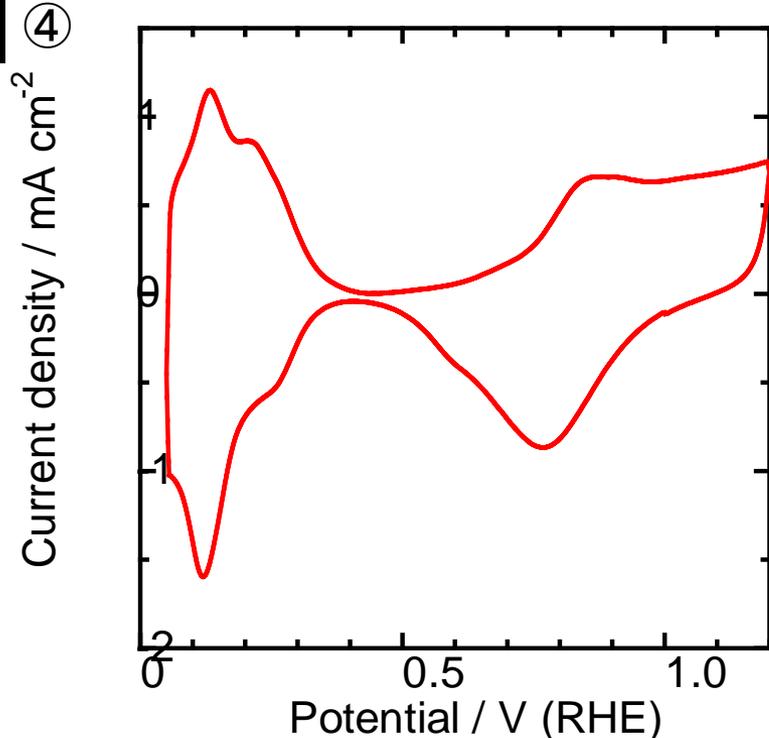


Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

1. 触媒 : a. FC-I1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : $65 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}\text{-Pt}$
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類 (HClO_4)、濃度 (0.1M)
6. 電解液量と温度: 液量 (125 mL), 温度 (25 °C)
7. ECSA の評価法 : b. 水素脱離波
8. 電位走査速度: 50 mV s^{-1}
9. 対極 : d. 炭素繊維
10. 参照電極 : a. RHE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

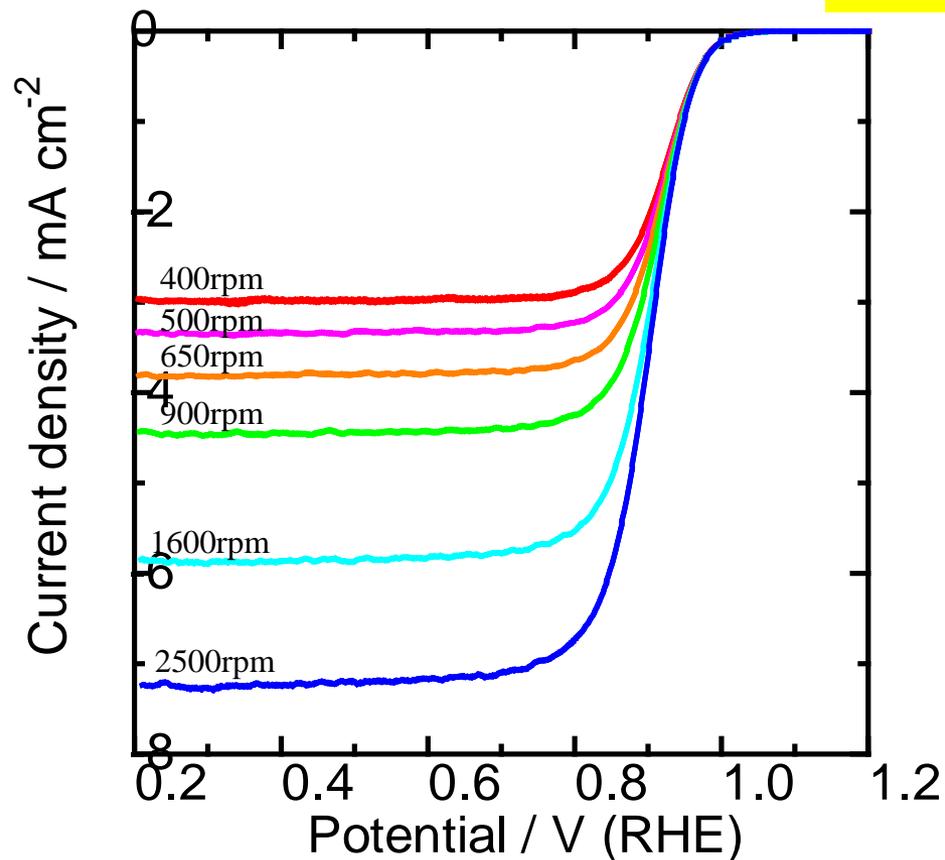


Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 : b. 25 °C
4. 電極回転速度: 400, 500, 650, 900, 1500, 2500rpm
5. 電位走査速度: ()

④

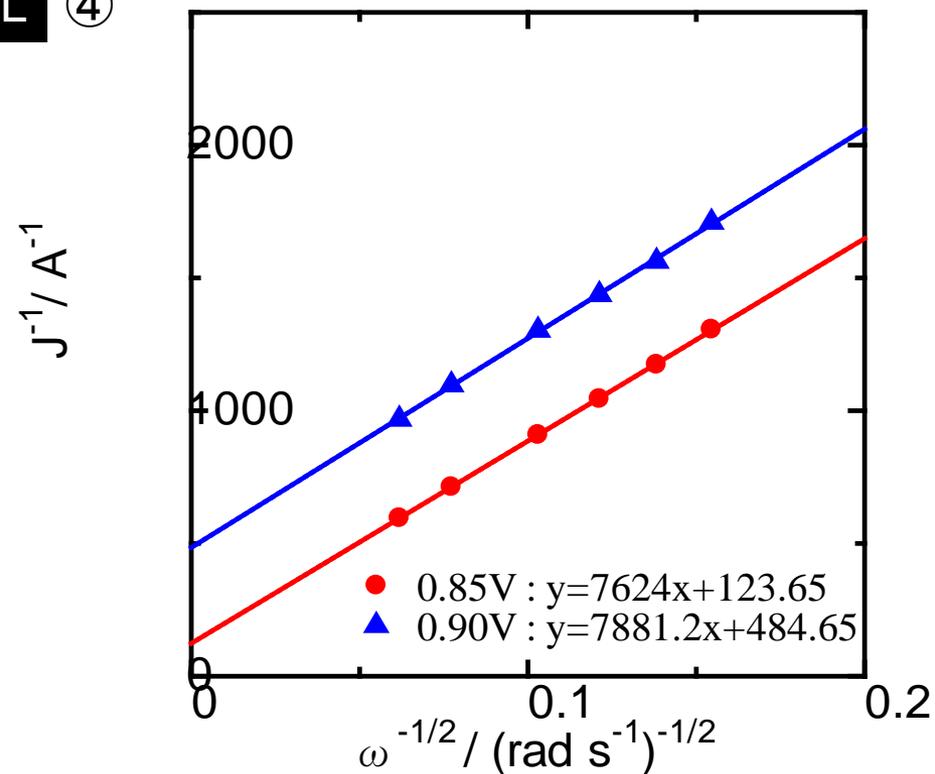


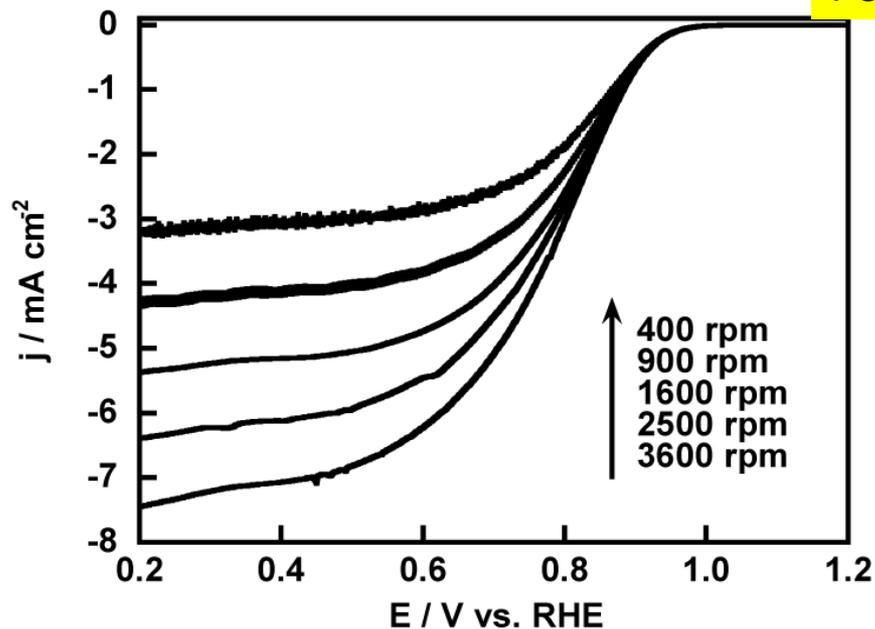
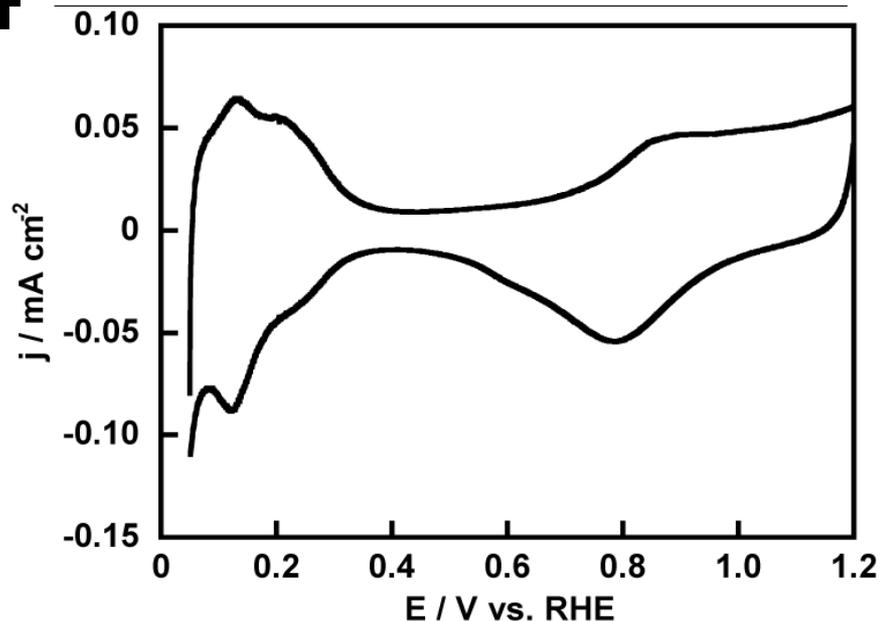
Fig.3 Koutecky-Levich プロット

1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける活性化支配電流密度:
 @0.85 V ; $958 A g^{-1}-Pt, 1.47 \times 10^{-3} A cm^{-2}-Pt$
 @0.90 V ; $244 A g^{-1}-Pt, 3.76 \times 10^{-4} A cm^{-2}-Pt$
 (再現性をみるため複数の結果を場合には数値を列挙)
2. 縦軸: j^{-1} / A^{-1} が望ましい
3. 横軸: $\omega^{-1/2} / (\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
4. 電流値評価: **b. アノード電位走査時**

結果、実験方法、評価方法などについて何か付記すべき事項がございましたら、ここに、図、表、写真、文章等で記載してください。次ページにわたってもかまいません。

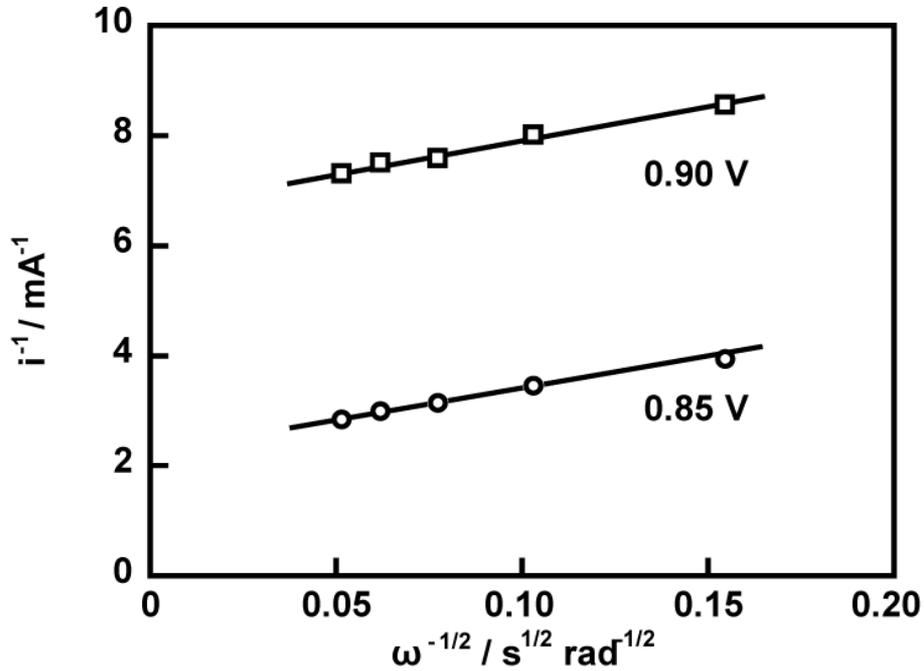
評価条件

1. 酸の純度等：メーカー(HClO₄, 和光), 酸の純度(精密機器用 60%)
2. 水の純度等：メーカーまたは製造機等(Millipore Simplicity UV system), 純度(18.2 MΩ cm)
3. 洗ビンの容器の材質： (PE)
4. 電解槽および電気化学測定装置名等： (BAS製、ALS 730C)
5. 電解槽の容積： 約200 mL
6. 電解槽の洗浄方法： (濃硫酸に一日以上浸す)
7. 回転電極の電極部の大きさ： 直径(5 mm), チャンネルフロー電極の場合には電極サイズ等： ()
8. 試験電極作製法： a. GC電極上にイオノマーと触媒の混合物を載せる, (b) GC電極上に触媒を載せた上にイオノマーを滴下, c. その他()
9. 回転電極の試験電極部： Pt/C担持量(**カーボン量当たりで、5.6 μg cm⁻²**), イオノマー担持量(膜厚 0.05 μm)
10. GC電極上への触媒担持方法(一回で担持、数度に分けて担持、その他の工夫などを簡潔に記述願います)： (触媒を99.5 %エタノール溶液に分散させ、一回で担持)
11. 試験電極作製時の加熱温度と時間： 120 °C, 60 min
12. ORR特性評価における電解液中での電極の前処理： (0.05~1.2V vs.RHEの範囲をCVの水素吸脱着波が一定になるまで行った)
13. ORR評価測定前酸素吹込時間： 30 min
14. ORR評価中の酸素吹込状況： a, 電解液中に吹き込み, (b) 液上部流通, c. 停止, d. その他 ()
15. 特記事項：



1. 触媒 (○印) : (a) FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, d. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : **67.0** $\text{m}^2 \text{g}^{-1}$ -(Pt/C),
(**64.9** $\text{m}^2 \text{g}^{-1}$ -(Pt/C))
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類 (HClO_4)、濃度 (0.1 M)
6. 電解液量と温度: 液量 (**200** mL), 温度 (**25** °C)
7. ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, (b) 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他()
8. 電位走査速度: **20** mV s^{-1}
9. 対極 (○印) : (a) Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : (a) RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C,
(b) 60 °C以外で評価した場合の温度 (25 °C)
4. 電極回転速度: 400~3600 rpmの範囲で5種類の速度)



1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度:

@0.85 V; 632 A g⁻¹-Pt, 942 μA cm⁻²-Pt

(@0.85 V; 594 A g⁻¹-Pt, 916 μA cm⁻²-Pt)

@0.90 V; 205 A g⁻¹-Pt, 306 μA cm⁻²-Pt

(@0.90 V; 189 A g⁻¹-Pt, 292 μA cm⁻²-Pt)

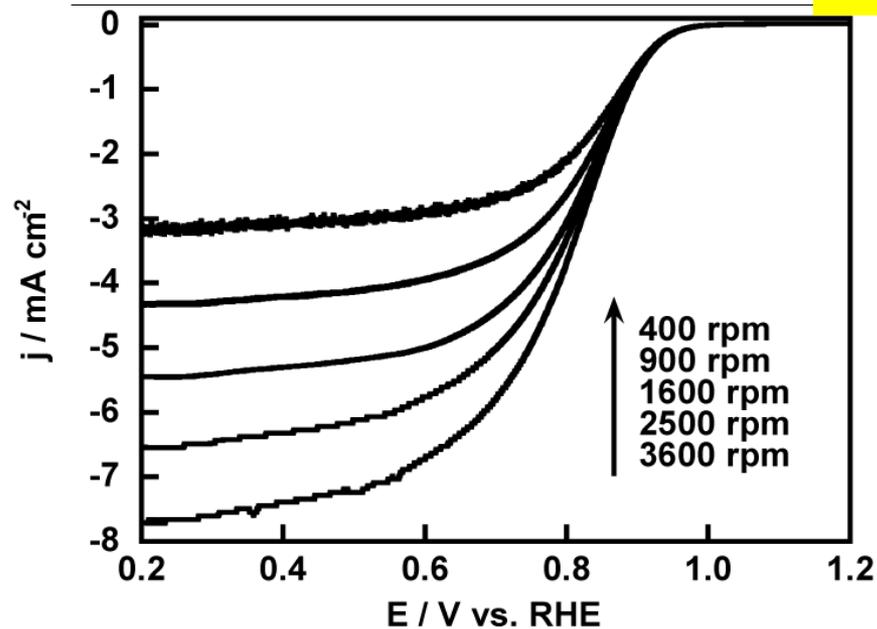
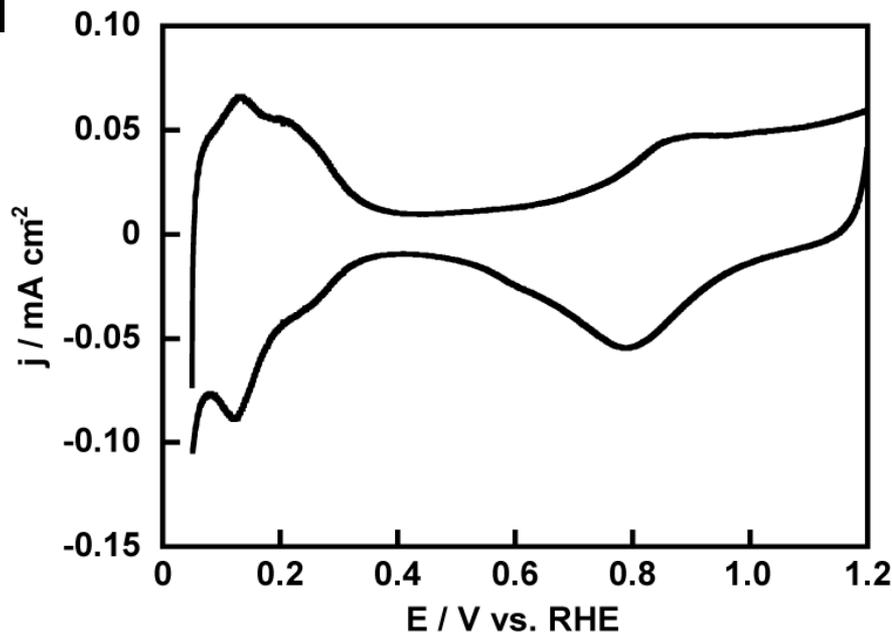
2. 縦軸: j^1/A^{-1} が望ましい

3. 横軸: $\omega^{-1/2}/(\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい

4. 電流値評価: a. カソード電位走査時,

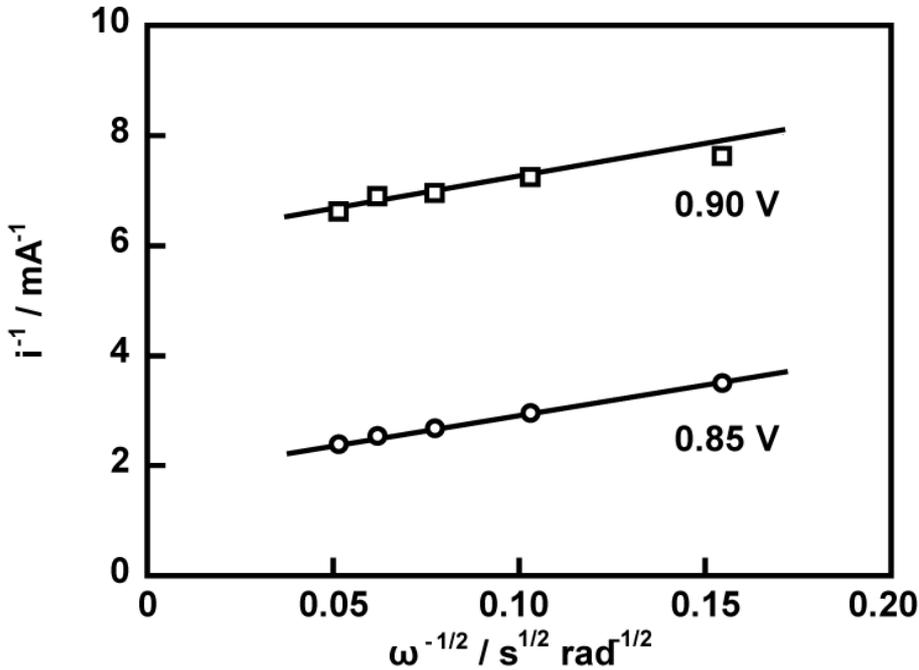
(b) アノード電位走査時,

 c. その他()



1. 触媒 (○印) : a. FC-I1 (b) FC-I2, c. FC-T1, d. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : $68.5 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ -(Pt/C)
($78.5 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ -(Pt/C))
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類 (HClO_4)、濃度 (0.1 M)
6. 電解液量と温度: 液量 (200 mL), 温度 (25°C)
7. ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, (b) 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
8. 電位走査速度: 20 mV s^{-1}
9. 対極 (○印) : (a) Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : (a) RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60°C ,
(b) 60°C 以外で評価した場合の温度 (25°C)
4. 電極回転速度: 400~3600 rpmの範囲で5種類の速度)



1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度:

@0.85 V; 791 A g⁻¹-Pt, 1155 μA cm⁻²-Pt

(@0.85 V; 806 A g⁻¹-Pt, 1027 μA cm⁻²-Pt)

@0.90 V; 226 A g⁻¹-Pt, 329 μA cm⁻²-Pt

(@0.90 V; 225 A g⁻¹-Pt, 286 μA cm⁻²-Pt)

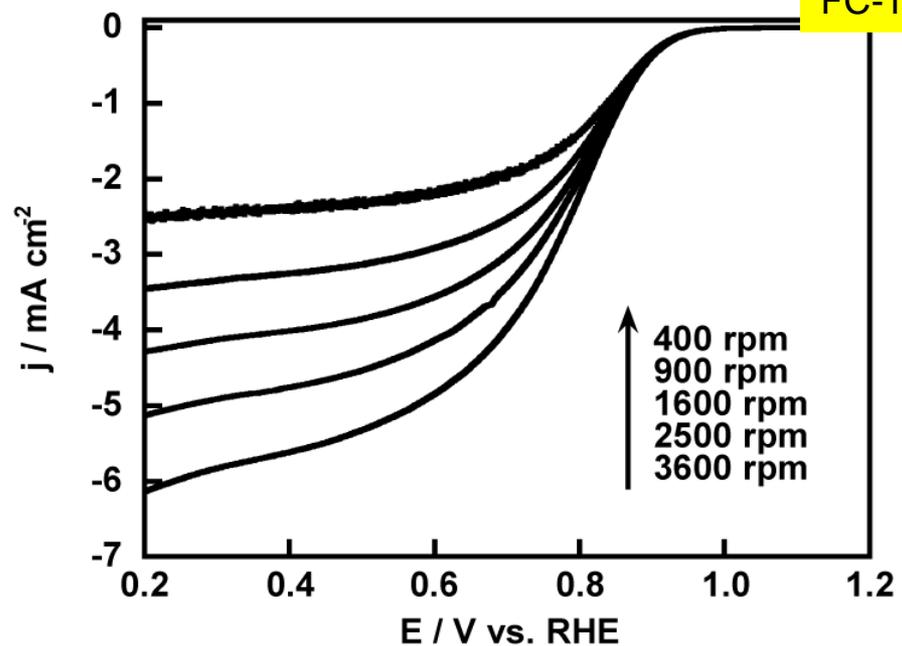
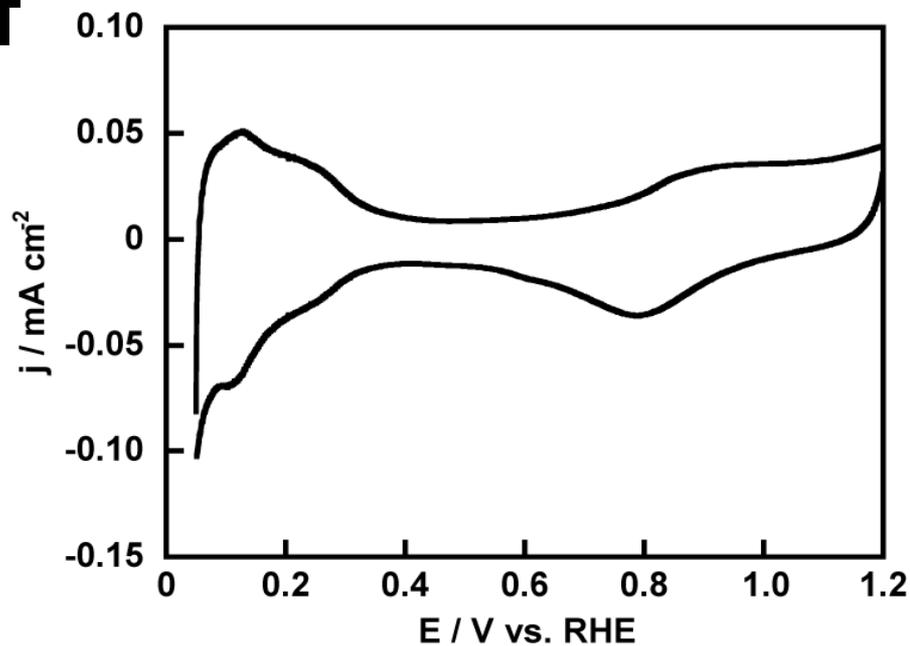
2. 縦軸: j^1 / A^{-1} が望ましい

3. 横軸: $\omega^{-1/2} / (\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい

4. 電流値評価: a. カソード電位走査時,

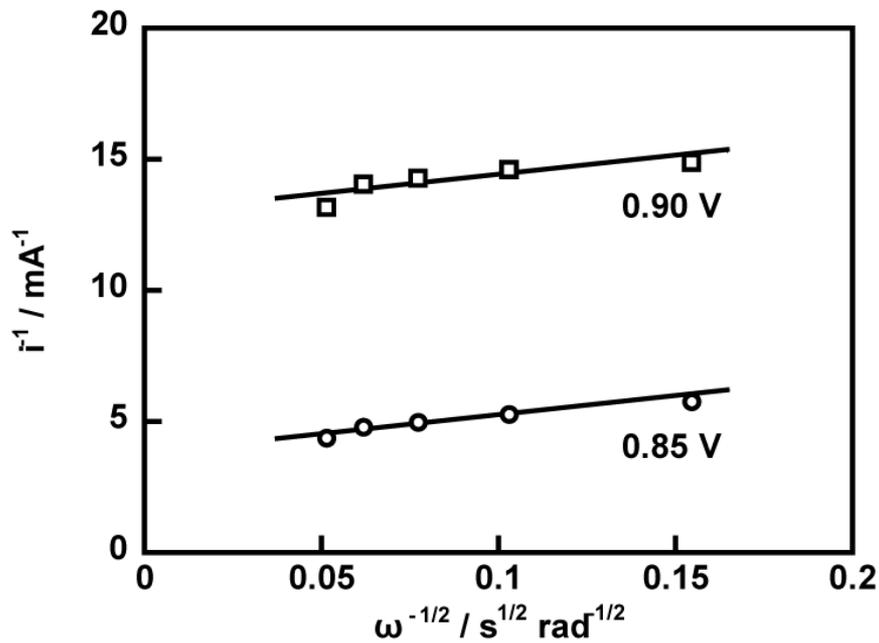
(b) アノード電位走査時,

 c. その他()



1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, (c) FC-T1, d. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : **32.3** $\text{m}^2 \text{g}^{-1}$ -(Pt/C)
(**38.5** $\text{m}^2 \text{g}^{-1}$ -(Pt/C))
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類 (HClO_4)、濃度 (0.1 M)
6. 電解液量と温度: 液量 (**200** mL), 温度 (**25** °C)
7. ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, (b) 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
8. 電位走査速度: **20** mV s^{-1}
9. 対極 (○印) : (a) Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : (a) RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C,
(b) 60 °C以外で評価した場合の温度 (**25** °C)
4. 電極回転速度: 400~36000 rpmの範囲で5種類の速度)



1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度:

@0.85 V; 232 A g⁻¹-Pt, 717 μA cm⁻²-Pt

(@0.85 V; 283 A g⁻¹-Pt, 736 μA cm⁻²-Pt)

@0.90 V; 65.5 A g⁻¹-Pt, 203 μA cm⁻²-Pt

(@0.90 V; 80.3 A g⁻¹-Pt, 209 μA cm⁻²-Pt)

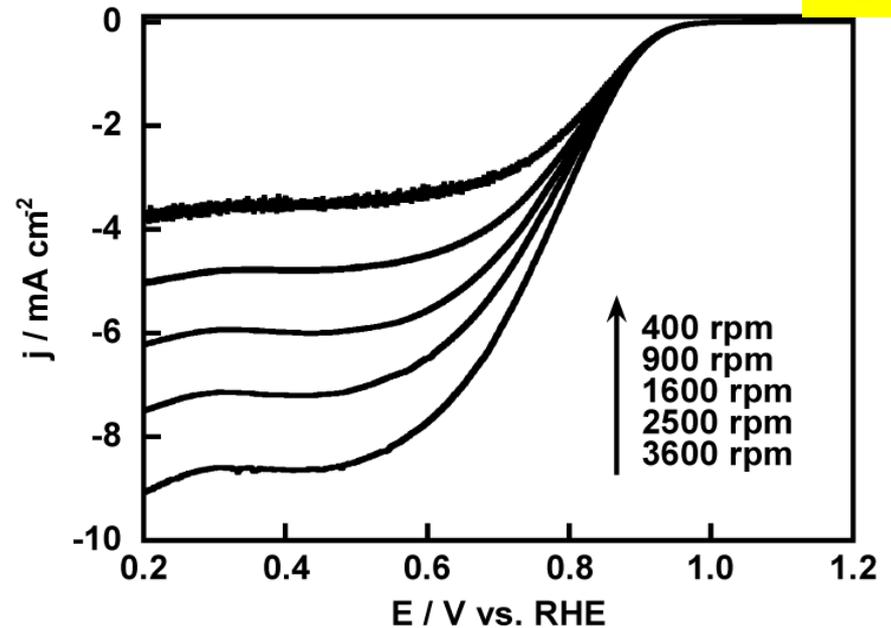
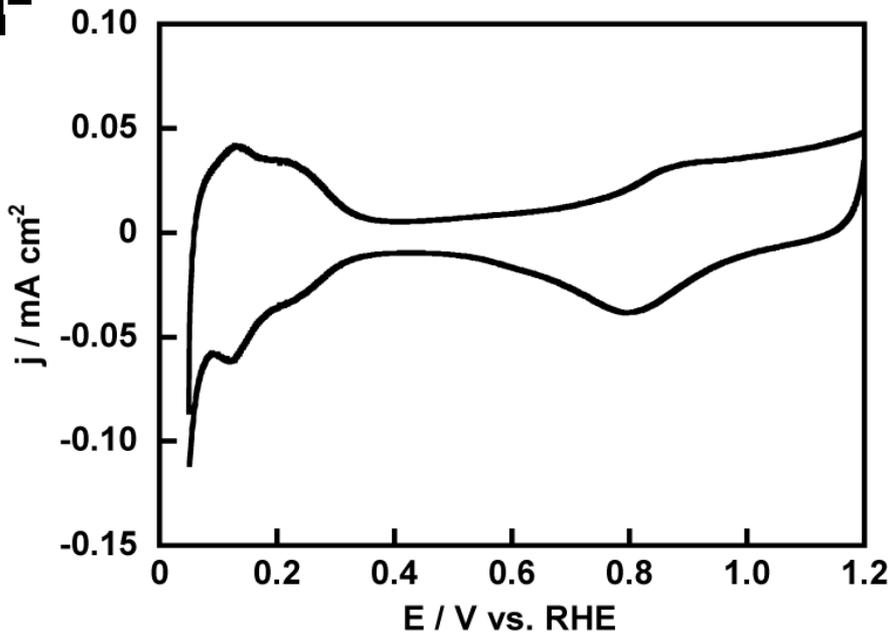
2. 縦軸: j^{-1}/A^{-1} が望ましい

3. 横軸: $\omega^{-1/2}/(\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい

4. 電流値評価: a. カソード電位走査時,

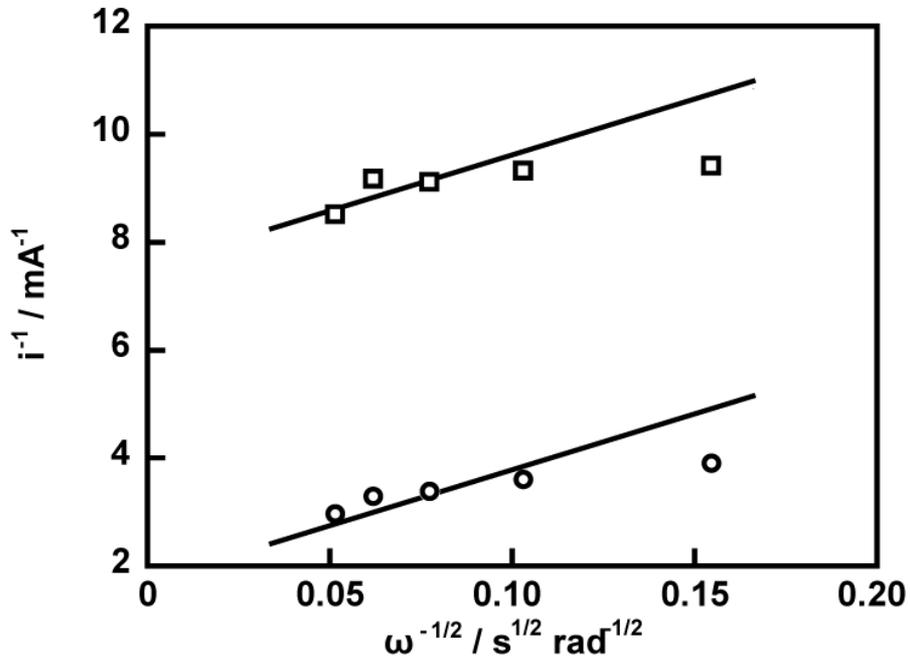
① b. アノード電位走査時,

c. その他()



1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, (d) FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : $44.7 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ -(Pt/C)
($44.3 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ -(Pt/C))
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類 (HClO_4)、濃度 (0.1 M)
6. 電解液量と温度: 液量 (200 mL), 温度 (25°C)
7. ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, (b) 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
8. 電位走査速度: 20 mV s^{-1}
9. 対極 (○印) : (a) Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : (a) RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60°C ,
(b) 60°C 以外で評価した場合の温度 (25°C)
4. 電極回転速度: 400~3600 rpmの範囲で5種類の速度)



1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度:

@0.85 V; 571 A g⁻¹-Pt, 1279 μA cm⁻²-Pt

(@0.85 V; 576 A g⁻¹-Pt, 1300 μA cm⁻²-Pt)

@0.90 V; 174 A g⁻¹-Pt, 389 μA cm⁻²-Pt

(@0.90 V; 191 A g⁻¹-Pt, 432 μA cm⁻²-Pt)

2. 縦軸: j^{-1} / A^{-1} が望ましい

3. 横軸: $\omega^{-1/2} / (\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい

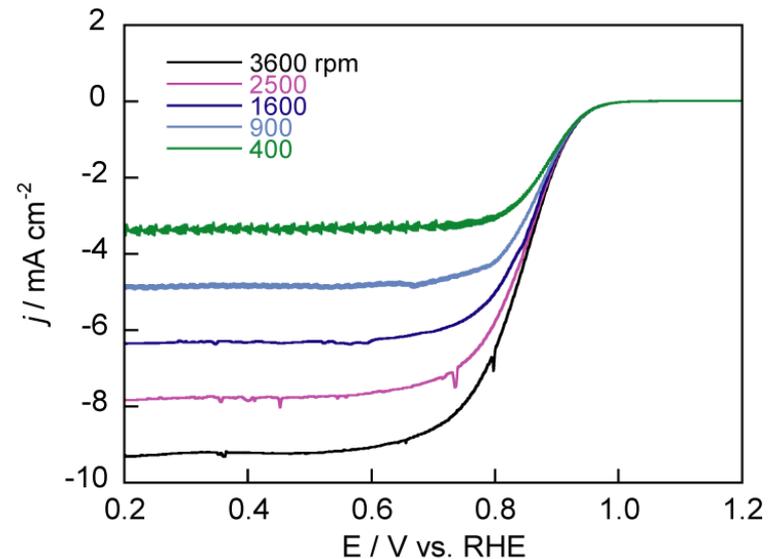
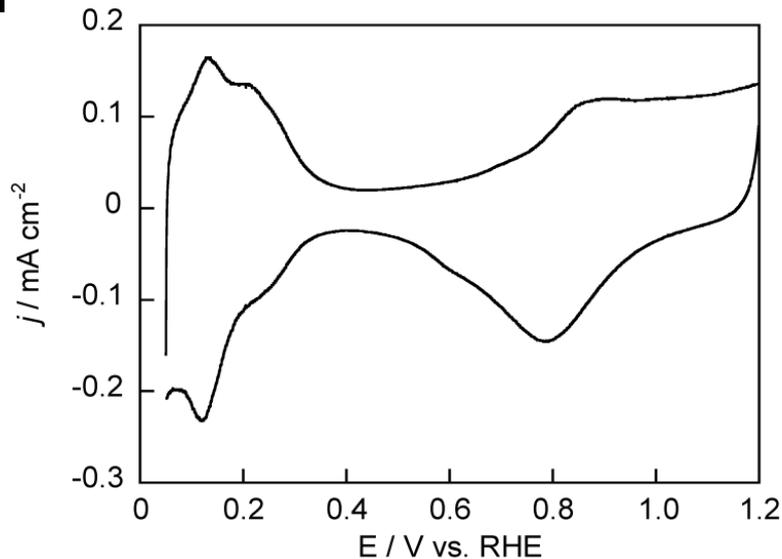
4. 電流値評価: a. カソード電位走査時,

(b. アノード電位走査時,

c. その他()

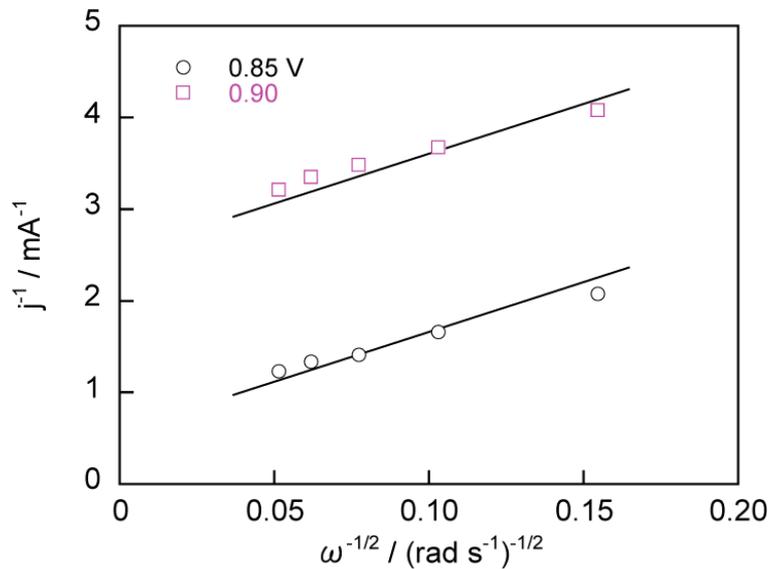
評価条件

1. 酸の純度等：メーカー(HClO₄, 和光), 酸の純度(精密機器用 60%)
2. 水の純度等：メーカーまたは製造機等(Millipore Simplicity UV system), 純度(18.2 MΩ cm)
3. 洗ビンの容器の材質：(PE)
4. 電解槽および電気化学測定装置名等：(BAS製、ALS 730C)
5. 電解槽の容積：約200 mL
6. 電解槽の洗浄方法：(濃硫酸に一日以上浸す)
7. 回転電極の電極部の大きさ：直径(5 mm), チャンネルフロー電極の場合には電極サイズ等：
()
8. 試験電極作製法：a. GC電極上にイオノマーと触媒の混合物を載せる, (b) GC電極上に触媒を載せた上にイオノマーを滴下, c. その他()
9. 回転電極の試験電極部：Pt/C担持量(**カーボン量当たりで、16 μg cm⁻²**), イオノマー担持量(膜厚 0.05 μm)
10. GC電極上への触媒担持方法(一回で担持、数度に分けて担持、その他の工夫などを簡潔に記述願います)：
(触媒を99.5%エタノール溶液に分散させ、一回で担持)
11. 試験電極作製時の加熱温度と時間：120 °C, 60 min
12. ORR特性評価における電解液中での電極の前処理：
(0.05~1.2V vs.RHEの範囲をCVの水素吸脱着波が一定になるまで行った)
13. ORR評価測定前酸素吹込時間：30 min
14. ORR評価中の酸素吹込状況：a, 電解液中に吹き込み, (b) 液上部流通, c. 停止, d. その他
()
15. 特記事項：

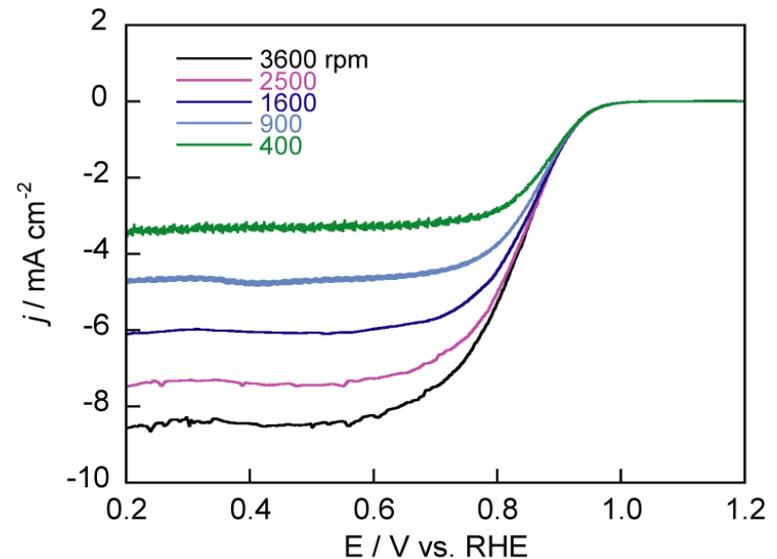
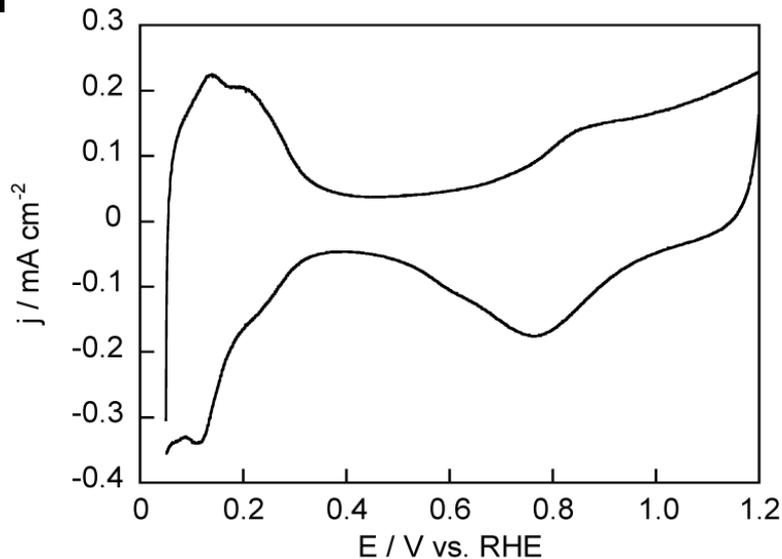


1. 触媒(○印) : (a) FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, d. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : **60.3** $\text{m}^2 \text{g}^{-1}$ -(Pt/C)
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric)
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$
5. 電解液の種類と濃度: 種類(HClO_4)、濃度(0.1 M)
6. 電解液量と温度: 液量(200 mL), 温度(**25** °C)
7. ECSA の評価法(○印) : a. 水素吸着波, (b) 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他()
8. 電位走査速度: **20** mV s^{-1}
9. 対極(○印) : (a) Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極(○印) : (a) RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度(○印) : a. 60 °C, (b) 60 °C以外で評価した場合の温度(**25** °C)
4. 電極回転速度: 400~36000 rpmの範囲で5種類の速度)

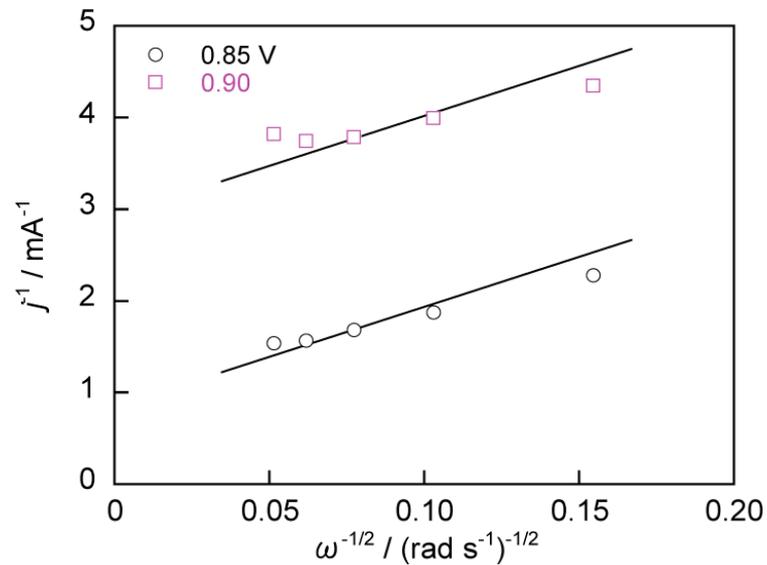


1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度:
@0.85 V; **828 A g⁻¹-Pt, 1372 μA cm⁻²-Pt**
@0.90 V; **201 A g⁻¹-Pt, 333 μA cm⁻²-Pt**
(@0.9 V **193 A g⁻¹-Pt, 330 μA cm⁻²-Pt**)
2. 縦軸: j^{-1} / A^{-1} が望ましい
3. 横軸: $\omega^{-1/2} / (\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
4. 電流値評価: a. カソード電位走査時,
(b) アノード電位走査時,
c. その他()

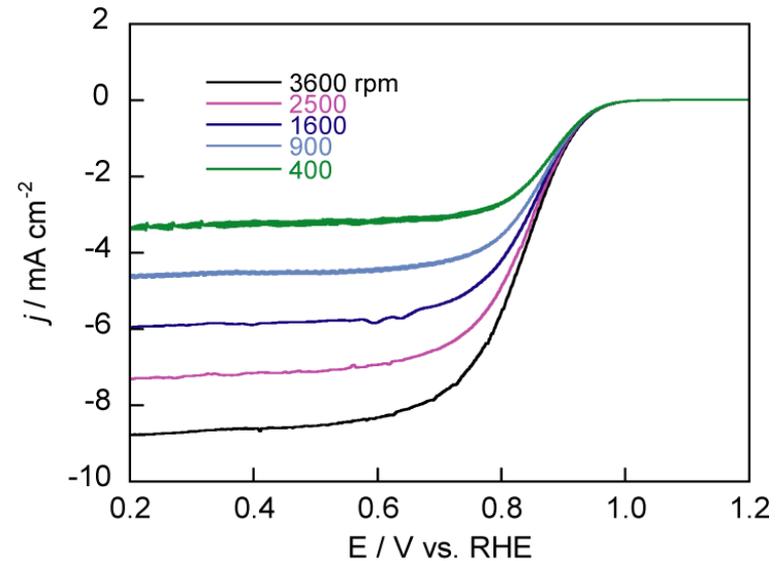
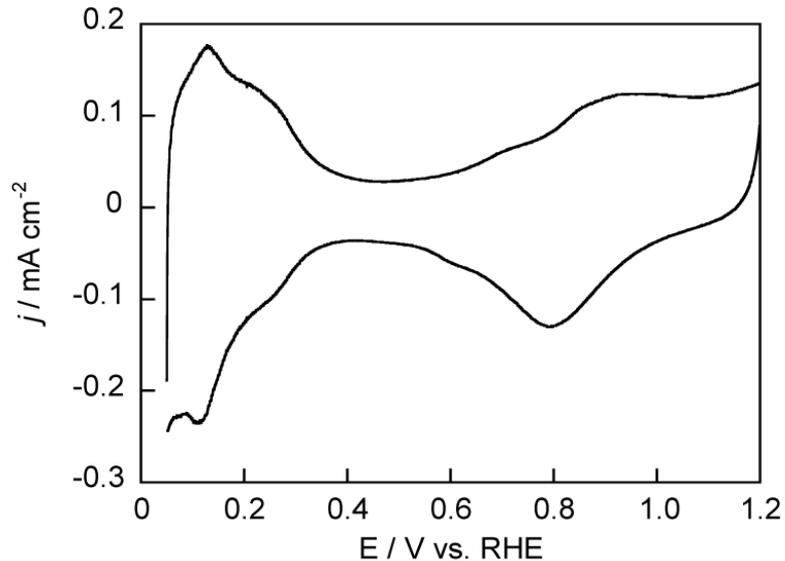


1. 触媒(○印) : a. FC-I1, (b) FC-I2, c. FC-T1, d. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : **80.1** $\text{m}^2 \text{g}^{-1}$ -(Pt/C)
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric)が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類(HClO_4)、濃度(0.1M)
6. 電解液量と温度: 液量(200 mL), 温度(**25** °C)
7. ECSA の評価法(○印) : a. 水素吸着波, (b) 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他()
8. 電位走査速度: **20** mV s^{-1}
9. 対極(○印) : (a) Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極(○印) : (a) RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric)が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度(○印) : a. 60 °C, (b) 60 °C以外で評価した場合の温度(**25** °C)
4. 電極回転速度: 400~36000 rpmの範囲で5種類の速度)

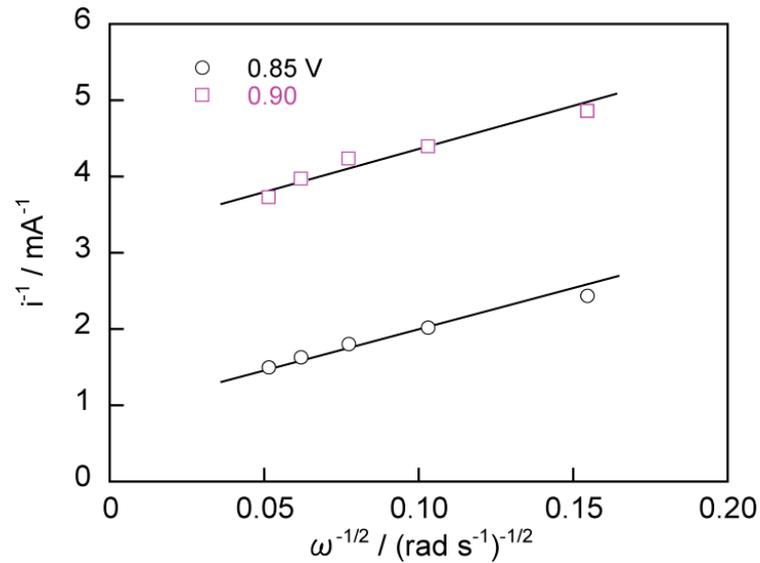


1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度:
@0.85 V; **593 A g⁻¹-Pt, 740 μA cm⁻²-Pt**
@0.90 V; **181 A g⁻¹-Pt, 226 μA cm⁻²-Pt**
(@0.90 V; **141 A g⁻¹-Pt, 22 μA cm⁻²-Pt**)
2. 縦軸: j^{-1} / A^{-1} が望ましい
3. 横軸: $\omega^{-1/2} / (\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
4. 電流値評価: a. カソード電位走査時,
(b) アノード電位走査時,
c. その他()



1. 触媒(○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, (c.) FC-T1, d. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : $40.0 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ -(Pt/C)
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric)が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類(HClO_4)、濃度(0.1 M)
6. 電解液量と温度: 液量(200 mL), 温度(25 °C)
7. ECSA の評価法(○印) : a. 水素吸着波, (b.) 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他()
8. 電位走査速度: 20 mV s^{-1}
9. 対極(○印) : (a.) Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極(○印) : (a.) RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric)が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度(○印) : a. 60 °C, (b.) 60 °C以外で評価した場合の温度(25 °C)
4. 電極回転速度: 400~36000 rpmの範囲で5種類の速度)



1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度:

@0.85 V; 335 A g⁻¹-Pt, 839 μA cm⁻²-Pt

@0.90 V; 97 A g⁻¹-Pt, 242 μA cm⁻²-Pt

(@0.90 V; 96 A g⁻¹-Pt, 231 μA cm⁻²-Pt

@0.90 V; 78 A g⁻¹-Pt, 199 μA cm⁻²-Pt,)

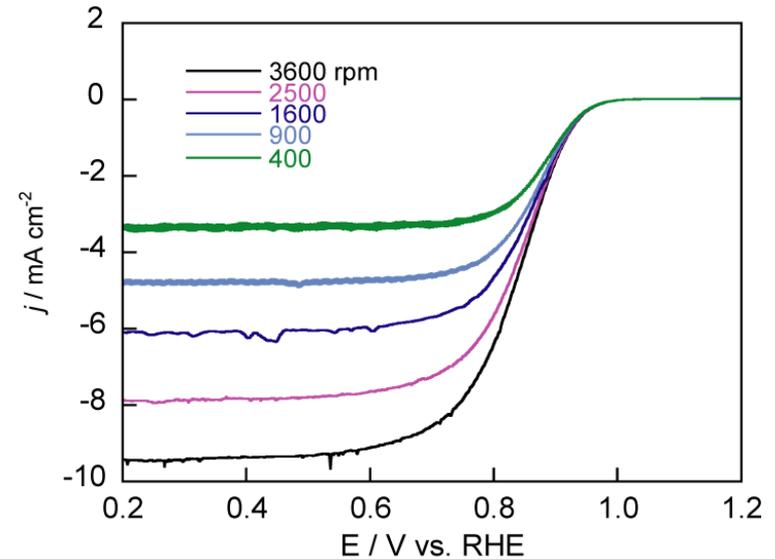
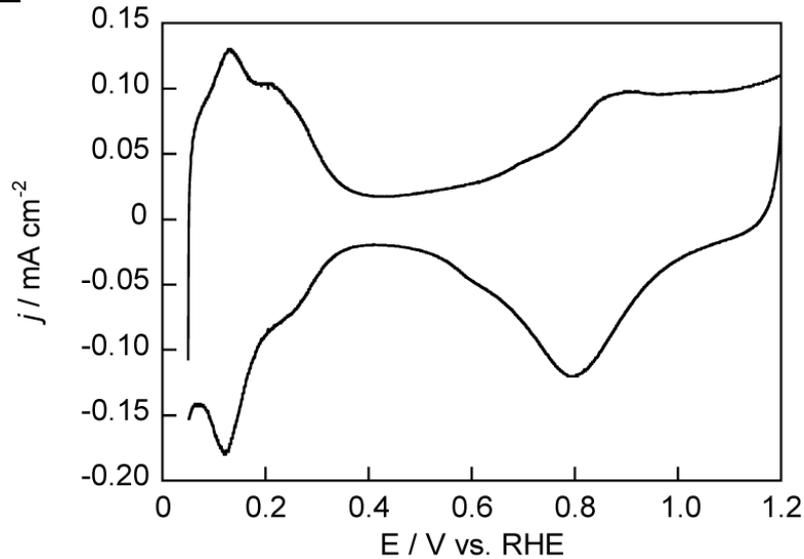
2. 縦軸: j^1 / A^{-1} が望ましい

3. 横軸: $\omega^{-1/2} / (\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい

4. 電流値評価: a. カソード電位走査時,

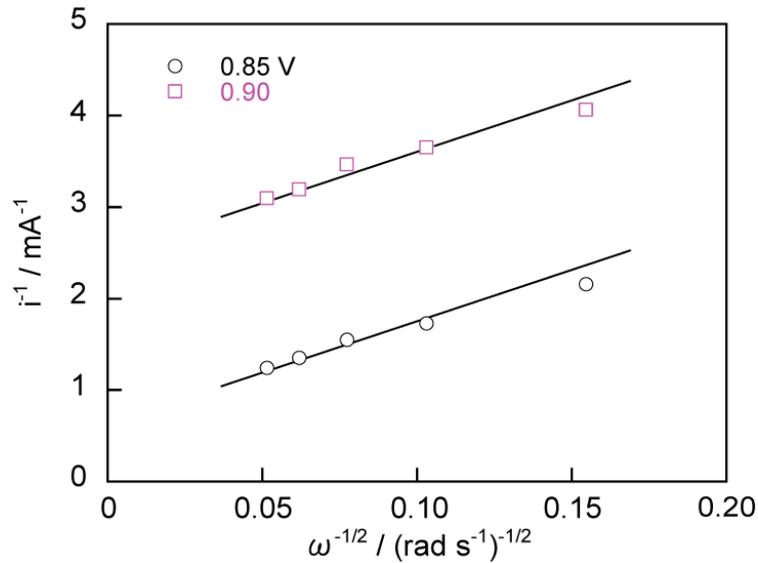
ⓑ. アノード電位走査時,

c. その他()



1. 触媒(○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, (d) FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : $50.1 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ -(Pt/C)
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric)が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類(HClO_4)、濃度(0.1 M)
6. 電解液量と温度: 液量(200 mL), 温度(25 °C)
7. ECSA の評価法(○印) : a. 水素吸着波, (b)水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他()
8. 電位走査速度: 20 mV s^{-1}
9. 対極(○印) : (a)Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極(○印) : (a)RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric)が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度(○印) : a. 60 °C, (b)60 °C以外で評価した場合の温度(25 °C)
4. 電極回転速度: 400~36000 rpmの範囲で5種類の速度)



1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度:

@0.85 V; $732 \text{ A g}^{-1}\text{-Pt}$, $1461 \mu\text{A cm}^{-2}\text{-Pt}$

@0.90 V; $197 \text{ A g}^{-1}\text{-Pt}$, $393 \mu\text{A cm}^{-2}\text{-Pt}$

(@0.90 V; $204 \text{ A g}^{-1}\text{-Pt}$, $421 \mu\text{A cm}^{-2}\text{-Pt}$)

2. 縦軸: j^{-1} / A^{-1} が望ましい

3. 横軸: $\omega^{-1/2} / (\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい

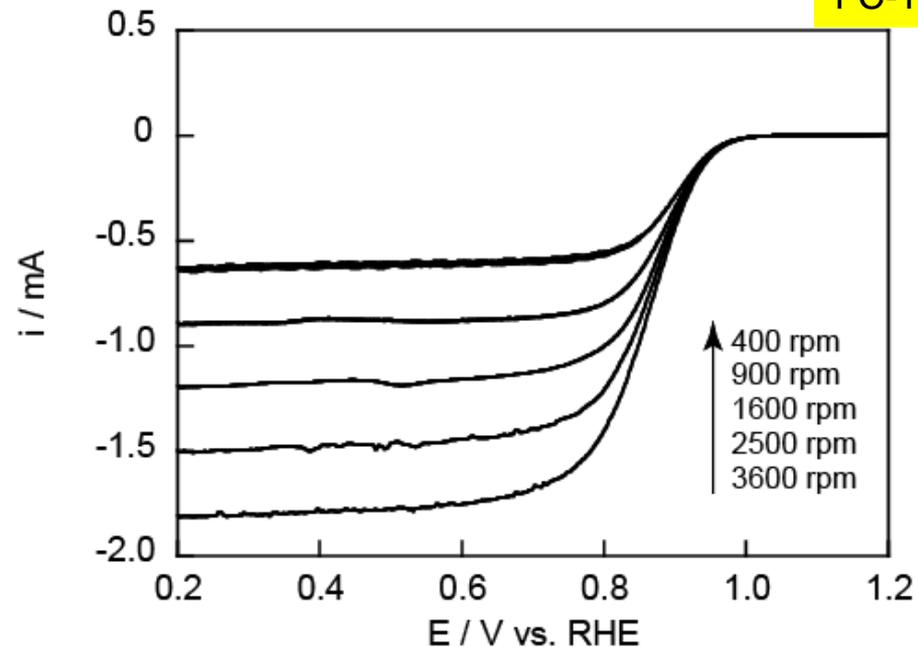
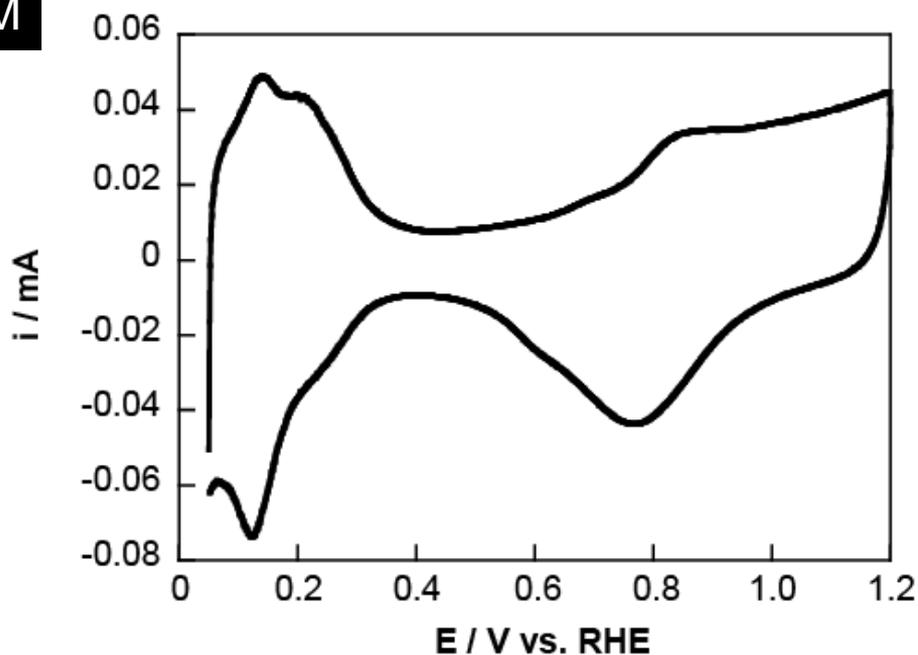
4. 電流値評価: a. カソード電位走査時,

(b) アノード電位走査時,

c. その他()

評価条件

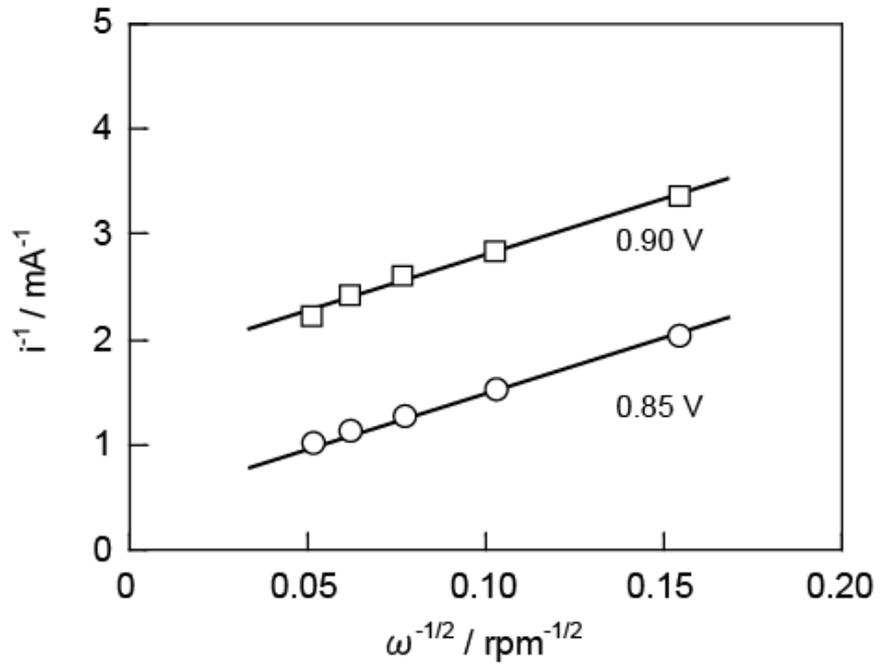
1. 酸の純度等: メーカー(HClO₄, 和光), 酸の純度(精密機器用 60%)
2. 水の純度等: メーカーまたは製造機等(Millipore Simplicity UV system), 純度(18.2 MΩ cm)
3. 洗ビンの容器の材質: (PE)
4. 電解槽および電気化学測定装置名等: (BAS製、ALS 730C)
5. 電解槽の容積: 約200 mL
6. 電解槽の洗浄方法: (濃硫酸に一日以上浸す)
7. 回転電極の電極部の大きさ: 直径(5 mm), チャンネルフロー電極の場合には電極サイズ等:
()
8. 試験電極作製法: a. GC電極上にイオノマーと触媒の混合物を載せる, (b) GC電極上に触媒を載せた上にイオノマーを滴下, c. その他()
9. 回転電極の試験電極部: Pt/C担持量(カーボン量当たりで、16 μg cm⁻²), イオノマー担持量(膜厚 0.1 μm)
10. GC電極上への触媒担持方法(一回で担持、数度に分けて担持、その他の工夫などを簡潔に記述願います):
(触媒を99.5 %エタノール溶液に分散させ、一回で担持)
11. 試験電極作製時の加熱温度と時間: 120 °C, 60 min
12. ORR特性評価における電解液中での電極の前処理:
(0.05~1.2V vs.RHEの範囲をCVの水素吸脱着波が一定になるまで行った。)
13. ORR評価測定前酸素吹込時間: 30 min
14. ORR評価中の酸素吹込状況: a, 電解液中に吹き込み, (b) 液上部流通, c. 停止, d. その他
()
15. 特記事項: FCCJの提案プロトコルに準じて測定した。



1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, **(d) FC-T2**, e. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : $69 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ -(Pt/C)
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類 (HClO_4)、濃度 (0.1M)
6. 電解液量と温度: 液量 (200 mL), 温度 (25°C)
7. ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, **(b) 水素脱離波**, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
8. 電位走査速度: 20 mV s^{-1}
9. 対極 (○印) : **(a) Pt板**, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : **(a) RHE**, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60°C , b. 60°C 以外で評価した場合の温度 (25°C)
4. 電極回転速度: **400~3600 rpmの範囲で5種類の速度)**
5. 電位走査速度: 10 mV s^{-1}

FCCJが提案した評価方法プロトコルに準じた場合には、該当する箇所にその事を記述してください。



1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度:

@0.85 V; 952 A g⁻¹-Pt, 1372 μA cm⁻²-Pt

@0.90 V; 223A g⁻¹-Pt, 321 μA cm⁻²-Pt

2. 縦軸: j^1 / A^{-1} が望ましい

3. 横軸: $\omega^{-1/2} / (\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい

4. 電流値評価: a. カソード電位走査時,

(b) アノード電位走査時,

c. その他()

参照触媒の EXAFS 解析

1. 実験条件

・評価した触媒

Table 1 に評価した電極触媒のリストを示す。Table 1 中の分析値は、サンプル供給いただいたメーカーより提供されたデータである。

Table 1. 解析した各触媒の特性

メーカー	触媒名	C wt%	Pt wt%	Co wt%	C担体	触媒比表面積 (m ² /g)	金属比表面積 (m ² /g-Pt)	Pt 粒径 (Å)
石福金属興業	FC-I1	60.6	30.4	0	バルカン XC72R	120	58.6	—
石福金属興業	FC-I2	60.5	39.5	0	ケッチェンブラック EC300J	406	89.2	—
石福金属興業	FC-I3	52	42.5	5.5	ケッチェンブラック EC300J	340	34.2	—
田中貴金属工業	TEC10E50E-HT	49.2	50.8	0	ケッチェンブラック EC300J	376	36.5	48
ジョンソンマッセイ	Hi-SPEC4000	60	40	0	カーボンブラック	—	66	32

・実験内容

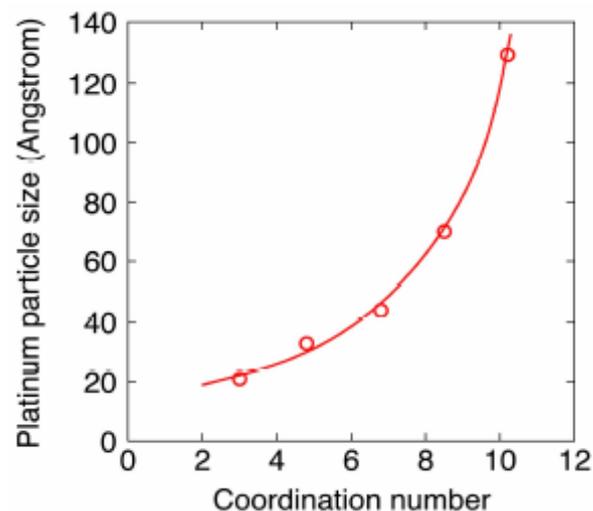
高エネ研（つくば市大穂）のビームライン 7C, 9C, 12C で得られる放射光 X 線を用いて、Pt L₃ 吸収端および Co K 吸収端 XAFS (X 線吸収微細構造) スペクトル測定を行なった。データ解析は XDAP バージョン 2.2.7 (XAFS Services International, The Netherlands) を用いて行なった。カーブフィット解析には、Pt 金属, PtO₂, Co 金属, CoO についての EXAFS スペクトルから抽出したパラメーターおよび ab initio 計算ソフトウェア FEFF バージョン 8.4 を用いて CoPt₃ クラスタから理論的に得たパラメーターを用いた。詳細は文献 1 に記した。

2. 実験結果

Table 2. EXAFS 解析と各触媒の特性の比較

	結合	N	$\Delta\sigma^2$ (\AA^2)	R (\AA)	ΔE_0 (eV)	goodness of fit	EXAFS より見積もった白金粒径 (\AA)
FC-I1	Pt-Pt	8.36 (± 0.40)	0.00204 (± 0.00020)	2.777 (± 0.001)	-3.27 (± 0.12)	135630	66
	Pt-O	3.55 (± 1.27)	0.00623 (± 0.00442)	1.957 (± 0.002)	8.94 (± 0.31)		
FC-I2	Pt-Pt	6.57 (± 0.23)	0.00376 (± 0.00165)	2.775 (± 0.001)	-4.51 (± 1.19)	458050	45
	Pt-O	4.15 (± 0.72)	0.00990 (± 0.00220)	1.991 (± 0.000)	0.17 (± 0.53)		
FC-I3	Pt-Pt	10.91	0.00464 (± 0.00464)	2.775	-16.09 (± 1.91)	42017	>102
	Pt-Co	4.38 (± 2.50)	-0.00122	2.664	-16.0		
	Co-Co	0.84	-0.00113 (± 0.00171)	2.54 (± 0.09)	30.84 (± 24.65)	6498	
	Co-Pt	1.08 (± 0.43)	-0.00724 (± 0.00222)	2.641	9.1 (± 6.3)		
	Co-O	1.89 (± 0.31)	0.00014 (± 0.00121)	2.131	-22.07 (± 0.29)		
TEC10E50E-HT	Pt-Pt	8.6 (± 0.1)	0.00101 (± 0.00005)	2.789 (± 0.001)	-4.98 (± 0.26)	1238700	79
	Pt-O	0.8 (± 0.1)	-0.00074 (± 0.00090)	1.86 (± 0.01)	22.53 (± 1.63)		
HiSPEC4000	Pt-Pt	8.19 (± 0.74)	0.0026 (± 0.0005)	2.79 (± 0.00)	-4.74 (± 0.11)	1434000	63
	Pt-O	2.74 (± 0.21)	0.00341 (± 0.00073)	1.893 (± 0.006)	14.88 (± 1.73)		

Table 2 に各参照電極触媒についての Pt L_3 吸収端および Co K 吸収端 EXAFS 解析結果をまとめた。統計的にデータ処理し、得られた代表値についての標準偏差を括弧内に示した。電極触媒で鍵となる金属比表面積（金属粒径）を見積るために文献 2 で報告されている配位数と Pt 粒径との関係を Figure 1 に示す。



配位数 N	粒径 (Å)
3.0	21
4.8	33
6.8	44
8.5	70
10.2	129

Figure 1. EXAFS より得た配位数と Pt 粒径との関係（文献 2）

この関係より、今回標準電極触媒について Table 2 にまとめた EXAFS 解析結果を基に金属粒径を見積った。その結果も Table 2 に示した。

3. 考察

XAFS 解析により得た Pt-Pt 結合を基に各触媒の粒径を比較すると、小さい方から順に

FC-I2 (45 Å) < HiSPEC4000 (63 Å) < FC-II (66 Å) < TEC10E50E-HT (79 Å) < FC-I3 (102 Å 以上)

となった。これはメーカーからご提供いただいた Table 1 の金属比表面積の大きい順

FC-I2 (89.2 m²/g-Pt) > HiSPEC4000 (66 m²/g-Pt) > FC-II (58.6 m²/g-Pt) > TEC10E50E-HT (36.5 m²/g-Pt) > FC-I3 (34.2 m²/g-Pt)

と一致した。Table 1 の触媒比表面積の大きい順は

FC-I2 (406 m²/g) > TEC10E50E-HT (376 m²/g) > FC-I3 (340 m²/g) >> FC-II (120 m²/g)

となり、FC-II のみがほかの触媒とは違う傾向を示した。白金前駆体からの表面固定化（含浸、液相還元等）法や炭素担体表面の性質の違いによるものと推定する。

次に、EXAFS により得た Pt-O 結合の配位数をみると、Pt 粒径が小さい触媒ほど Pt-O 配位数は大きい傾向が明らかである（Table 1）。今回の評価はメーカーより得た電極触媒についてそのままスペクトル測定しているが、EXAFS によれば、白金ナノ粒子表面が酸化されている程度を各処理・反応条件で見ることができる。

最後に Pt-Co 合金触媒についての解析結果では、Pt を吸収端とするスペクトルでの Pt-Co 結合、Co を吸収端とするスペクトルでの Co-Pt 結合が有意に存在した。原理上、同一の触媒試料について、Pt の含有率 (42.5 %) × Pt-Co 結合についての配位数 (4.38±2.50) = Co の含有率 (5.5 %) × Co-Pt 結合についての配位数 (1.08±0.43)、の関係が成り立つはずだが、今回の解析結果は解析時の統計的誤差を考慮しても成り立たなかった。理由は不明であるが、理論パラメーターを用いた際のデバイ温度の見積りが外れ、Pt-Co 結合についての配位数を多めに評価してしまった可能性があり、合金電極触媒については標準合金についても XAFS 測定を行ない、データの検証を行なうことが望ましい。

文献

1. K. Oka, Y. Shibata, T. Itoi, Y. Izumi, *J. Phys. Chem. C* **2010**, *114*(2), 1260 – 1267.
2. B. J. Kip, F. B. M. Duivenvoorden, D. C. Koningsberger, R. Prins, *J. Catal.* **1987**, *105*, 26 – 38.

評価条件

1. 酸の純度等：メーカー（和光純薬工業株式会社）
2. 水の純度等：メーカーまたは製造機等（YAMATO科学），純度（ $18.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ ）
3. 洗ビンの容器の材質：（ ）
4. 電解槽および電気化学測定装置名等：（ALS Electrochemical Analyzer 760C, NIKKO KEISOKU RDE）
5. 電解槽の容積：150 mL
6. 電解槽の洗浄方法：（硝酸で煮沸洗浄後、超純水で煮沸洗浄）
7. 回転電極の電極部の大きさ：直径（6 mm）
8. 試験電極作製法：a. GC電極上にイオノマーと触媒の混合物を載せる，b. GC電極上に触媒を載せた上にイオノマーを滴下，c. その他（ ）
9. 回転電極の試験電極部：Pt/C担持量（ $17.3 \mu\text{g cm}^{-2}$ ），イオノマー担持量（ $0.185 \mu\text{L cm}^{-2}$ ）
10. GC電極上への触媒担持方法（一回で担持、数度に分けて担持、その他の工夫などを簡潔に記述願います）：
（ヘキサノールを触媒分散溶液に用いて、一回で担持）
11. 試験電極作製時の加熱温度と時間：室温、一晚放置
12. ORR特性評価における電解液中での電極の前処理：
（0.005Vから1.0Vまでを50サイクル。掃引速度100mV/sec）
13. ORR評価測定前酸素吹込時間：10 min
14. ORR評価中の酸素吹込状況：a. 電解液中に吹き込み，b. 液上部流通 c. 停止，d. その他
（ ）
15. 特記事項：

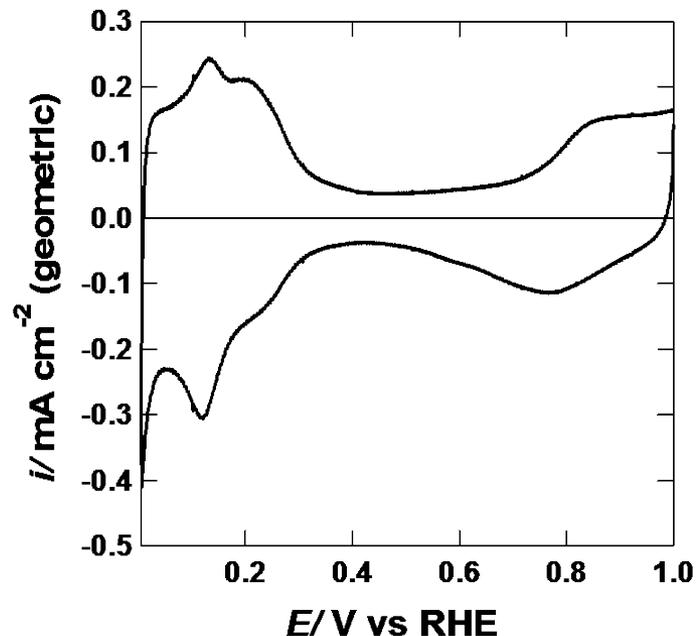


Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

1. 触媒 : FC-T2 (TEG10E50E)
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : $26.2 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ -(Pt/C)
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類(HClO₄)、濃度(1M)
6. 電解液量と温度: 液量(150 mL), 温度(25 °C)
7. ECSA の評価法(○印) : a. 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他(aとbの平均)
8. 電位走査速度: 50 mV s^{-1}
9. 対極(○印) : a. Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極(○印) : a. RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

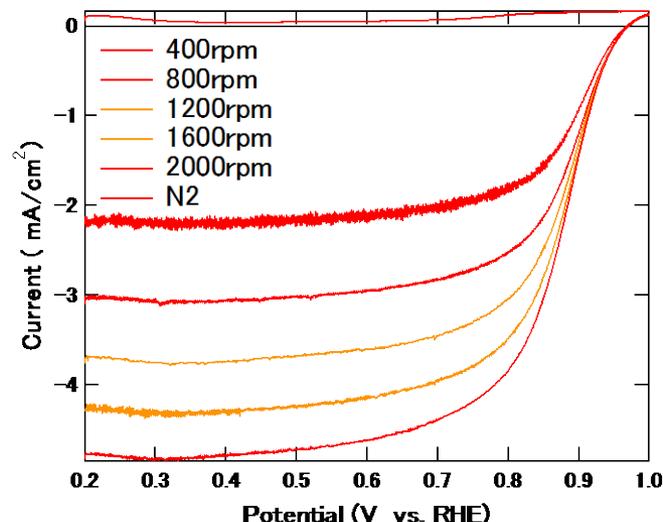


Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度(○印) : a. 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度(25 °C)
4. 電極回転速度: 任意(例えば500~3000 rpmの範囲で6種類の速度)

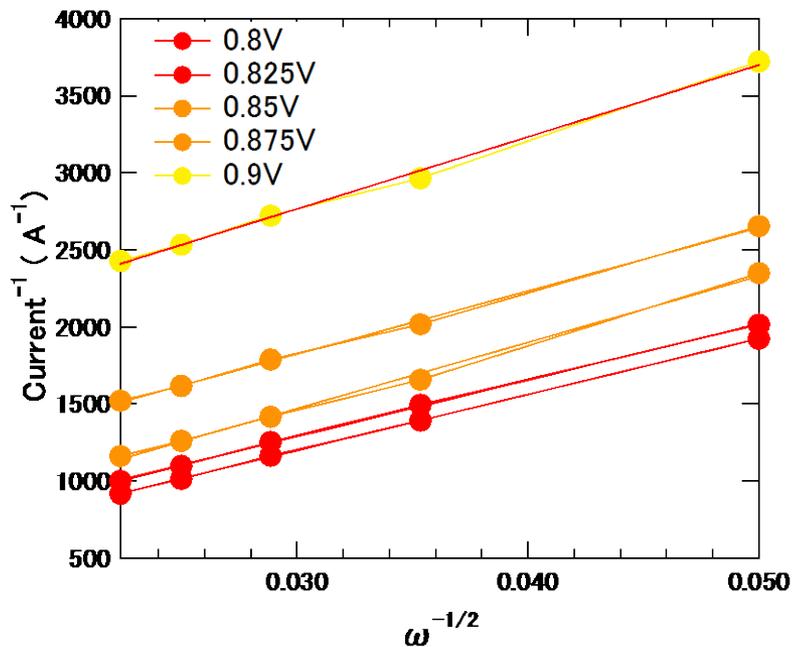


Fig.3 Koutecky-Levich プロット

(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)

1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度:
@0.85 V; **578.2 A g⁻¹-Pt, 948 μ A cm⁻²-Pt**
@0.90 V; **149 A g⁻¹-Pt, 245 μ A cm⁻²-Pt**
(再現性をみるため複数の結果を場合には
数値を列挙)
2. 縦軸: j^1/A^{-1} が望ましい
3. 横軸: $\omega^{-1/2}/(\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
4. 電流値評価: a. カソード電位走査時,
b. **アノード電位走査時,**
c. その他()

結果、実験方法、評価方法などについて何か付記すべき事項がございましたら、ここに、図、表、写真、文章等で記載してください。次ページにわたってもかまいません。

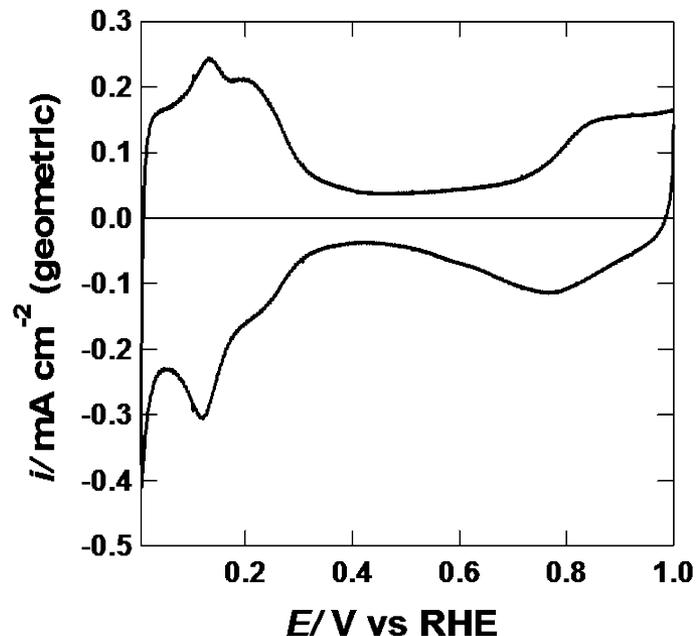


Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

1. 触媒 : FC-T2 (TEC10E50E)
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : $25.4 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ -(Pt/C)
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類(HClO_4)、濃度(1M)
6. 電解液量と温度: 液量(150 mL), 温度(25 °C)
7. ECSA の評価法(○印) : a. 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他(aとbの平均)
8. 電位走査速度: 50 mV s^{-1}
9. 対極(○印) : a. Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極(○印) : a. RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

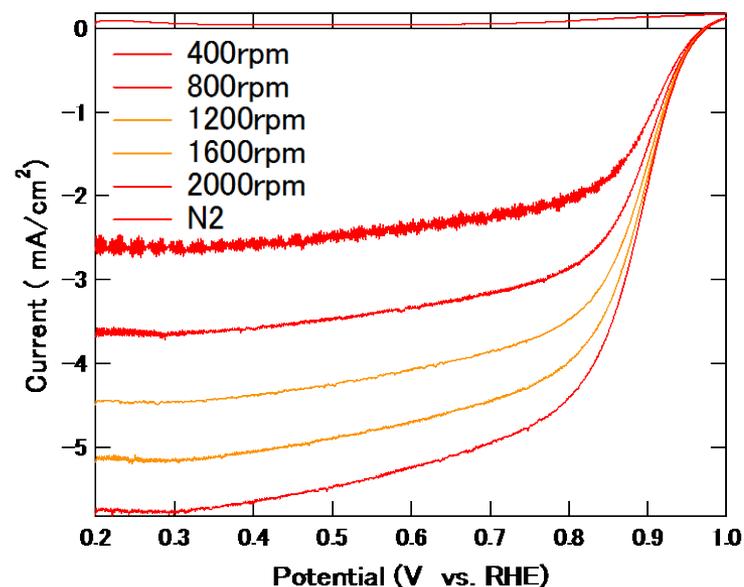


Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度(○印) : a. 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度(25 °C)
4. 電極回転速度: 任意(例えば500~3000 rpmの範囲で6種類の速度)

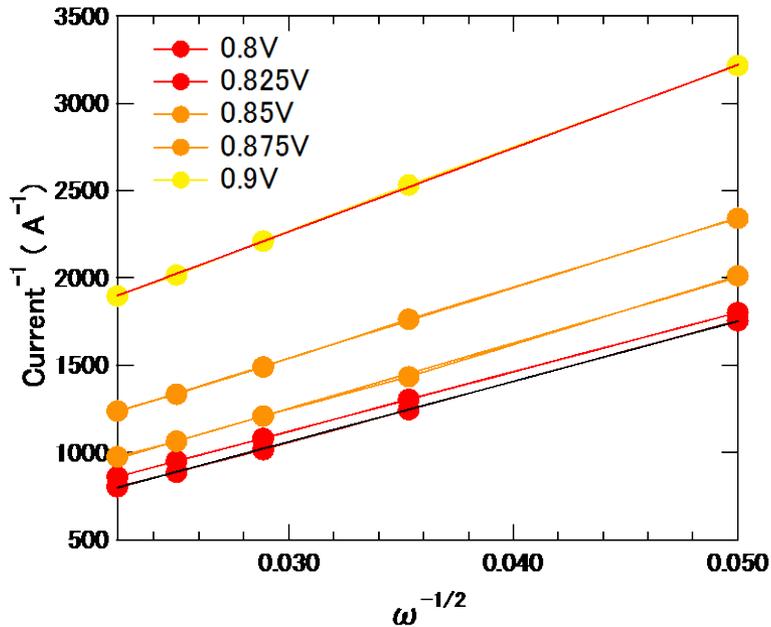


Fig.3 Koutecky-Levich プロット

(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)

1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける活性化支配電流密度:
 @0.85 V; $392.9 \text{ A g}^{-1}\text{-Pt}$, $666 \mu \text{ A cm}^{-2}\text{-Pt}$
 @0.90 V; $76.1 \text{ A g}^{-1}\text{-Pt}$, $129 \mu \text{ A cm}^{-2}\text{-Pt}$
 (再現性をみるため複数の結果を場合には数値を列挙)
2. 縦軸: j^1/A^{-1} が望ましい
3. 横軸: $\omega^{-1/2}/(\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
4. 電流値評価: a. カソード電位走査時,
 b. アノード電位走査時,
 c. その他()

結果、実験方法、評価方法などについて何か付記すべき事項がございましたら、ここに、図、表、写真、文章等で記載してください。次ページにわたってもかまいません。

評価条件

1. 酸の純度等：メーカー（和光純薬工業株式会社）
2. 水の純度等：メーカーまたは製造機等（YAMATO科学），純度（ $18.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ ）
3. 洗ビンの容器の材質：（ ）
4. 電解槽および電気化学測定装置名等：（ALS Electrochemical Analyzer 760C, NIKKO KEISOKU RDE）
5. 電解槽の容積：150 mL
6. 電解槽の洗浄方法：（硝酸で煮沸洗浄後、超純水で煮沸洗浄）
7. 回転電極の電極部の大きさ：直径（6 mm）
8. 試験電極作製法：a. GC電極上にイオノマーと触媒の混合物を載せる, b. GC電極上に触媒を載せた上にイオノマーを滴下, c. その他（GC電極上に触媒のみ載せる）
9. 回転電極の試験電極部：Pt/C担持量（ $12.9 \mu\text{g cm}^{-2}$ ），イオノマー担持量（ $0 \mu\text{L cm}^{-2}$ ）
10. GC電極上への触媒担持方法（一回で担持、数度に分けて担持、その他の工夫などを簡潔に記述願います）：
（ヘキサノールを触媒分散溶液に用いて、一回で担持）
11. 試験電極作製時の加熱温度と時間：室温、一晚放置
12. ORR特性評価における電解液中での電極の前処理：
（0.005Vから1.0Vまでを50サイクル。掃引速度100mV/sec）
13. ORR評価測定前酸素吹込時間：10 min
14. ORR評価中の酸素吹込状況：a. 電解液中に吹き込み, **b. 液上部流通** c. 停止, d. その他
（ ）
15. 特記事項：

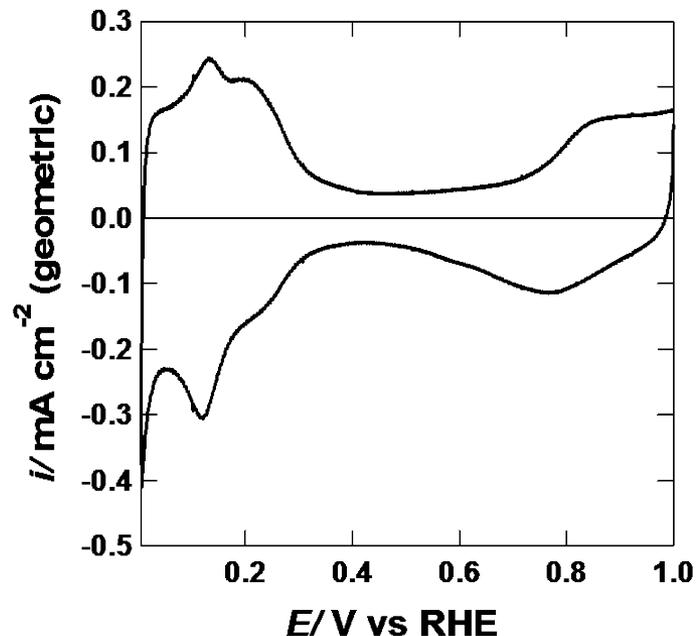


Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

1. 触媒 : FC-T2 (TEC10E50E)
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : **33.6** $\text{m}^2 \text{g}^{-1}$ -(Pt/C)
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類(HClO_4)、濃度(1M)
6. 電解液量と温度: 液量(**150 mL**), 温度(**25 °C**)
7. ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. **その他** (aとbの平均)
8. 電位走査速度: **50** mV s^{-1}
9. 対極 (○印) : a. Pt板, **b. Pt線**, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : **a. RHE**, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

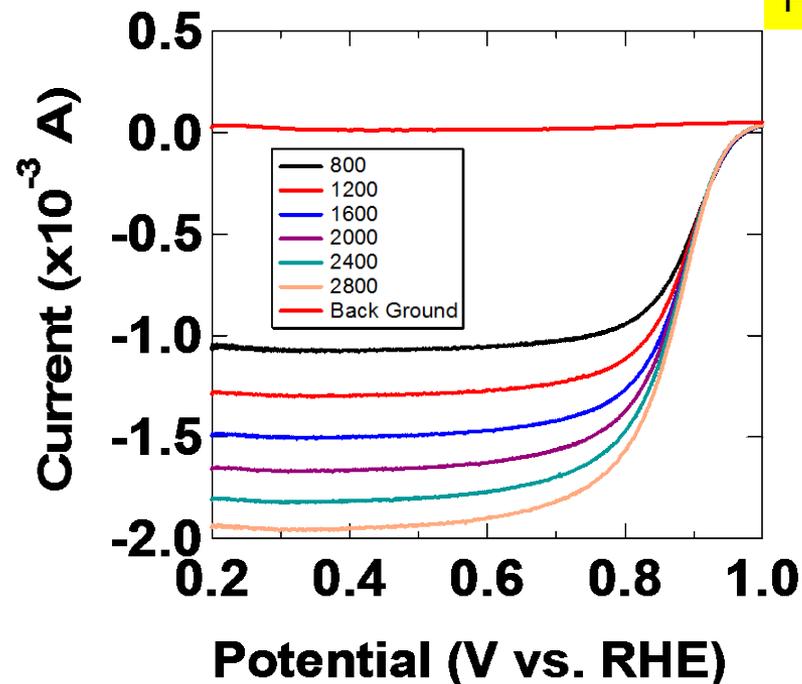


Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度 (**25 °C**)
4. 電極回転速度: 任意 (例えば500~3000 rpmの範囲で6種類の速度)

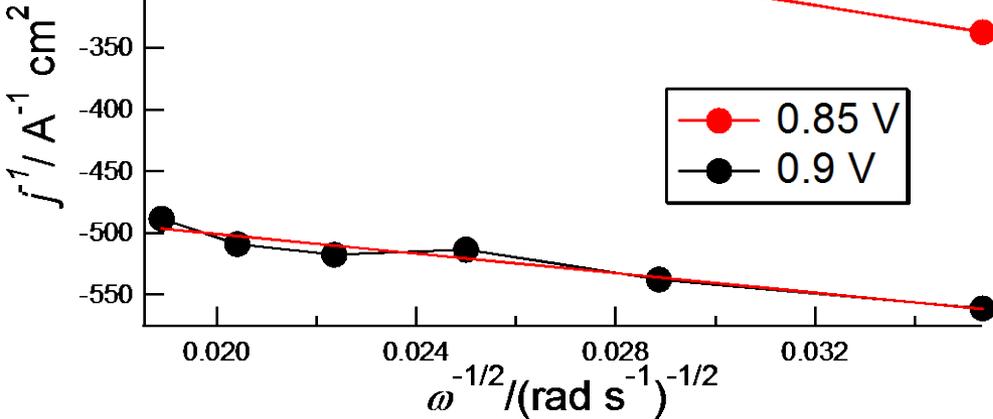


Fig.3 Koutecky-Levich プロット

(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)

- 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度:
@0.85 V; 441.4 A g⁻¹-Pt, 604 μA cm⁻²-Pt
@0.90 V; 113.2 A g⁻¹-Pt, 155 μA cm⁻²-Pt
(再現性をみるため複数の結果を場合には
数値を列挙)
- 縦軸: j^{-1} / A^{-1} が望ましい
- 横軸: $\omega^{-1/2} / (\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
- 電流値評価: a. カソード電位走査時,
b. アノード電位走査時,
c. その他()

結果、実験方法、評価方法などについて何か付記すべき事項がございましたら、ここに、図、表、写真、文章等で記載してください。次ページにわたってもかまいません。

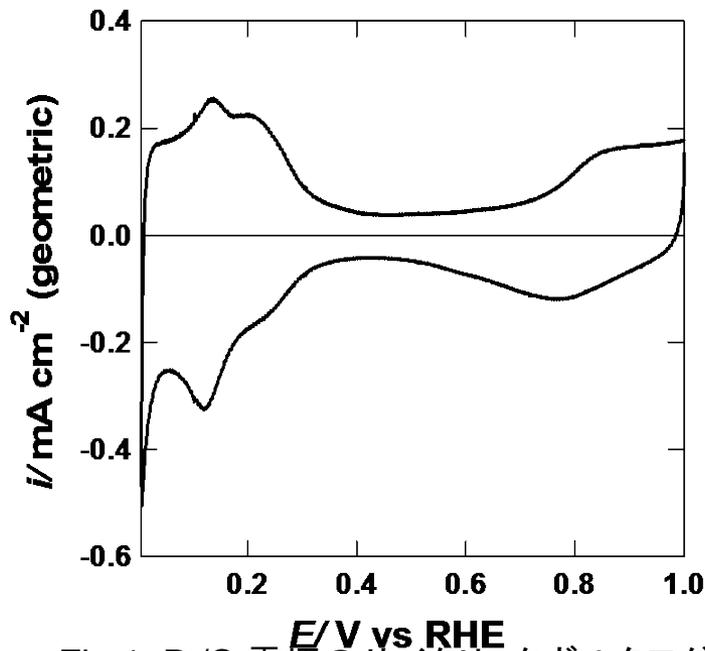


Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

1. 触媒 : FC-T2 (TEC10E50E)
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : $32.1 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ (Pt/C)
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類(HClO₄)、濃度(1M)
6. 電解液量と温度: 液量(150 mL), 温度(25 °C)
7. ECSA の評価法(○印) : a. 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他(aとbの平均)
8. 電位走査速度: 50 mV s^{-1}
9. 対極(○印) : a. Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極(○印) : a. RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

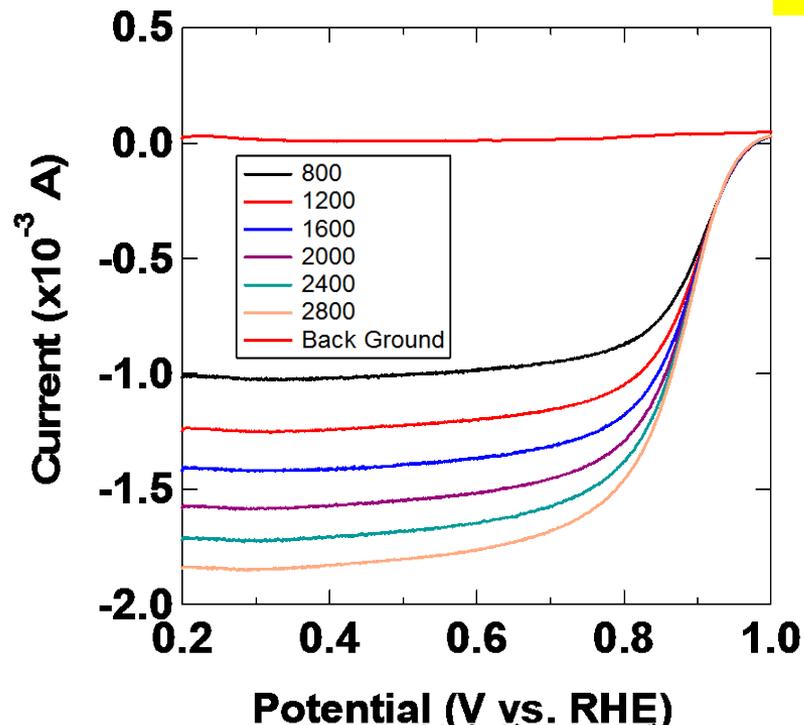


Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度(○印) : a. 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度(25 °C)
4. 電極回転速度: 任意(例えば500~3000 rpmの範囲で6種類の速度)

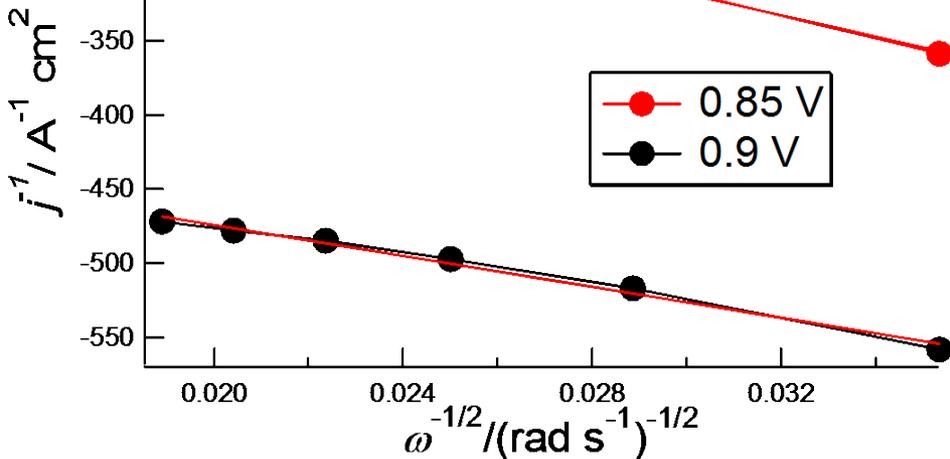


Fig.3 Koutecky-Levich プロット
(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)

1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける活性化支配電流密度:
 @0.85 V; 490.4 A g⁻¹-Pt, 702 μA cm⁻²-Pt
 @0.90 V; 123.6 A g⁻¹-Pt, 177 μA cm⁻²-Pt
 (再現性をみるため複数の結果を場合には数値を列挙)
2. 縦軸: j^{-1} / A^{-1} が望ましい
3. 横軸: $\omega^{-1/2} / (\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
4. 電流値評価: a. カソード電位走査時,
 b. アノード電位走査時,
 c. その他()

結果、実験方法、評価方法などについて何か付記すべき事項がございましたら、ここに、図、表、写真、文章等で記載してください。次ページにわたってもかまいません。

評価条件

1. 酸の純度等：メーカー（和光純薬工業株式会社）
2. 水の純度等：メーカーまたは製造機等（YAMATO科学），純度（ $18.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ ）
3. 洗ビンの容器の材質：（ ）
4. 電解槽および電気化学測定装置名等：（ALS Electrochemical Analyzer 760C, NIKKO KEISOKU RDE）
5. 電解槽の容積：150 mL
6. 電解槽の洗浄方法：（硝酸で煮沸洗浄後、超純水で煮沸洗浄）
7. 回転電極の電極部の大きさ：直径（6 mm）
8. 試験電極作製法：a. GC電極上にイオノマーと触媒の混合物を載せる, b. GC電極上に触媒を載せた上にイオノマーを滴下, c. その他（GC電極上に触媒のみ載せる）
9. 回転電極の試験電極部：Pt/C担持量（ $8.57 \mu\text{g cm}^{-2}$ ），イオノマー担持量（ $0 \mu\text{L cm}^{-2}$ ）
10. GC電極上への触媒担持方法（一回で担持、数度に分けて担持、その他の工夫などを簡潔に記述願います）：
（ヘキサノールを触媒分散溶液に用いて、一回で担持）
11. 試験電極作製時の加熱温度と時間：室温、一晚放置
12. ORR特性評価における電解液中での電極の前処理：
（0.005Vから1.0Vまでを50サイクル。掃引速度100mV/sec）
13. ORR評価測定前酸素吹込時間：10 min
14. ORR評価中の酸素吹込状況：a. 電解液中に吹き込み, **b. 液上部流通** c. 停止, d. その他
（ ）
15. 特記事項：

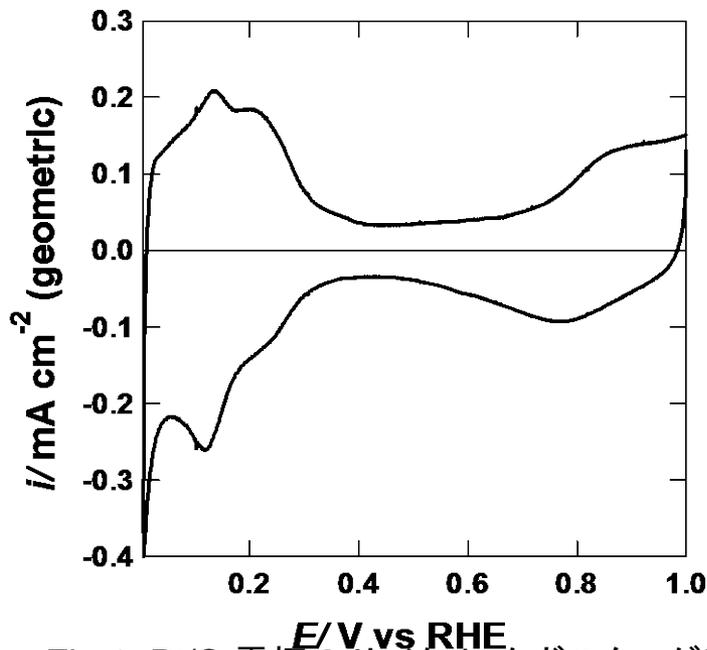


Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

1. 触媒 : FC-T2 (TEC10E50E)
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : $39.9 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ (Pt/C)
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類(HClO₄), 濃度(1M)
6. 電解液量と温度: 液量(150 mL), 温度(25 °C)
7. ECSA の評価法(○印) : a. 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他(aとbの平均)
8. 電位走査速度: 50 mV s^{-1}
9. 対極(○印) : a. Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極(○印) : a. RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

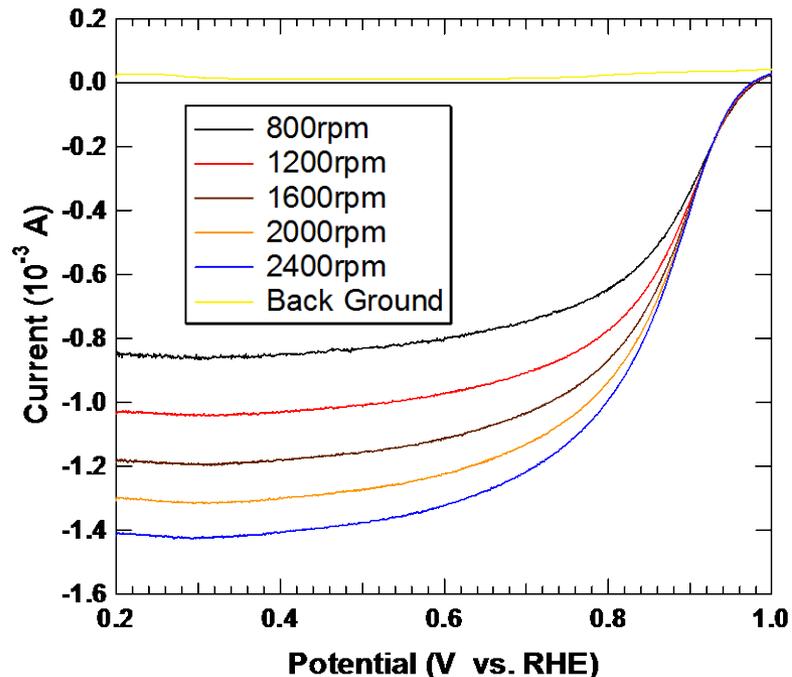


Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度(○印) : a. 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度(25 °C)
4. 電極回転速度: 任意(例えば500~3000 rpmの範囲で6種類の速度)

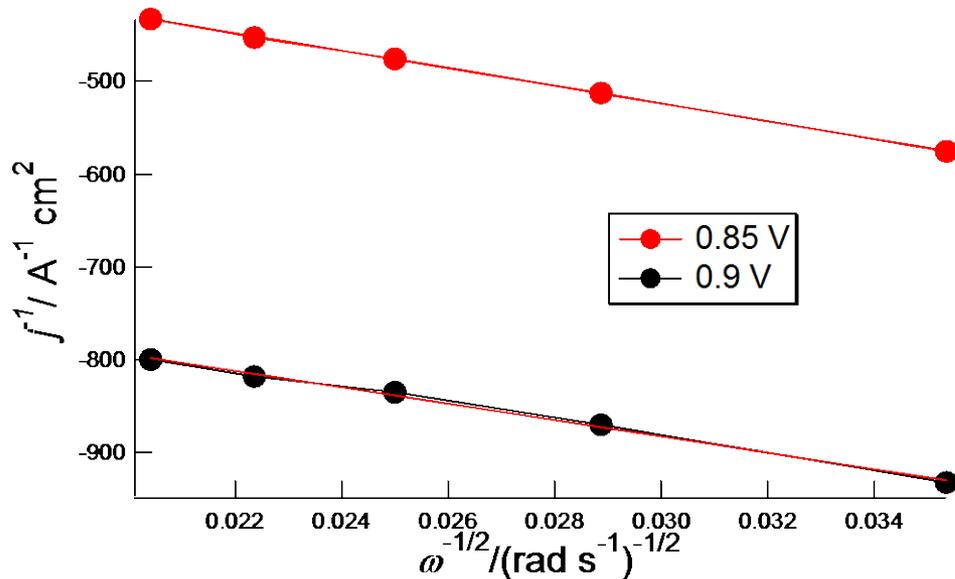


Fig.3 Koutecky-Levich プロット
(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)

- 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度:
@0.85 V; 447.7 A g⁻¹-Pt, 515.1 A cm⁻²-Pt
@0.90 V; 141.5 A g⁻¹-Pt, 162.8 A cm⁻²-Pt
(再現性をみるため複数の結果を場合には
数値を列挙)
- 縦軸: j^{-1} / A^{-1} が望ましい
- 横軸: $\omega^{-1/2} / (\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
- 電流値評価: a. カソード電位走査時,
b. アノード電位走査時,
c. その他()

結果、実験方法、評価方法などについて何か付記すべき事項がございましたら、ここに、図、表、写真、文章等で記載してください。次ページにわたってもかまいません。

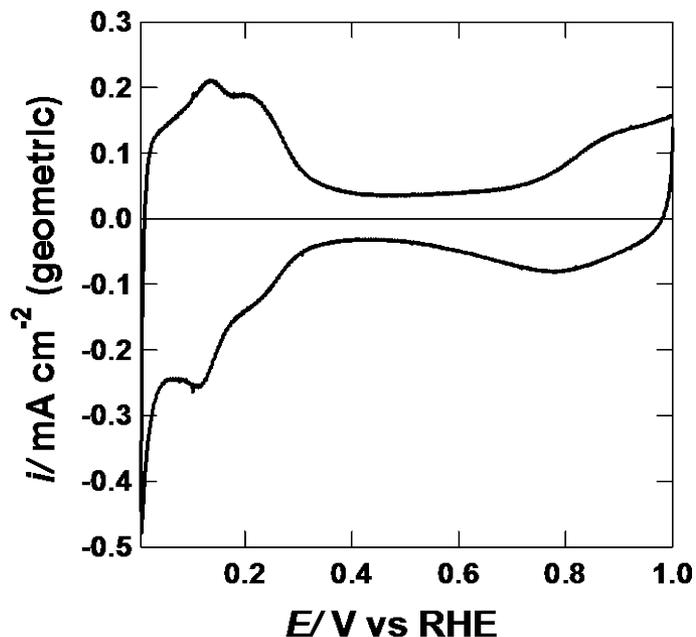


Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

1. 触媒 : FC-T2 (TEC10E50E)
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : $39.1 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ (Pt/C)
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類(HClO₄), 濃度(1M)
6. 電解液量と温度: 液量(150 mL), 温度(25 °C)
7. ECSA の評価法(○印): a. 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他(aとbの平均)
8. 電位走査速度: 50 mV s^{-1}
9. 対極(○印): a. Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極(○印): a. RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

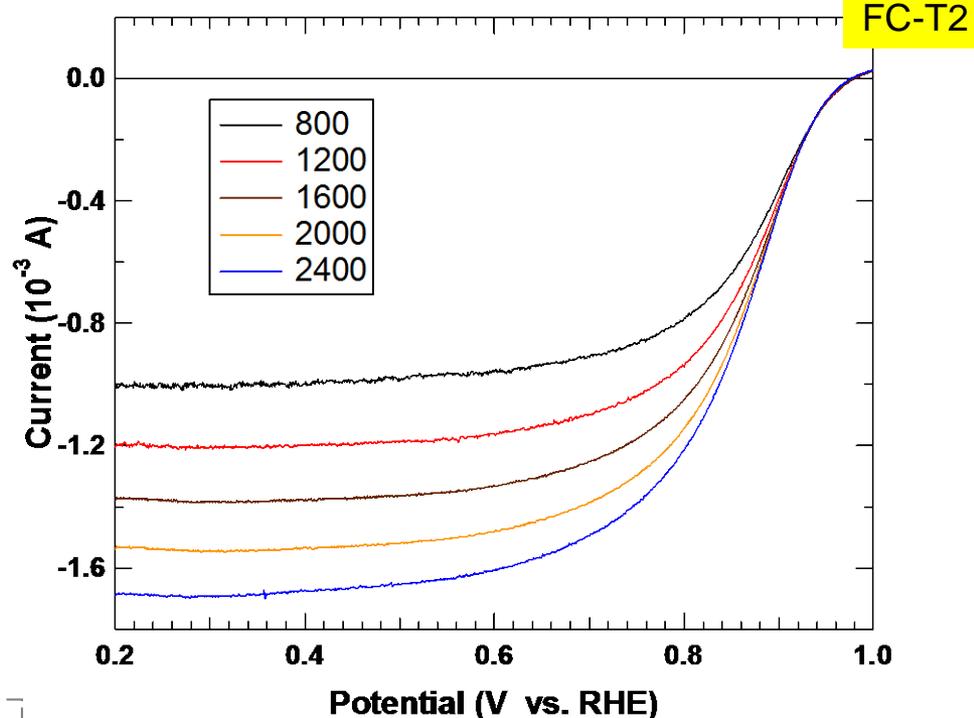


Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度(○印): a. 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度(25 °C)
4. 電極回転速度: 任意(例えば500~3000 rpmの範囲で6種類の速度)

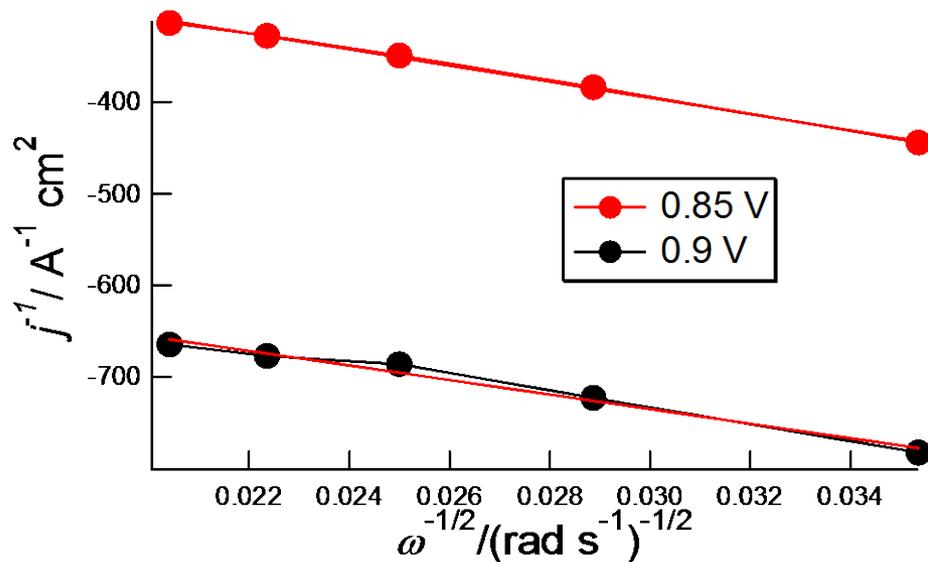


Fig.3 Koutecky-Levich プロット
(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)

- 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける活性化支配電流密度:
 @0.85 V; 543.1 A g⁻¹-Pt, 637 A cm⁻²-Pt
 @0.90 V; 144.4 A g⁻¹-Pt, 169.6 A cm⁻²-Pt
 (再現性をみるため複数の結果を場合には数値を列挙)
- 縦軸: j^{-1} / A^{-1} が望ましい
- 横軸: $\omega^{-1/2} / (\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
- 電流値評価: a. カソード電位走査時,
 b. アノード電位走査時,
 c. その他()

結果、実験方法、評価方法などについて何か付記すべき事項がございましたら、ここに、図、表、写真、文章等で記載してください。次ページにわたってもかまいません。

評価条件

1. 酸の純度等：メーカー（和光純薬工業株式会社）
2. 水の純度等：メーカーまたは製造機等（YAMATO科学），純度（ $18.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ ）
3. 洗ビンの容器の材質：（ ）
4. 電解槽および電気化学測定装置名等：（ALS Electrochemical Analyzer 760C, NIKKO KEISOKU RDE）
5. 電解槽の容積：150 mL
6. 電解槽の洗浄方法：（硝酸で煮沸洗浄後、超純水で煮沸洗浄）
7. 回転電極の電極部の大きさ：直径（6 mm）
8. 試験電極作製法：a. GC電極上にイオノマーと触媒の混合物を載せる, b. GC電極上に触媒を載せた上にイオノマーを滴下, c. その他（GC電極上に触媒のみ載せる）
9. 回転電極の試験電極部：Pt/C担持量（ $4.3 \mu\text{g cm}^{-2}$ ），イオノマー担持量（ $0 \mu\text{L cm}^{-2}$ ）
10. GC電極上への触媒担持方法（一回で担持、数度に分けて担持、その他の工夫などを簡潔に記述願います）：
（ヘキサノールを触媒分散溶液に用いて、一回で担持）
11. 試験電極作製時の加熱温度と時間：室温、一晚放置
12. ORR特性評価における電解液中での電極の前処理：
（0.005Vから1.0Vまでを50サイクル。掃引速度100mV/sec）
13. ORR評価測定前酸素吹込時間：10 min
14. ORR評価中の酸素吹込状況：a. 電解液中に吹き込み, **b. 液上部流通** c. 停止, d. その他
（ ）
15. 特記事項：

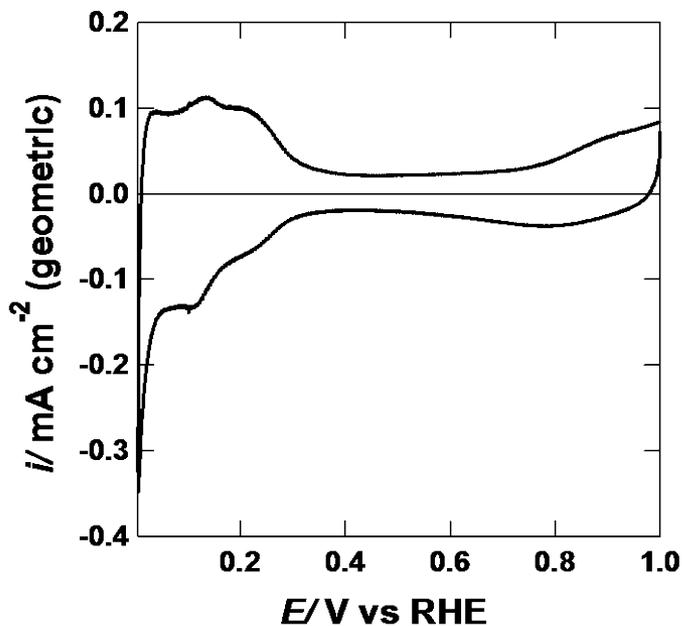


Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

1. 触媒 : FC-T2 (TEC10E50E)
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : $39.7 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ (Pt/C)
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類(HClO₄), 濃度(1M)
6. 電解液量と温度: 液量(150 mL), 温度(25 °C)
7. ECSA の評価法(○印) : a. 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他(aとbの平均)
8. 電位走査速度: 50 mV s^{-1}
9. 対極(○印) : a. Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極(○印) : a. RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

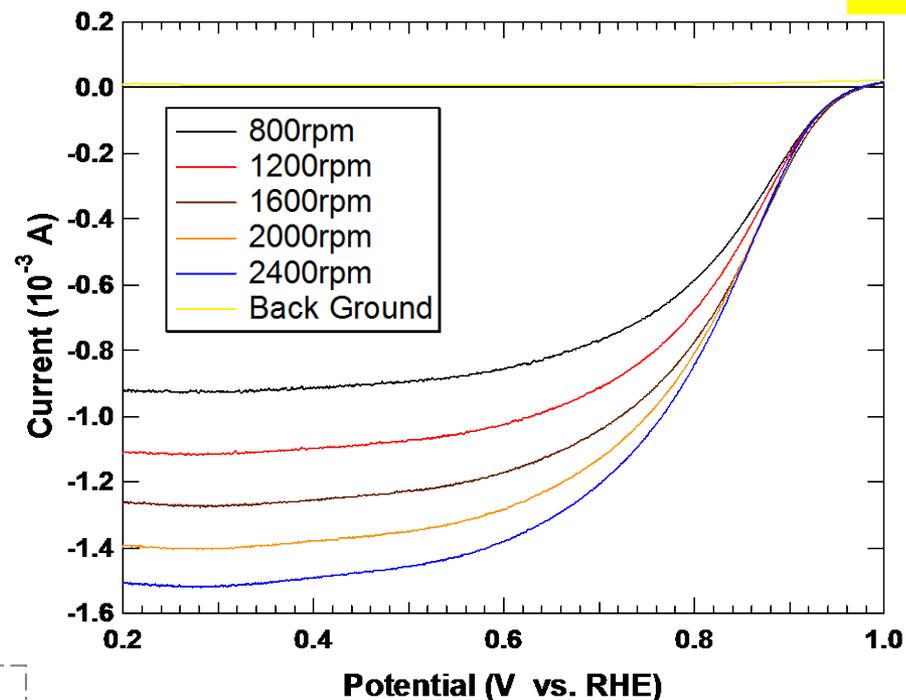


Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度(○印) : a. 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度(25 °C)
4. 電極回転速度: 任意(例えば500~3000 rpmの範囲で6種類の速度)

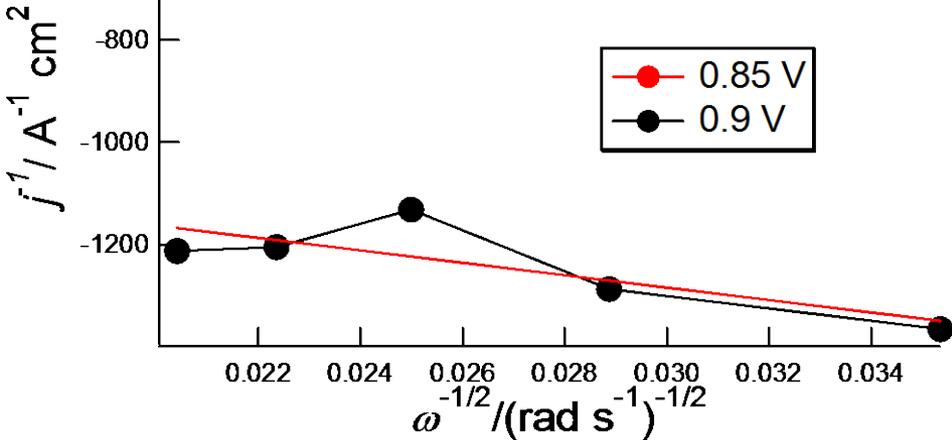


Fig.3 Koutecky-Levich プロット
(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)

- 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける活性化支配電流密度:
@0.85 V; 525.9 A g⁻¹-Pt, 608.3 A cm⁻²-Pt
@0.90 V; 155.7 A g⁻¹-Pt, 180.1 A cm⁻²-Pt
(再現性をみるため複数の結果を場合には数値を列挙)
- 縦軸: j^{-1} / A^{-1} が望ましい
- 横軸: $\omega^{-1/2} / (\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
- 電流値評価: a. カソード電位走査時,
b. アノード電位走査時,
c. その他()

結果、実験方法、評価方法などについて何か付記すべき事項がございましたら、ここに、図、表、写真、文章等で記載してください。次ページにわたってもかまいません。

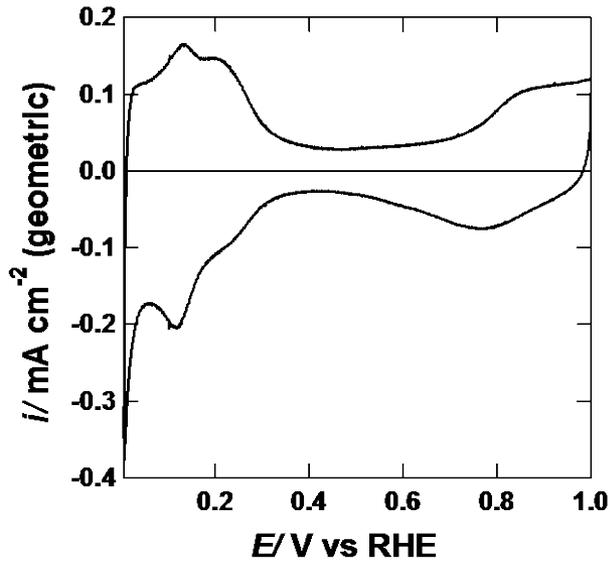


Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

1. 触媒 : FC-T2 (TEC10E50E)
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : 44.6 m² g⁻¹ (Pt/C)
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類(HClO₄), 濃度(1M)
6. 電解液量と温度: 液量(150 mL), 温度(25 °C)
7. ECSA の評価法(○印) : a. 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他(aとbの平均)
8. 電位走査速度: 50 mV s⁻¹
9. 対極(○印) : a. Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極(○印) : a. RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

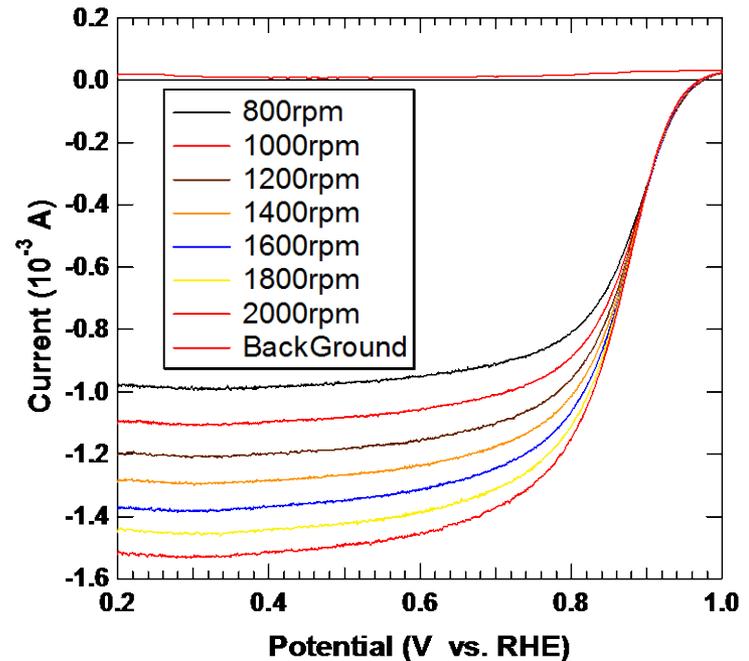


Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度(○印) : a. 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度(25 °C)
4. 電極回転速度: 任意(例えば500~3000 rpmの範囲で6種類の速度)

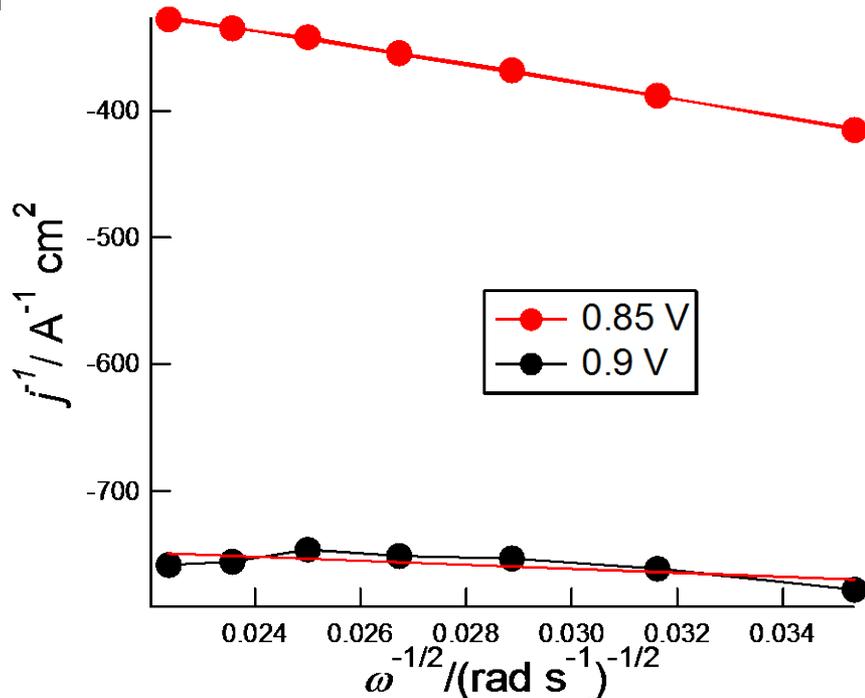


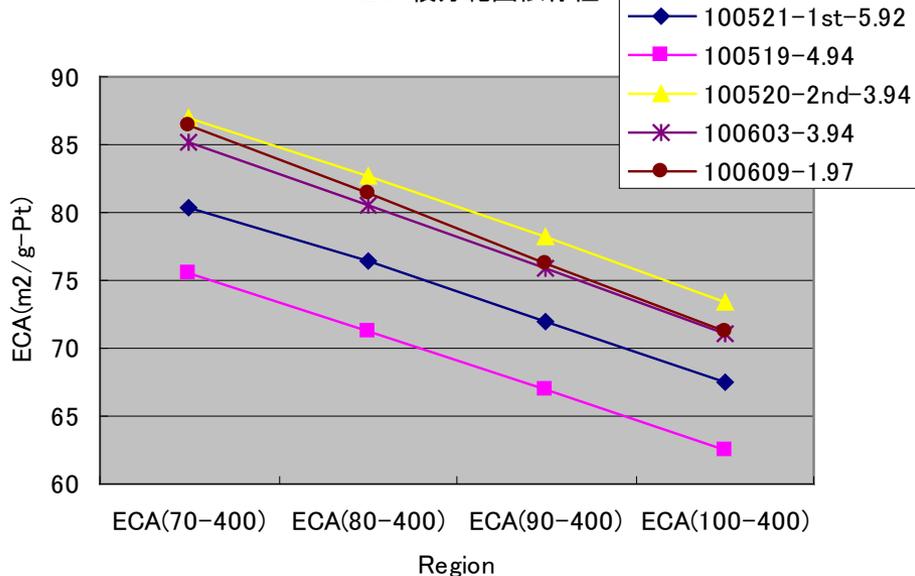
Fig.3 Koutecky-Levich プロット

(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)

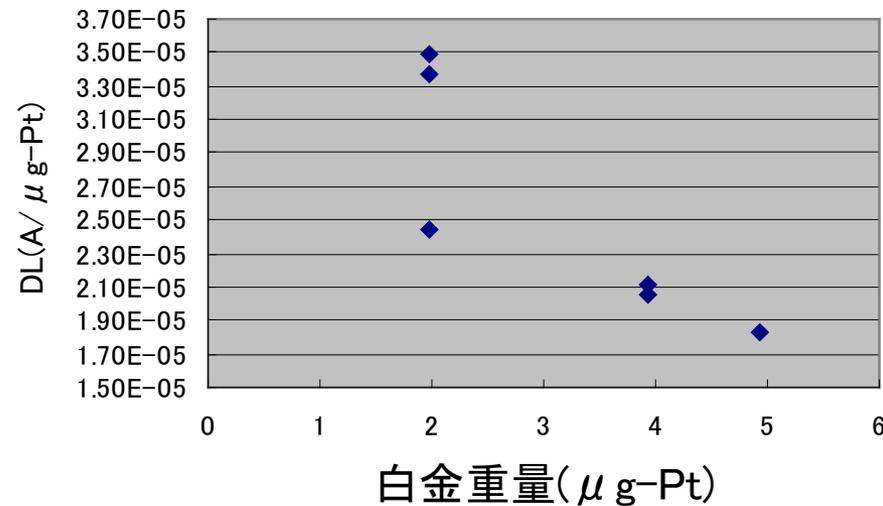
1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度:
@0.85 V; **527.2 A g⁻¹-Pt, 627.7 A cm⁻²-Pt**
@0.90 V; **137.4 A g⁻¹-Pt, 163.6 A cm⁻²-Pt**
(再現性をみるため複数の結果を場合には
数値を列挙)
2. 縦軸: j^{-1} / A^{-1} が望ましい
3. 横軸: $\omega^{-1/2} / (\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
4. 電流値評価: a. カソード電位走査時,
b. **アノード電位走査時,**
c. その他()

結果、実験方法、評価方法などについて何か付記すべき事項がございましたら、ここに、図、表、写真、文章等で記載してください。次ページにわたってもかまいません。

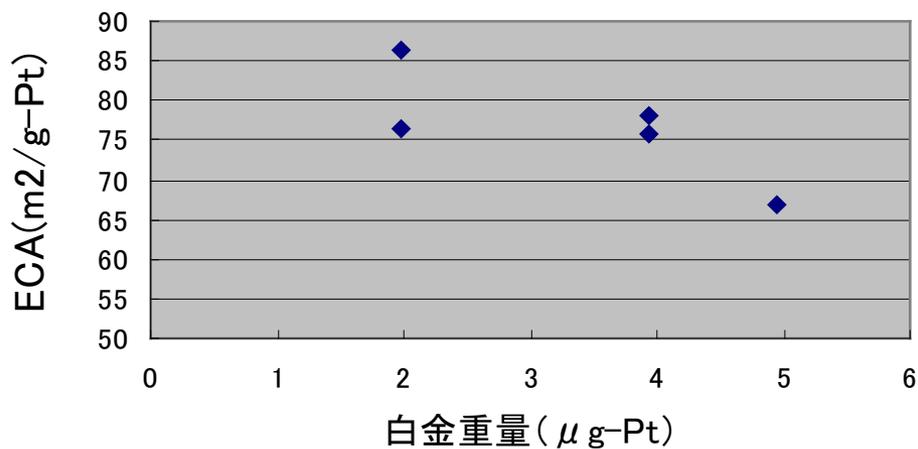
ECA積分範囲依存性



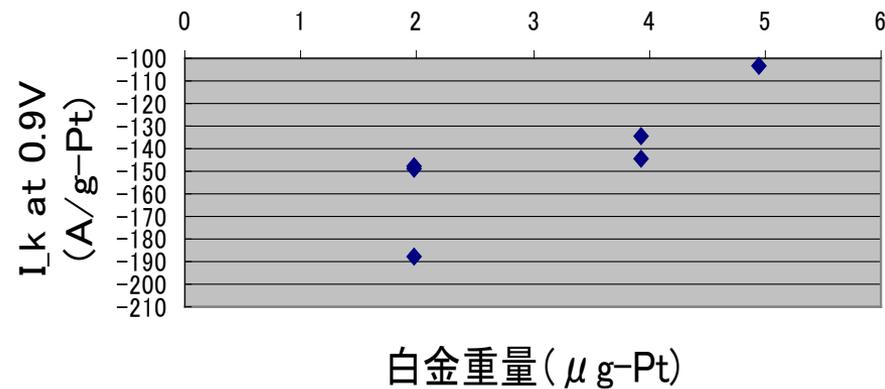
二重層容量の担持量依存性



ECAの白金担持量依存性

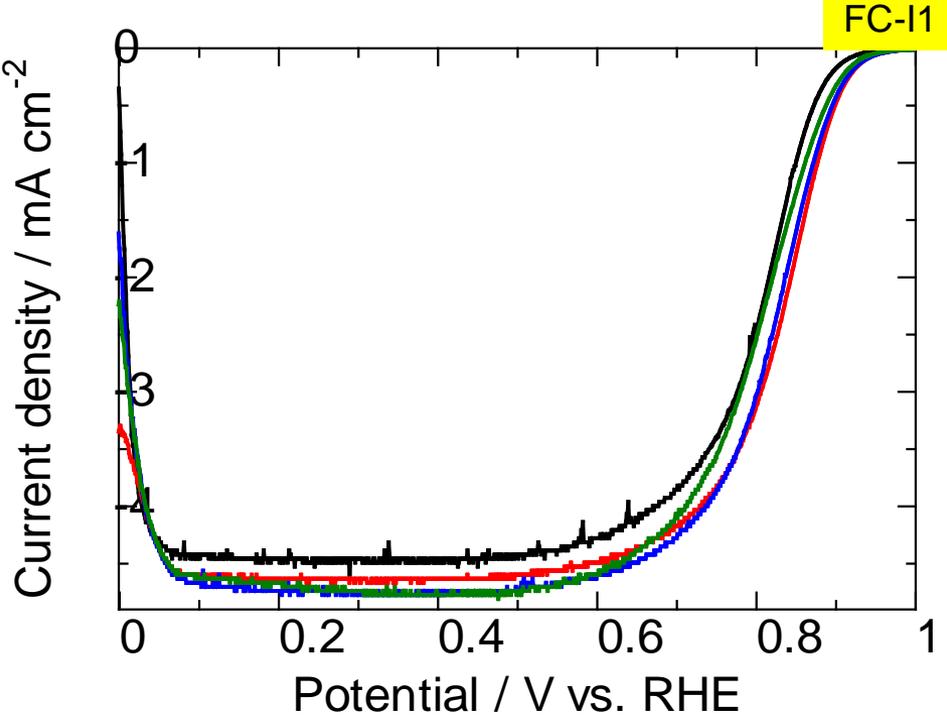
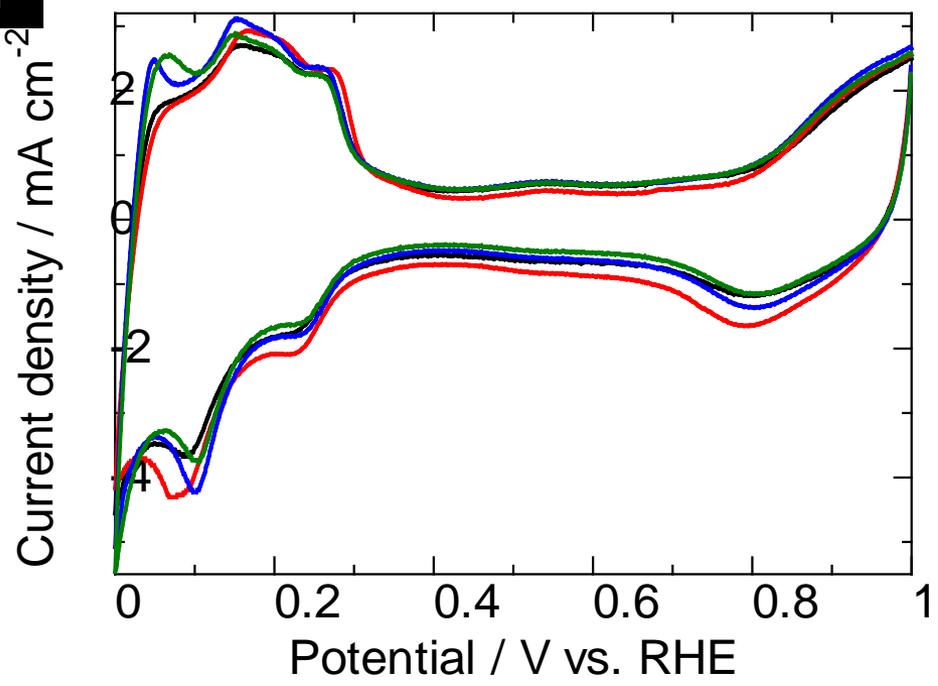


0.9V活性化支配電流の白金担持量依存性



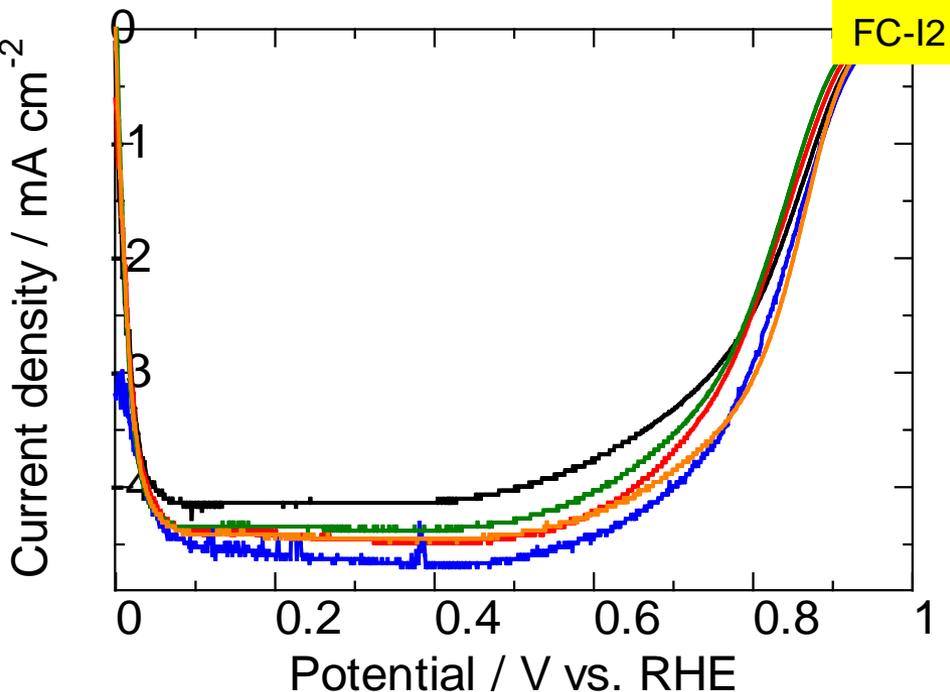
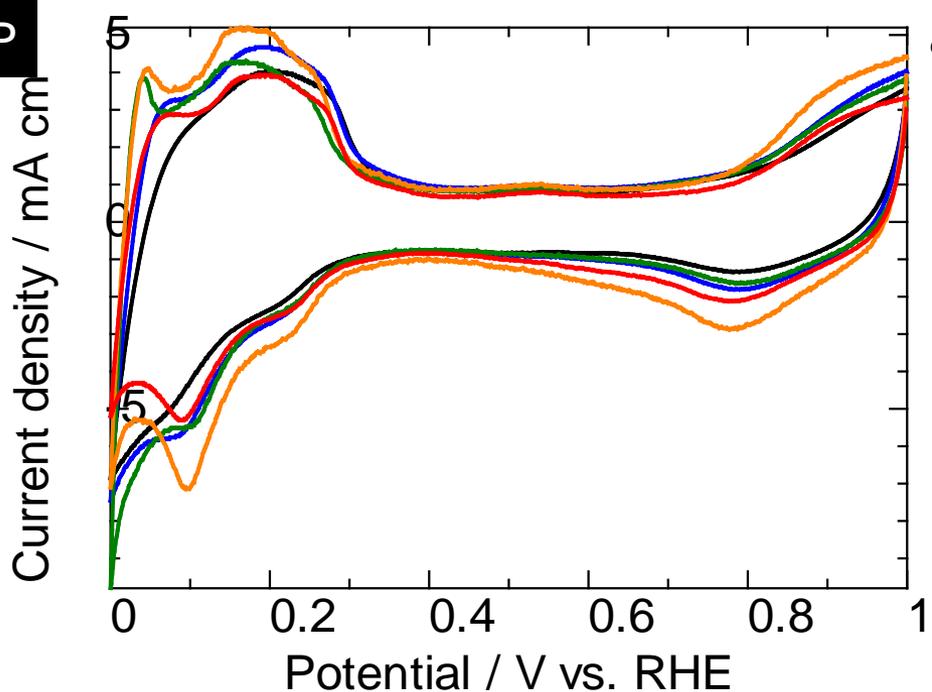
評価条件

1. 酸の純度 ⇒ メーカー：和光純薬, 酸の純度：特級
2. 水の純度 ⇒ メーカー, 装置名称：IWAKI, AUTOMATIC STILL ASL-2DS
3. 洗ビンの容器の材質 ⇒ ポリプロピレン
4. 電解槽および電気化学測定装置名称 ⇒ ALS, Electrochemical Analyzer 700C
5. 電解槽の容積 ⇒ 300 ml
6. 電解槽の洗浄方法 ⇒ セル内部を0.5 M H_2SO_4 で一度共洗い
7. 回転電極の電極部の大きさ ⇒ 直径：6 mm
8. 試験電極作製法 ⇒ GC電極上にイオノマーと触媒の混合物を載せる
9. 回転電極の試験電極部 ⇒ Pt/C担持： $202 \mu\text{gcm}^{-2}$, イオノマー担持量： $0.57 \mu\text{Lcm}^{-2}$
10. GC電極部上への触媒担持方法 ⇒ 一回で担持
11. 試験電極作製時の加熱温度と時間 ⇒ 加熱なし
12. ORR特性評価における電解液中での電極の前処理 ⇒ CVを5サイクル(0~1 V vs. RHE)
13. ORR評価測定前酸素吹込時間 ⇒ 20 min
14. ORR評価中の酸素吹込状況 ⇒ 液上部流通



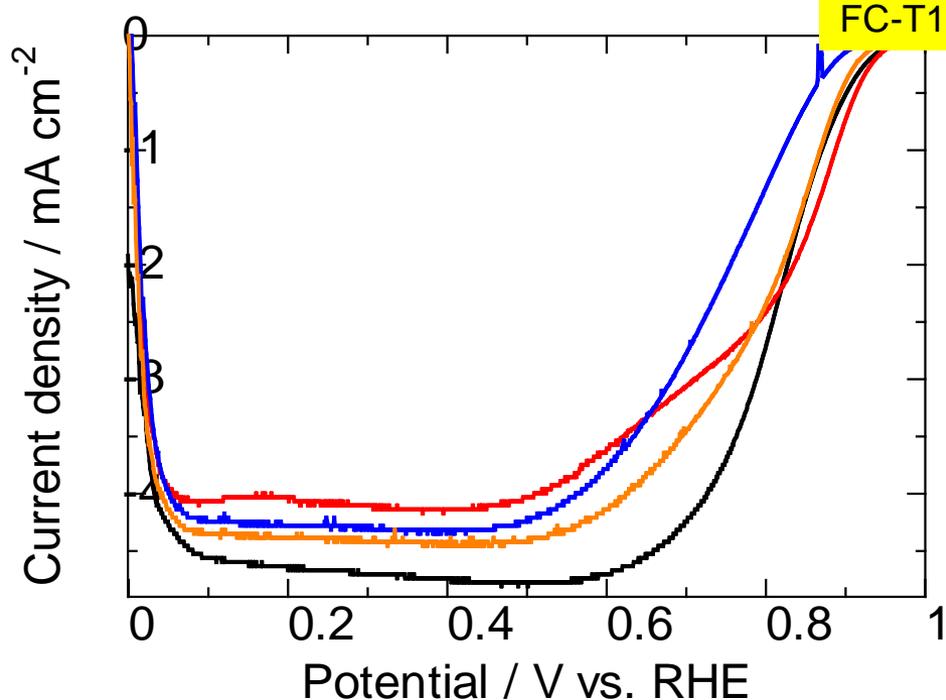
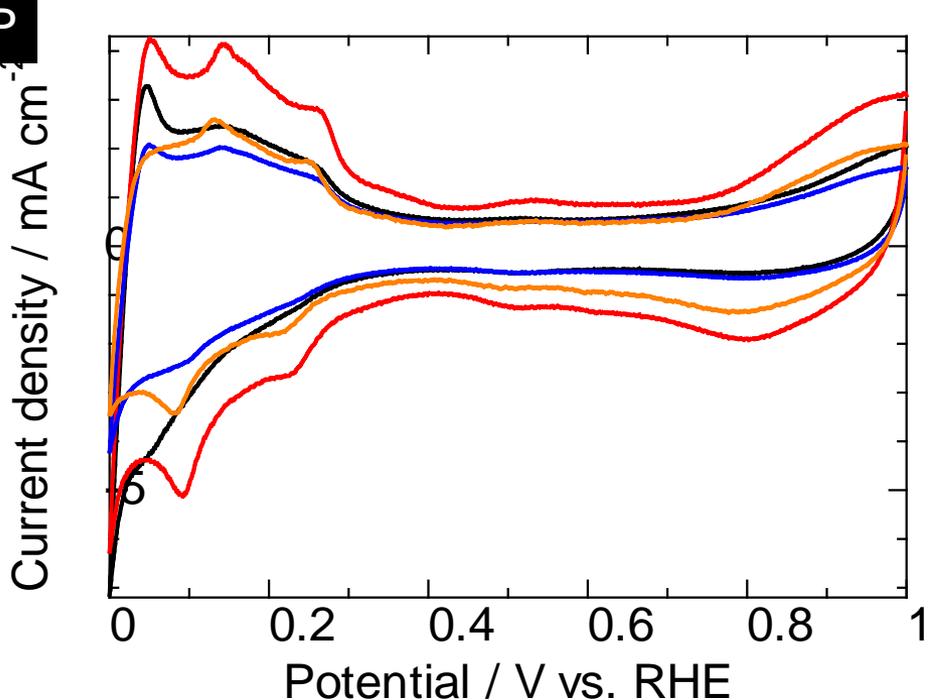
1. 触媒: a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, d. FC-J1
2. ECSA: 黒 ⇒ 22.3 m² g⁻¹_{Pt/C}, 56.0 m² g⁻¹_{Pt}
 赤 ⇒ 25.3 m² g⁻¹_{Pt/C}, 63.4 m² g⁻¹_{Pt}
 青 ⇒ 25.7 m² g⁻¹_{Pt/C}, 64.5 m² g⁻¹_{Pt}
 緑 ⇒ 24.5 m² g⁻¹_{Pt/C}, 61.2 m² g⁻¹_{Pt}
3. 電解液の種類と濃度: 0.5 M H₂SO₄水溶液
4. 電解液量と温度: 150 ml, 60°C
5. ECSAの評価法: 水素脱離波
6. 電位走査速度: 1 mV s⁻¹
7. 対極: Pt線
8. 参照電極: RHE

1. ORR評価の電解液温度: 60°C
2. 電極回転速度: 1500 rpm



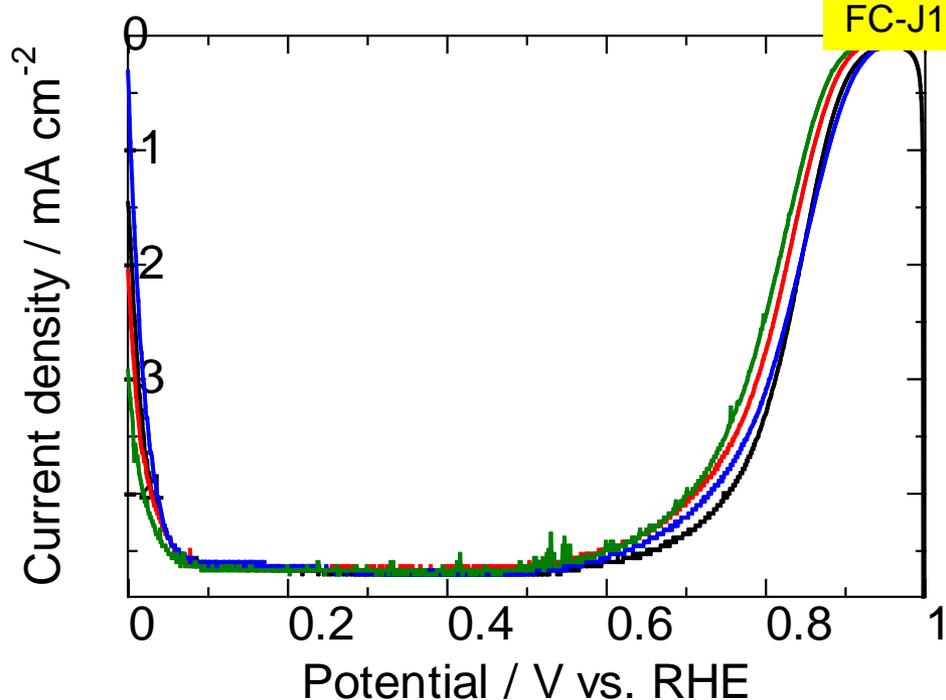
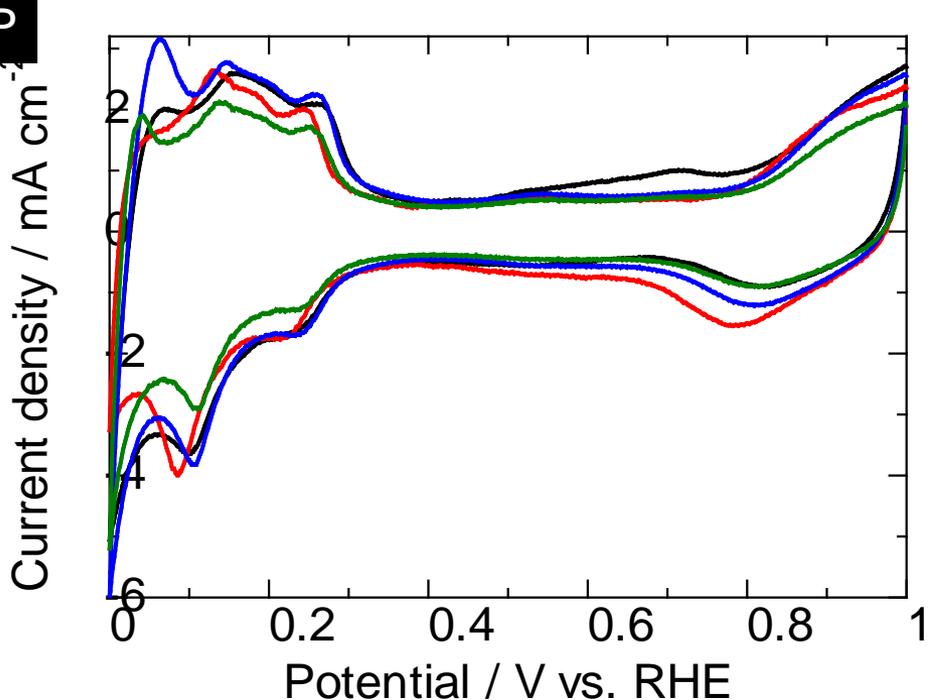
1. 触媒: a. FC-I1, **b. FC-I2**, c. FC-T1, d. FC-J1
2. ECSA: 黒 $\Rightarrow 26.3 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}_{\text{Pt/C}}, 66.0 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}_{\text{Pt}}$
 赤 $\Rightarrow 32.5 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}_{\text{Pt/C}}, 81.4 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}_{\text{Pt}}$
 青 $\Rightarrow 36.9 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}_{\text{Pt/C}}, 92.5 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}_{\text{Pt}}$
 緑 $\Rightarrow 35.0 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}_{\text{Pt/C}}, 87.7 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}_{\text{Pt}}$
 橙 $\Rightarrow 43.3 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}_{\text{Pt/C}}, 109 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}_{\text{Pt}}$
3. 電解液の種類と濃度: $0.5 \text{ M H}_2\text{SO}_4$ 水溶液
4. 電解液量と温度: $150 \text{ ml}, 60^\circ\text{C}$
5. ECSAの評価法: 水素脱離波
6. 電位走査速度: 1 mV s^{-1}
7. 対極: Pt線
8. 参照電極: RHE

1. ORR評価の電解液温度: 60°C
2. 電極回転速度: 1500 rpm



1. 触媒: a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, d. FC-J1
2. ECSA: 黒 $\Rightarrow 21.4 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}_{\text{Pt/C}}, 42.8 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}_{\text{Pt}}$
 赤 $\Rightarrow 33.6 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}_{\text{Pt/C}}, 67.1 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}_{\text{Pt}}$
 青 $\Rightarrow 16.2 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}_{\text{Pt/C}}, 32.3 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}_{\text{Pt}}$
 橙 $\Rightarrow 20.4 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}_{\text{Pt/C}}, 40.7 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}_{\text{Pt}}$
3. 電解液の種類と濃度: $0.5 \text{ M H}_2\text{SO}_4$ 水溶液
4. 電解液量と温度: $150 \text{ ml}, 60^\circ\text{C}$
5. ECSAの評価法: 水素脱離波
6. 電位走査速度: 1 mV s^{-1}
7. 対極: Pt線
8. 参照電極: RHE

1. ORR評価の電解液温度: 60°C
2. 電極回転速度: 1500 rpm



1. 触媒: a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, **d. FC-J1**
2. ECSA: 黒 $\Rightarrow 20.8 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}_{\text{Pt/C}}, 52.1 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}_{\text{Pt}}$
 赤 $\Rightarrow 19.7 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}_{\text{Pt/C}}, 49.4 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}_{\text{Pt}}$
 青 $\Rightarrow 24.6 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}_{\text{Pt/C}}, 61.6 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}_{\text{Pt}}$
 緑 $\Rightarrow 16.4 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}_{\text{Pt/C}}, 41.0 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}_{\text{Pt}}$
3. 電解液の種類と濃度: $0.5 \text{ M H}_2\text{SO}_4$ 水溶液
4. 電解液量と温度: $150 \text{ ml}, 60^\circ\text{C}$
5. ECSAの評価法: 水素脱離波
6. 電位走査速度: 1 mV s^{-1}
7. 対極: Pt線
8. 参照電極: RHE

1. ORR評価の電解液温度: 60°C
2. 電極回転速度: 1500 rpm

評価条件

1. 酸の純度等：メーカー(関東化学), 酸の純度(96.0 %)
2. 水の純度等：メーカーまたは製造機等(MILLIPORE Milli-Q), 純度(TOC 1 ppb)
3. 洗ビンの容器の材質：(PFA(フッ素樹脂))
4. 電解槽および電気化学測定装置名等：(BAS社製 RRDE-3 回転リングディスク電極装置)
5. 電解槽の容積：90 mL
6. 電解槽の洗浄方法：(通常洗浄、超音波洗浄)
7. 回転電極の電極部の大きさ：直径(9 mm), チャンネルフロー電極の場合には電極サイズ等：
()
8. 試験電極作製法：(a) GC電極上にイオノマーと触媒の混合物を載せる, b. GC電極上に触媒を載せた上にイオノマーを滴下, c. その他()
9. 回転電極の試験電極部：Pt/C担持量($25 \mu\text{g cm}^{-2}$), イオノマー担持量($0.005 \mu\text{L cm}^{-2}$)
10. GC電極上への触媒担持方法(一回で担持、数度に分けて担持、その他の工夫などを簡潔に記述願います)：
(十分に超音波処理をしたインクを攪拌しながら数度に分けて担持)
11. 試験電極作製時の加熱温度と時間：28 °C, - min (室温にて乾燥)
12. ORR特性評価における電解液中での電極の前処理：
(50 mV/sec にて20 cycle以上サイクリックボルタンメトリーを行い安定することを確認する)
13. ORR評価測定前酸素吹込時間：30 min
14. ORR評価中の酸素吹込状況：(a) 電解液中に吹き込み, b. 液上部流通, c. 停止, d. その他
()
15. 特記事項：

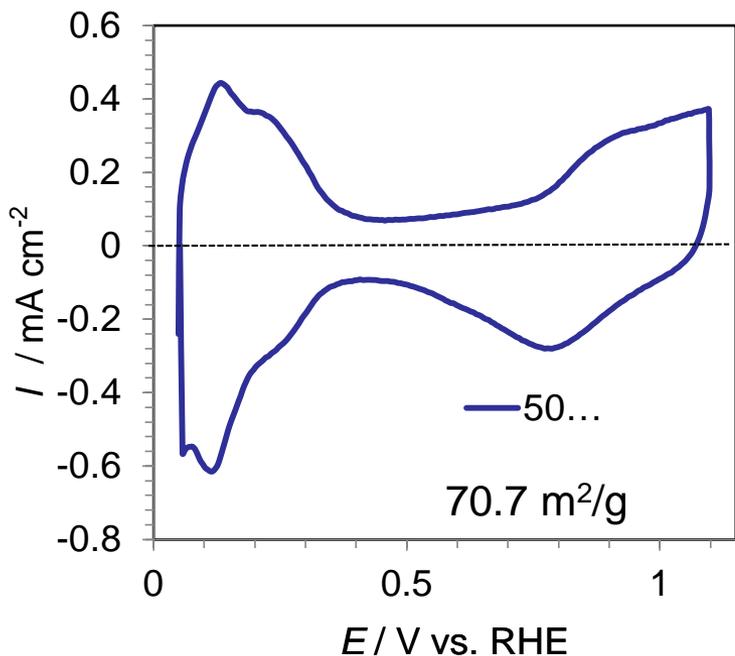


Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, **(c)** FC-T1, d. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) :
Pt/C 70.7 m²/g-Pt
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric)
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$
5. 電解液の種類と濃度: 種類 (H_2SO_4)、濃度 (0.1 M)
6. 電解液量と温度: 液量 (70 mL), 温度 (28 °C, 室温)
7. ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, **(b)** 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
8. 電位走査速度: 5 mV s^{-1}
9. 対極 (○印) : a. Pt板, b. Pt線, **(c)** Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : a. RHE, **(b)** Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

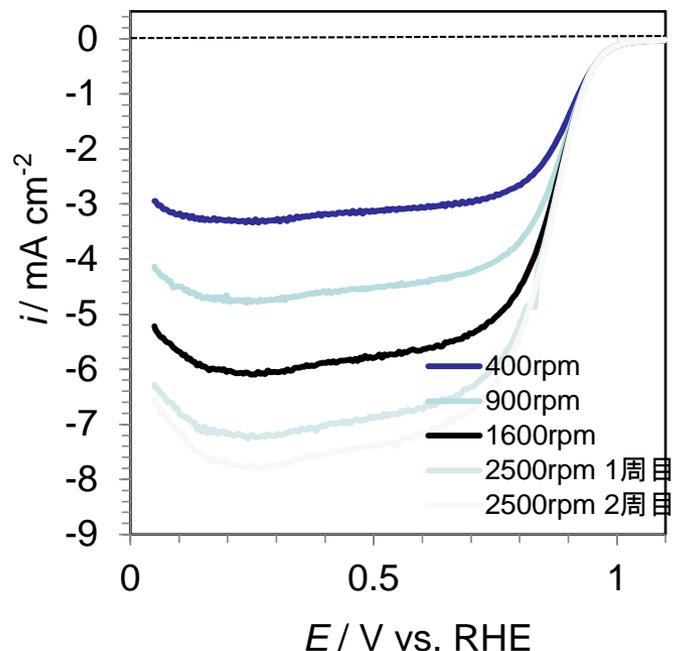


Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric)
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, **(b)** 60 °C以外で評価した場合の温度 (28 °C, 室温)
4. 電極回転速度: 400, 900, 1600, 2500 rpm

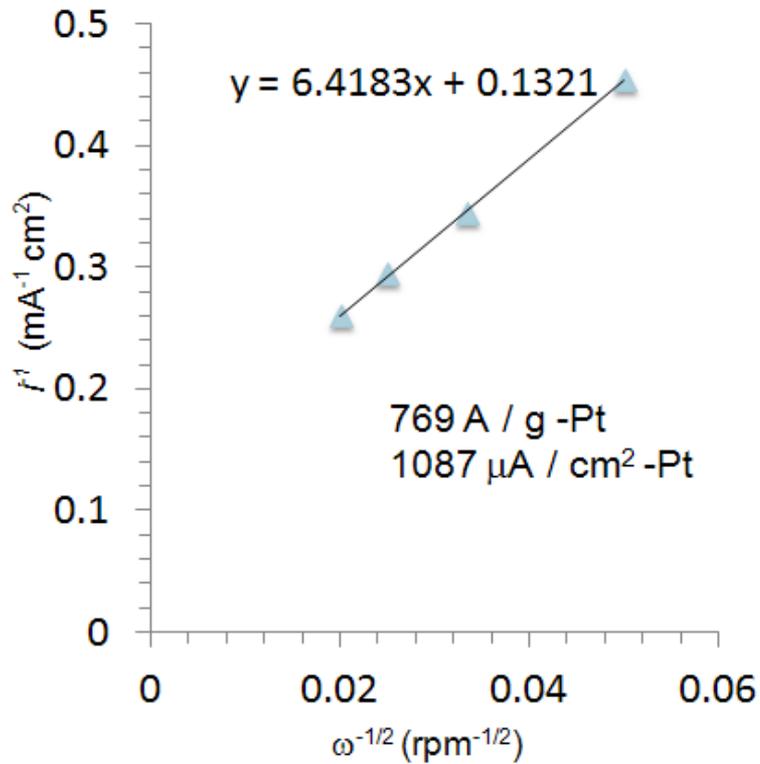
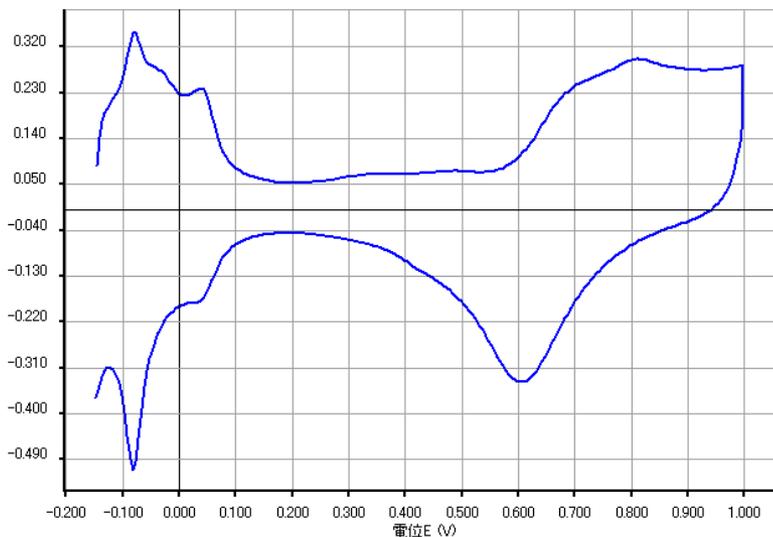


Fig.3 Koutecky-Levich プロット
(電位 0.85 V vs. RHEにおける値)

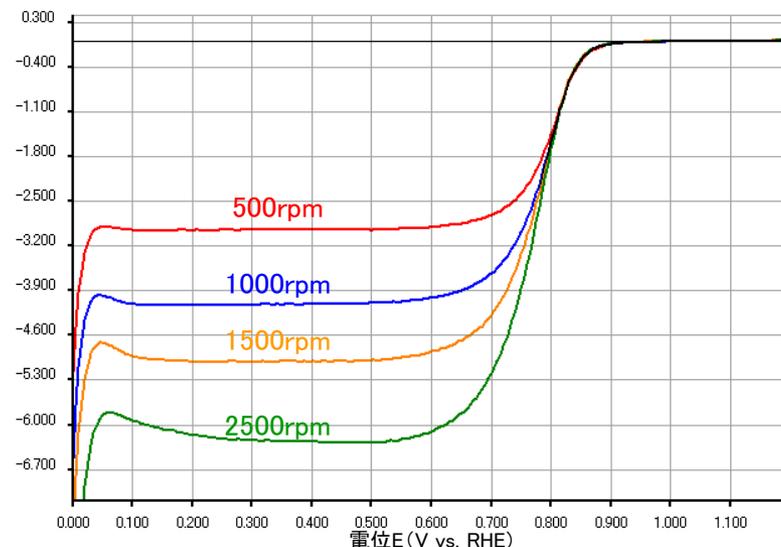
1. 電位 0.85 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度:
@0.85 V; 769 A g⁻¹-Pt, 1087 × 10⁻⁶ A cm⁻²-Pt
2. 縦軸: j^{-1} / A^{-1}
3. 横軸: $\omega^{-1/2} / \text{rpm}^{-1/2}$
4. 電流値評価: a. カソード電位走査時,
 (b) アノード電位走査時,
 c. その他()

評価条件

1. 酸の純度等：メーカー（多摩化学工業株式会社），酸の純度（98% TAMAPURE-AA-100）
2. 水の純度等：メーカーまたは製造機等（オルガノ(株) PURELAB Ultra ），純度（比抵抗(25°C):18.2MΩ・cm ）
3. 洗ビンの容器の材質：（PFA ）
4. 電解槽および電気化学測定装置名等：（北斗電工株式会社 HZ-5000 ）
5. 電解槽の容積：300mL
6. 電解槽の洗浄方法：（超純水で5回水洗 ）
7. 回転電極の電極部の大きさ：直径（5 mm），チャンネルフロー電極の場合には電極サイズ等：
（ ）
8. 試験電極作製法：a. GC電極上にイオノマーと触媒の混合物を載せる**ⓑ**. GC電極上に触媒を載せた上にイオノマーを滴下, c. その他（ ）
9. 回転電極の試験電極部：Pt/C担持量（ $51 \mu\text{g cm}^{-2}$ ），イオノマー担持量（0.05wt%を $25 \mu\text{L cm}^{-2}$ ）
10. GC電極上への触媒担持方法（一回で担持、数度に分けて担持、その他の工夫などを簡潔に記述願います）：
（数度に分けて担持 本研究会行事で開示済み ）
11. 試験電極作製時の加熱温度と時間：xx °C, xx min
12. ORR特性評価における電解液中での電極の前処理：
（60°C, N2吹込後, ①50mv/sで最初のCV測定後, ②クリーニング, ③CV測定を行う. ）
13. ORR評価測定前酸素吹込時間：30 min
14. ORR評価中の酸素吹込状況：a, 電解液中に吹き込み,**ⓑ** 液上部流通, c. 停止, d. その他（ ）
15. 特記事項：

電流密度 (mA/cm²)

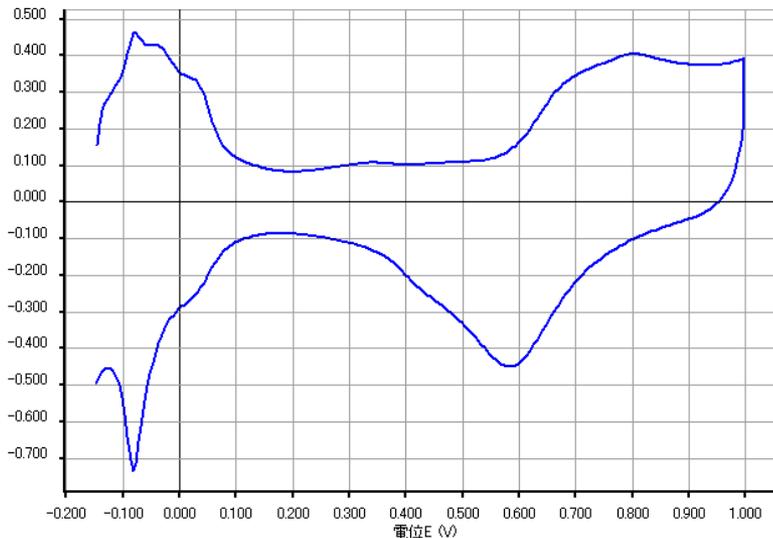
Ag/AgCl基準

電流密度 (mA/cm²)← 5mV s⁻¹

- 触媒 (○印) ② FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, d. FC-J1
- ECSA (電気化学活性比表面積) : 34.6 m² g⁻¹-(Pt/C)
- 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
- 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
- 電解液の種類と濃度: 種類 (H₂SO₄)、濃度 (0.5M)
- 電解液量と温度: 液量 (280mL), 温度 (60 °C)
- ECSA の評価法 (○印) ② a. 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
- 電位走査速度: 50 mV s⁻¹
- 対極 (○印) : a. Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
- 参照電極 (○印) : a. RHE, ② b. Ag/AgCl, c. SCE
- 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

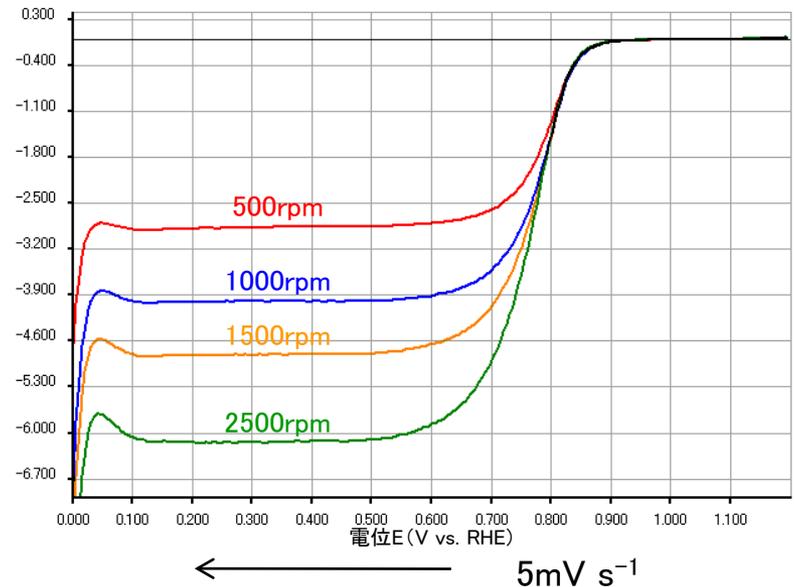
- 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
- 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
- ORR評価の電解液温度 (○印) : ② a. 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度 (xx °C)
- 電極回転速度: 任意 (例えば500~3000 rpmの範囲で6種類の速度)

GC棒: BAS R-2 (Φ2×100mm)

電流密度 (mA/cm²)

Ag/AgCl基準

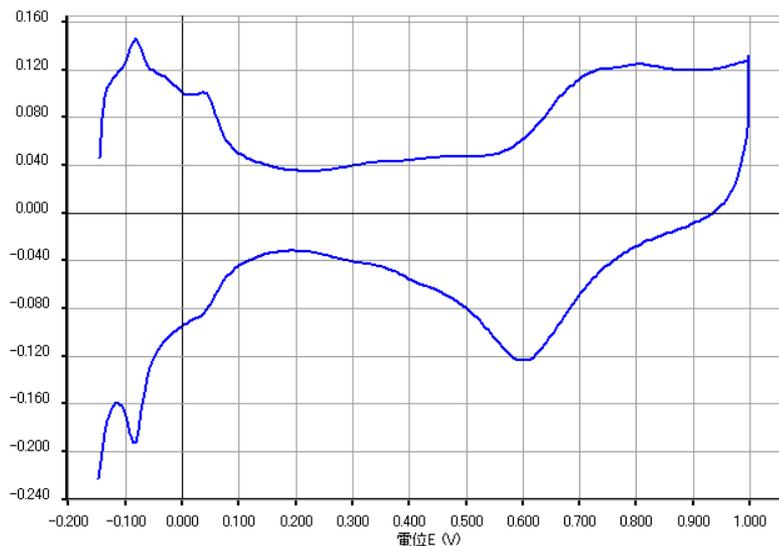
- 触媒 (○印) : a. FC-I1, **b.** FC-I2, c. FC-T1, d. FC-J1
- ECSA (電気化学活性比表面積) : **53.5** m² g⁻¹-(Pt/C)
- 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
- 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
- 電解液の種類と濃度: 種類 (H₂SO₄), 濃度 (0.5M)
- 電解液量と温度: 液量 (280mL), 温度 (60 °C)
- ECSA の評価法 (○印) **a.** 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
- 電位走査速度: 50 mV s⁻¹
- 対極 (○印) : a. Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
- 参照電極 (○印) : a. RHE, **b.** Ag/AgCl, c. SCE
- 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

電流密度 (mA/cm²)

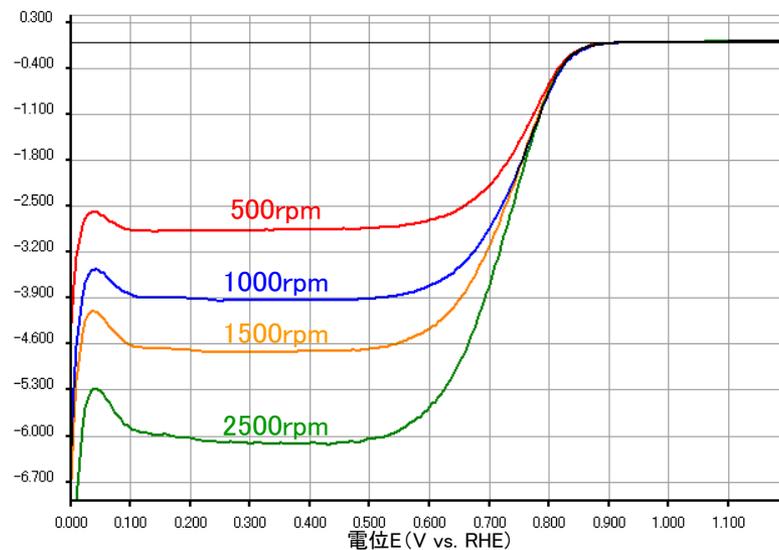
- 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
- 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
- ORR評価の電解液温度 (○印) : **a.** 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度 (xx °C)
- 電極回転速度: 任意 (例えば500~3000 rpmの範囲で6種類の速度)

電位走査速度: 5mV s⁻¹, 50mV s⁻¹
(上図は5mV s⁻¹)

GC棒: BAS R-2 (Φ2×100mm)

電流密度 (mA/cm²)

Ag/AgCl基準

電流密度 (mA/cm²)← 5mV s⁻¹

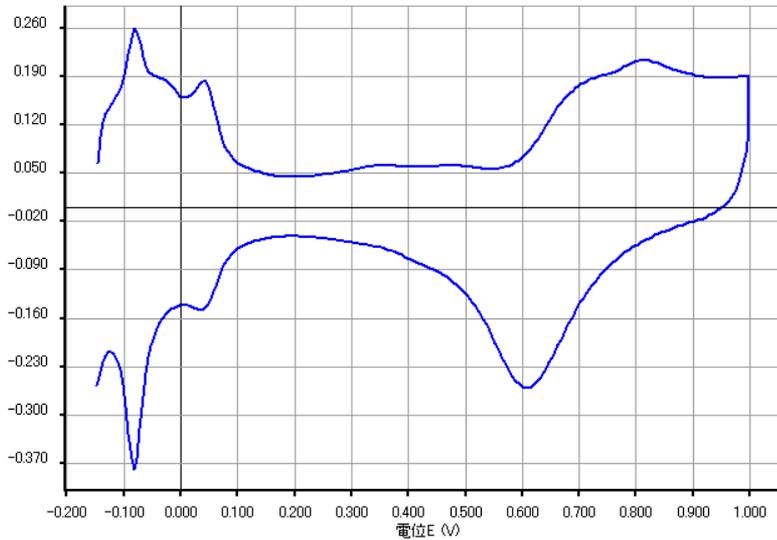
1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, **(c)** FC-T1, d. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : **13.3** m² g⁻¹-(Pt/C)
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類 (H₂SO₄), 濃度 (0.5M)
6. 電解液量と温度: 液量 (280mL), 温度 (60 °C)
7. ECSA の評価法 (○印) **(c)** 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
8. 電位走査速度: 50 mV s⁻¹
9. 対極 (○印) : a. Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : a. RHE, **(b)** Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : **(a)** 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度 (xx °C)
4. 電極回転速度: 任意 (例えば500~3000 rpmの範囲で6種類の速度)

電位走査速度: 5mV s⁻¹, 50mV s⁻¹
(上図は5mV s⁻¹)

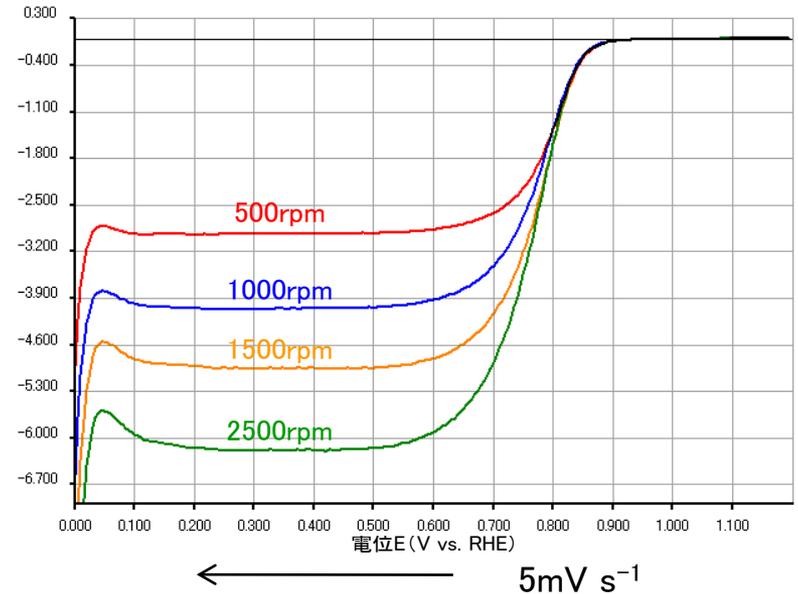
GC棒: BAS R-2 (Φ2×100mm)

※ECSA(25°C): 26.9 m² g⁻¹-(Pt/C)

電流密度 (mA/cm²)

Ag/AgCl基準

1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1 (c) FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : **28** m² g⁻¹-(Pt/C)
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類 (H₂SO₄), 濃度 (0.5M)
6. 電解液量と温度: 液量 (280mL), 温度 (60 °C)
7. ECSA の評価法 (○印) (a) 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
8. 電位走査速度: 50 mV s⁻¹
9. 対極 (○印) : a. Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : a. RHE, (b) Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

電流密度 (mA/cm²)

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : (a) 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度 (xx °C)
4. 電極回転速度: 任意 (例えば500~3000 rpmの範囲で6種類の速度)

電位走査速度: 5mV s⁻¹, 50mV s⁻¹
(上図は5mV s⁻¹)

GC棒: BAS R-2 (Φ2×100mm)

共通触媒評価結果一覧

1000rpmの値で計算
$$I_{LCC} = \frac{I_L \times I}{I_L - I}$$

触媒	MA @0.85V	MA @0.90V	ECSA	
FC-I1	0.048	0.0063	34.6	
FC-I2	0.046	0.0070	53.5	
FC-J1	0.050	0.0068	28.0	
FC-T1	0.024	0.0040	13.3	

カソード電位操作時: 5mVs⁻¹

評価条件

1. 酸の純度等：メーカー（和光純薬工業(株) ），酸の純度（精密分析用，96.0～98.0% ）
2. 水の純度等：メーカーまたは製造機等（Millipore, Milli-Q Element A10），純度（18 M Ω cm ）
3. 洗ビンの容器の材質：（ポリエチレン ）
4. 電解槽および電気化学測定装置名
：（電解槽：日厚計測製のガラスセル，電気化学測定装置：北斗電工製のHSV100）
5. 電解槽の容積：約200 mL
6. 電解槽の洗浄方法：（王水にて一晚酸処理後に超純水にて十分に洗浄）
7. 回転電極の電極部の大きさ：直径（6 mm），チャンネルフロ-電極の場合には電極サイズ等：
（ ）
8. 試験電極作製法：a. GC電極上にイオノマーと触媒の混合物を載せる，b. GC電極上に触媒を載せた上にイオノマーを滴下，c. その他（ ）
9. 回転電極の試験電極部：Pt/C担持量（34.04～45.49 μ g cm⁻²），イオノマー担持量（0.185～0.247 μ L cm⁻²）
10. GC電極上への触媒担持方法（一回で担持、数度に分けて担持、その他の工夫などを簡潔に記述願います）：
（60°Cにて温めたGC電極上に所定量の触媒インクを一回で滴下し，室温にて徐々に乾燥させ，その後減圧加温乾燥を行う）
11. 試験電極作製時の加熱温度と時間：60°C，30 min
12. ORR特性評価における電解液中での電極の前処理：
（室温にて走査速度50 mV s⁻¹，走査範囲0.05–1.2 V vs. RHE，30サイクルの条件で電位走引を行う）
13. ORR評価測定前酸素吹込時間：40 min
14. ORR評価中の酸素吹込状況：a. 電解液中に吹き込み，b. 液上部流通，c. 停止，d. その他
（ ）
15. 特記事項：触媒担持量は，全て17.3 (μ g-Pt)/cm⁻²となる様にGCに担持している。

Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

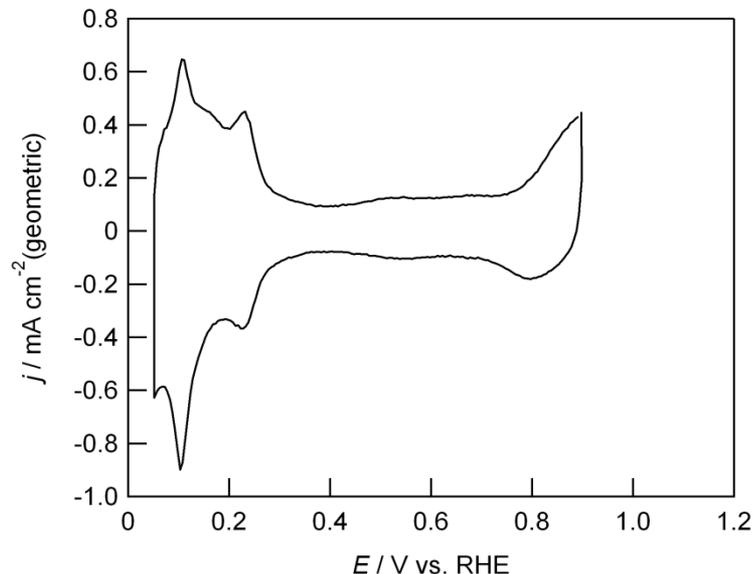
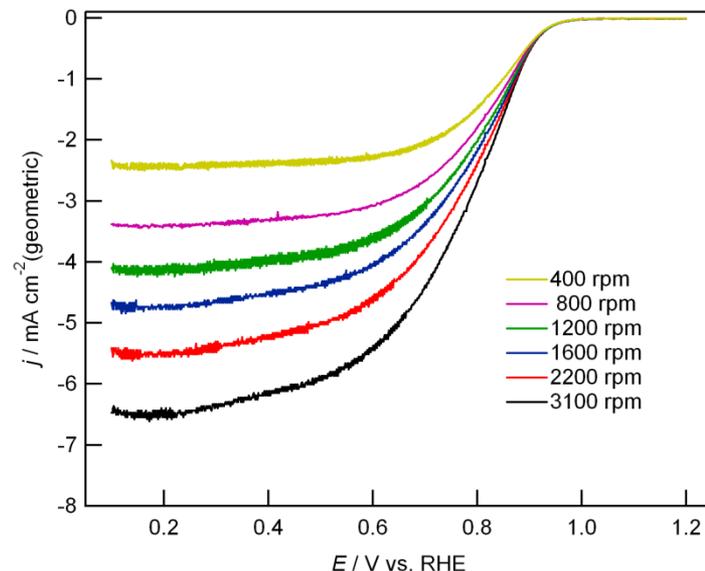


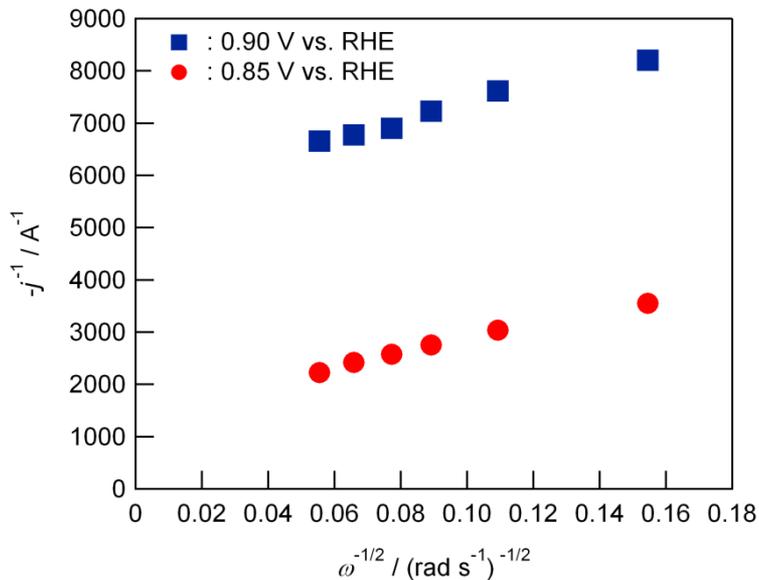
Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム



- 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, d. FC-J1
- ECSA (電気化学活性比表面積) : $19.57 \text{m}^2 \text{g}^{-1} (\text{Pt/C})$
- 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2} (\text{geometric})$ が望ましい
- 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
- 電解液の種類と濃度: 種類 (硫酸)、濃度 (0.5 M)
- 電解液量と温度: 液量 (約 200 mL), 温度 (60°C)
- ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
- 電位走査速度: 50mV s^{-1}
- 対極 (○印) : a. Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
- 参照電極 (○印) : a. RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
- 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

- 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2} (\text{geometric})$ が望ましい
- 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
- ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度 (xx °C)
- 電極回転速度: 任意 (3100, 2200, 1600, 1200, 800, 400 rpm)

Fig.3 Koutecky-Levich プロット
(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)



Pt/C担持量: 45.90 ($\mu\text{g-Pt/C}$) cm^{-2}
Nafionイオノマー担持量: 0.238 $\mu\text{L cm}^{-2}$

- 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける活性化支配電流密度:
@0.85 V; 132.56 $\text{A g}^{-1}\text{-Pt}$, 0.267 $\text{mA cm}^{-2}\text{-Pt}$
@0.90 V; 35.68 $\text{A g}^{-1}\text{-Pt}$, 0.072 $\text{mA cm}^{-2}\text{-Pt}$
(再現性をみるため複数の結果を場合には数値を列挙)
- 縦軸: j^{-1} / A^{-1} が望ましい
- 横軸: $\omega^{-1/2} / (\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
- 電流値評価: a. カソード電位走査時,
b. アノード電位走査時,
c. その他()

Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

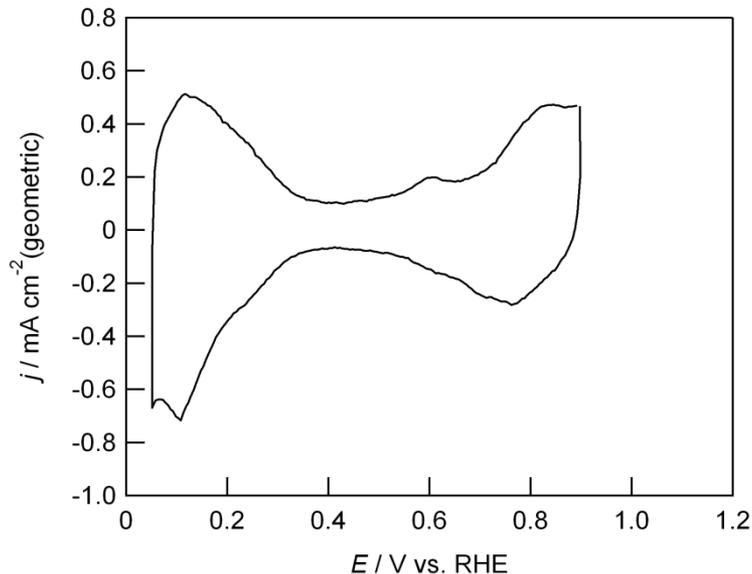
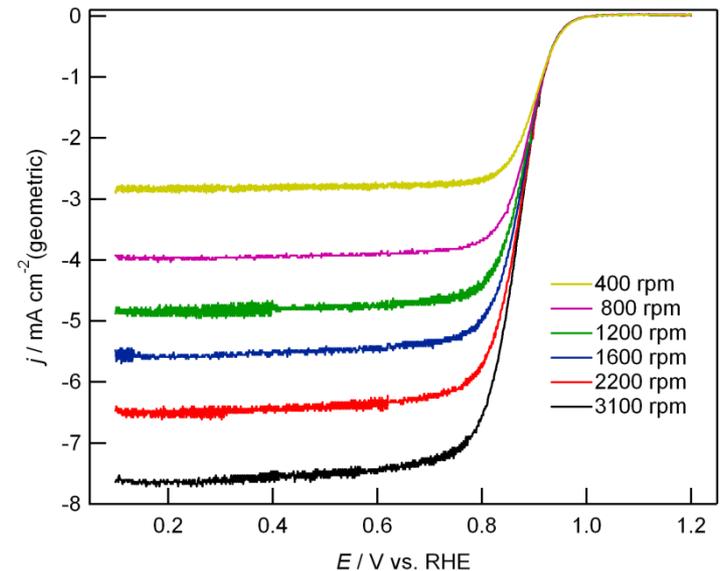


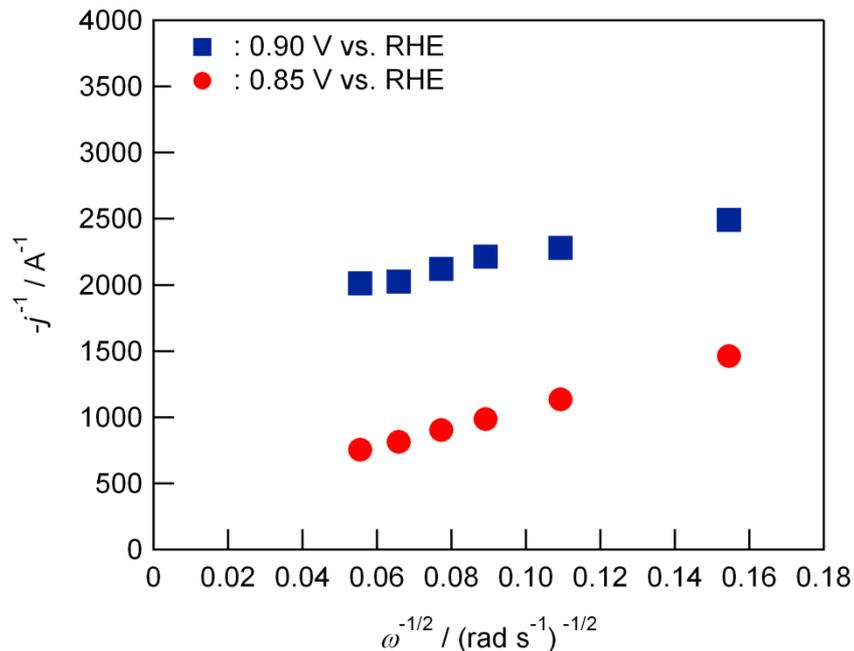
Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム



- 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, d. FC-J1
- ECSA (電気化学活性比表面積) : $21.3 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ -(Pt/C)
- 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
- 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
- 電解液の種類と濃度: 種類(過塩素酸)、濃度(0.1 M)
- 電解液量と温度: 液量(約200 mL), 温度(60°C)
- ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他()
- 電位走査速度: 50 mV s^{-1}
- 対極 (○印) : a. Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
- 参照電極 (○印) : a. RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
- 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

- 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
- 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
- ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度 (xx °C)
- 電極回転速度: 任意(3100, 2200, 1600, 1200, 800, 400 rpm)

Fig.3 Koutecky-Levich プロット
(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)



- 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける活性化支配電流密度:
 @0.85 V; 591.73 A g⁻¹-Pt, 1.096 mA cm⁻²-Pt
 @0.90 V; 118.16 A g⁻¹-Pt, 0.2195 mA cm⁻²-Pt
 (再現性をみるため複数の結果を場合には数値を列挙)
- 縦軸: j^{-1} / A^{-1} が望ましい
- 横軸: $\omega^{-1/2} / (\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
- 電流値評価: a. カソード電位走査時,
 b. アノード電位走査時,
 c. その他()

- Pt/C担持量: 45.90 ($\mu\text{g-Pt/C}$) cm⁻²
- Nafionイオノマー担持量: 0.238 $\mu\text{L cm}^{-2}$
- ECSA; 53.99 m² (g-Pt)⁻¹

Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

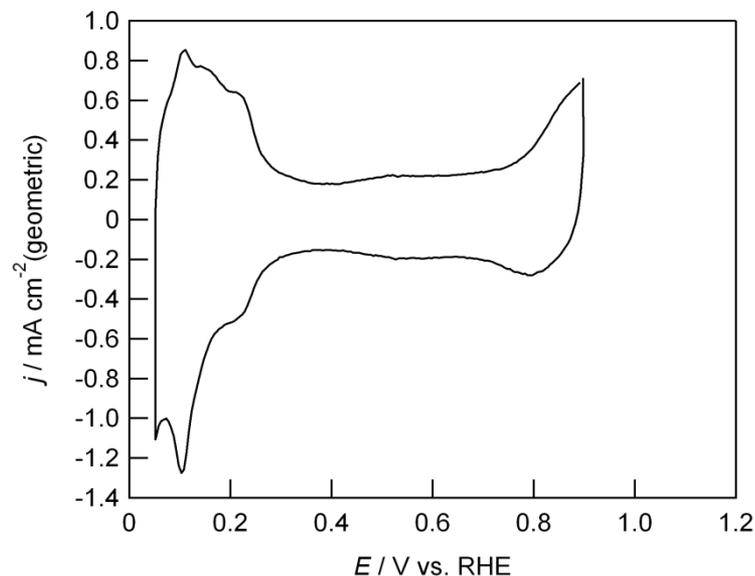
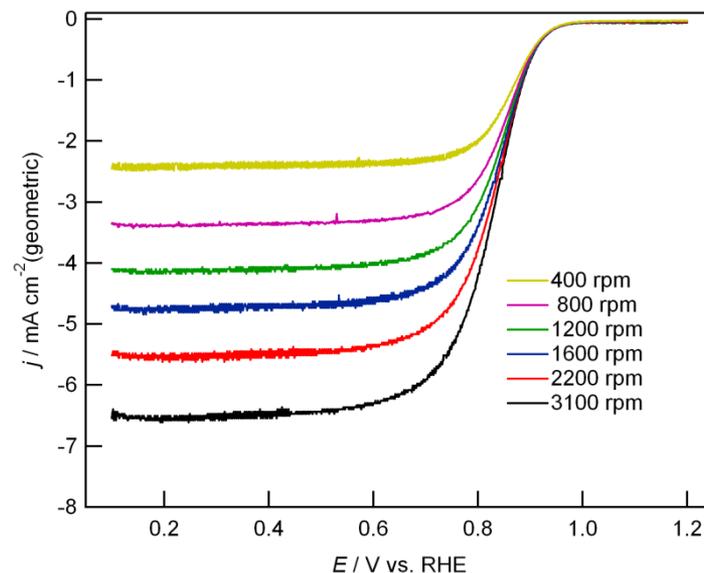


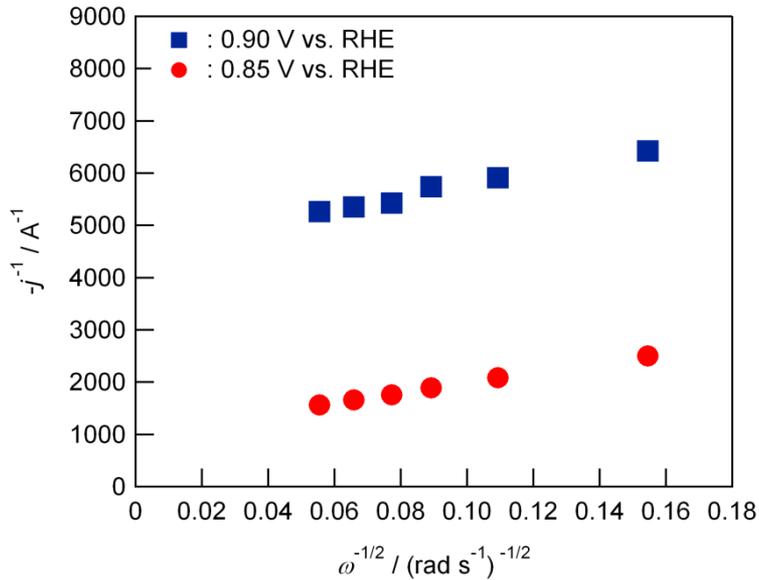
Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム



1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, d. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : $28.51 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ -(Pt/C)
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類(硫酸)、濃度(0.5 M)
6. 電解液量と温度: 液量(約200 mL), 温度(60°C)
7. ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他()
8. 電位走査速度: 50 mV s^{-1}
9. 対極 (○印) : a. Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : a. RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度 (xx °C)
4. 電極回転速度: 任意(3100, 2200, 1600, 1200, 800, 400 rpm)

Fig.3 Koutecky-Levich プロット
(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)



Pt/C担持量: 45.80 ($\mu\text{g-Pt/C}$) cm^{-2}
Nafionイオノマー担持量: 0.238 $\mu\text{L cm}^{-2}$

- 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける活性化支配電流密度:
@0.85 V; 198.86 $\text{A g}^{-1}\text{-Pt}$, 0.276 $\text{mA cm}^{-2}\text{-Pt}$
@0.90 V; 44.86 $\text{A g}^{-1}\text{-Pt}$, 0.062 $\text{mA cm}^{-2}\text{-Pt}$
(再現性をみるため複数の結果を場合には数値を列挙)
- 縦軸: j^{-1}/A^{-1} が望ましい
- 横軸: $\omega^{-1/2}/(\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
- 電流値評価: a. カソード電位走査時,
b. アノード電位走査時,
c. その他()

Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

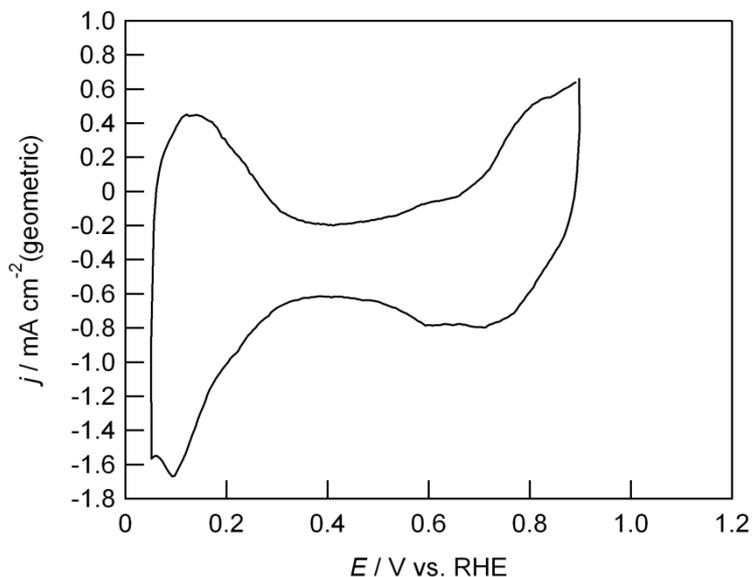
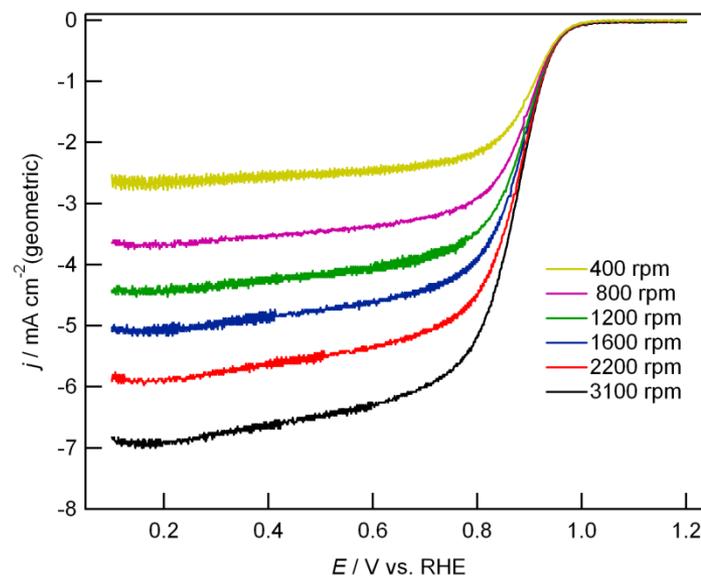


Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

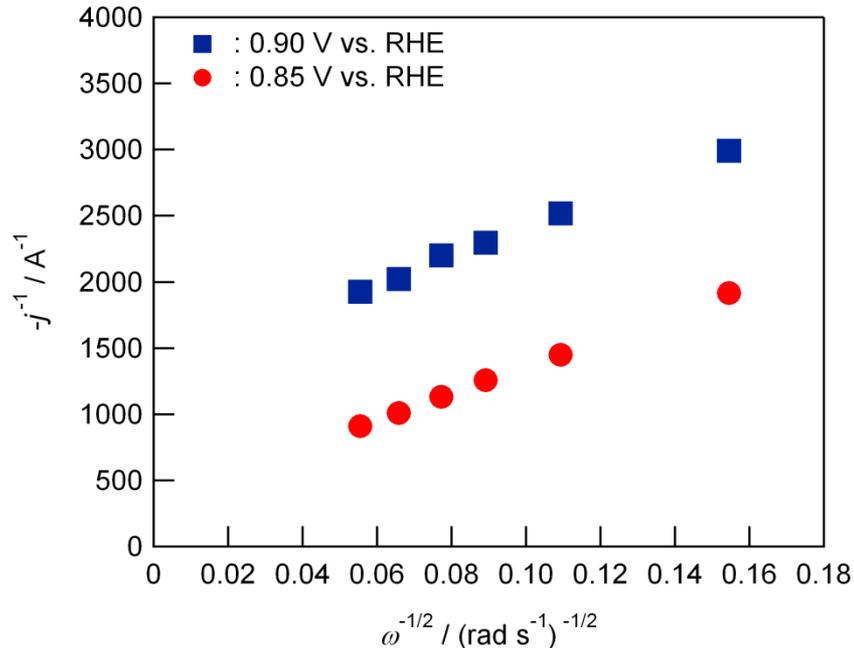


1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, d. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : $32.2 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ -(Pt/C)
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類(過塩素酸)、濃度(0.1 M)
6. 電解液量と温度: 液量(約200 mL), 温度(60°C)
7. ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他()
8. 電位走査速度: 50 mV s^{-1}
9. 対極 (○印) : a. Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : a. RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度 (xx °C)
4. 電極回転速度: 任意(3100, 2200, 1600, 1200, 800, 400 rpm)

Fig.3 Koutecky-Levich プロット

(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)



- 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける活性化支配電流密度:
 @0.85 V; 591.59 A g⁻¹-Pt, 0.727 mA cm⁻²-Pt
 @0.90 V; 153.08 A g⁻¹-Pt, 0.187 mA cm⁻²-Pt
 (再現性をみるため複数の結果を場合には数値を列挙)
- 縦軸: j^{-1} / A^{-1} が望ましい
- 横軸: $\omega^{-1/2} / (\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
- 電流値評価: a. カソード電位走査時,
 b. アノード電位走査時,
 c. その他()

- Pt/C担持量: 45.80 (μg-Pt/C) cm⁻²
- Nafionイオノマー担持量: 0.238 μL cm⁻²
- ECSA; 81.39 m² (g-Pt)⁻¹

Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

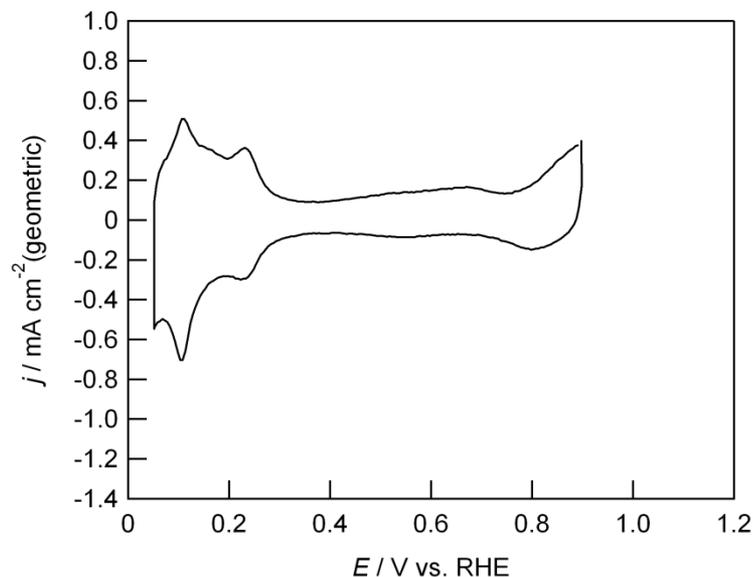
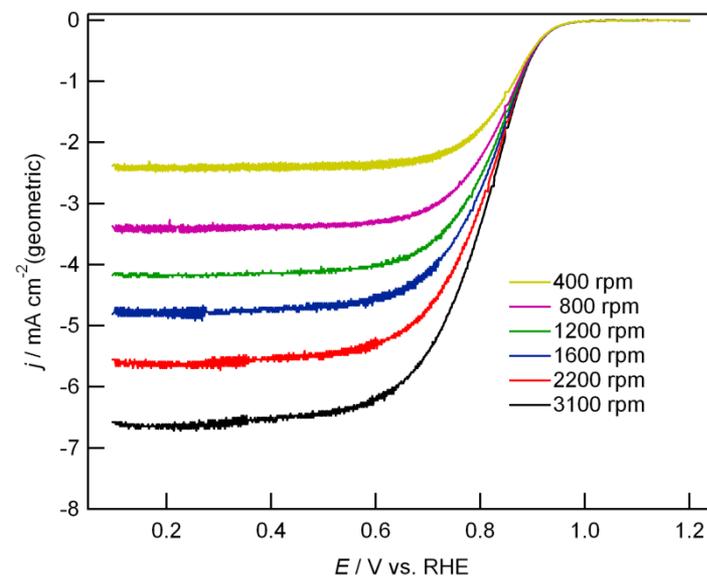


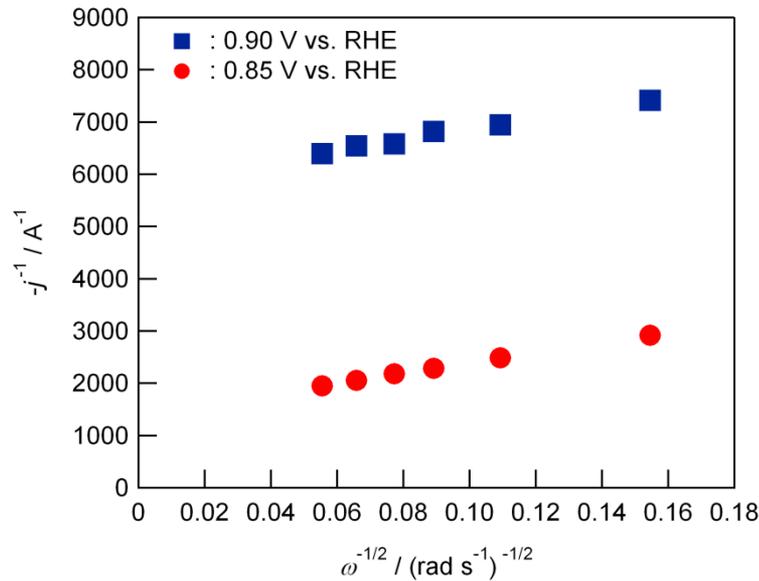
Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム FC-J1



1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, d. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : $16.05 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1} \text{ (Pt/C)}$
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2} \text{ (geometric)}$ が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類 (硫酸)、濃度 (0.5 M)
6. 電解液量と温度: 液量 (約 200 mL), 温度 (60°C)
7. ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
8. 電位走査速度: 50 mV s^{-1}
9. 対極 (○印) : a. Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : a. RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2} \text{ (geometric)}$ が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度 (xx °C)
4. 電極回転速度: 任意 (3100, 2200, 1600, 1200, 800, 400 rpm)

Fig.3 Koutecky-Levich プロット
(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)



Pt/C担持量: 45.49 ($\mu\text{g-Pt/C}$) cm^{-2}
Nafionイオノマー担持量: 0.247 $\mu\text{L cm}^{-2}$

- 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける活性化支配電流密度:
@0.85 V; 144.24 $\text{A g}^{-1}\text{-Pt}$, 0.342 $\text{mA cm}^{-2}\text{-Pt}$
@0.90 V; 34.94 $\text{A g}^{-1}\text{-Pt}$, 0.083 $\text{A cm}^{-2}\text{-Pt}$
(再現性をみるため複数の結果を場合には数値を列挙)
- 縦軸: j^{-1}/A^{-1} が望ましい
- 横軸: $\omega^{-1/2}/(\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
- 電流値評価: a. カソード電位走査時,
b. アノード電位走査時,
c. その他()

Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

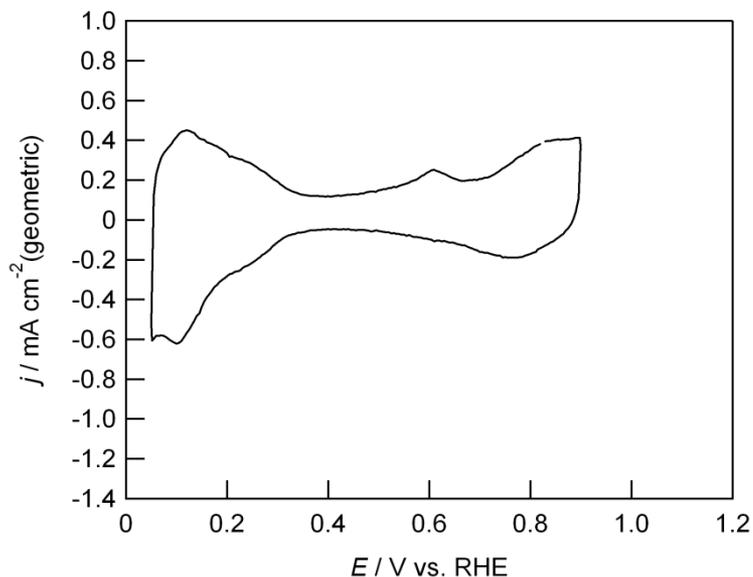
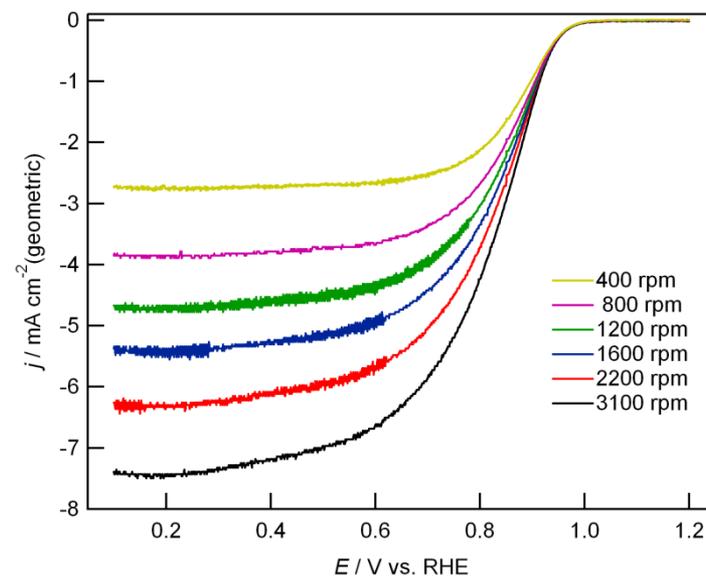


Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

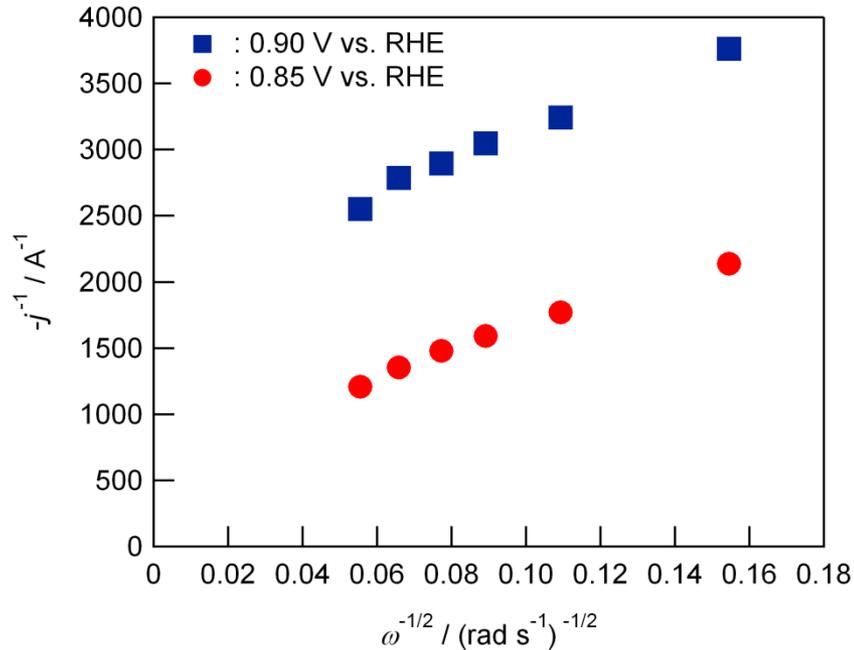


1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, d. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : $18.4 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1} \text{-(Pt/C)}$
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2} \text{(geometric)}$ が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類(過塩素酸)、濃度(0.1 M)
6. 電解液量と温度: 液量(約200 mL), 温度(60°C)
7. ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他()
8. 電位走査速度: 50 mV s^{-1}
9. 対極 (○印) : a. Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : a. RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2} \text{(geometric)}$ が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度 (xx °C)
4. 電極回転速度: 任意(3100, 2200, 1600, 1200, 800, 400 rpm)

Fig.3 Koutecky-Levich プロット

(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)



1. Pt/C担持量: 34.04 ($\mu\text{g-Pt/C}$) cm^{-2}
2. Nafionイオノマー担持量: 0.185 $\mu\text{L cm}^{-2}$
3. ECSA; 48.21 $\text{m}^2 (\text{g-Pt})^{-1}$

1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける活性化支配電流密度:
 @0.85 V; 274.26 $\text{A g}^{-1}\text{-Pt}$, 0.567 $\text{mA cm}^{-2}\text{-Pt}$
 @0.90 V; 103.49 $\text{A g}^{-1}\text{-Pt}$, 0.206 $\text{mA cm}^{-2}\text{-Pt}$
 (再現性をみるため複数の結果を場合には数値を列挙)
2. 縦軸: j^{-1} / A^{-1} が望ましい
3. 横軸: $\omega^{-1/2} / (\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
4. 電流値評価: a. カソード電位走査時,
 b. アノード電位走査時,
 c. その他()

評価条件

1. 酸の純度等: (多摩化学工業 TAMAPURE-AA-100), 酸の純度(70 %、金属不純物レベル:100ppt以下)
2. 水の純度等: Millipore, Milli-Q Element A10, 18 M Ω cm
3. 洗ビンの容器の材質: フッ素樹脂製
4. 電解槽および電気化学測定装置名等:
電解槽: 日厚計測製のガラスセル, 電気化学測定装置: 北斗電工製のHSV100
5. 電解槽の容積: 200 mL
6. 電解槽の洗浄方法: 王水にて一晩酸処理後に超純水にて十分に洗浄
7. 回転電極の電極部の大きさ: 直径(6 mm)
8. 試験電極作製法: a. GC電極上にイオノマーと触媒の混合物を載せる
9. 回転電極の試験電極部: Pt/C担持量(17.3 μ g-Pt cm⁻²), イオノマー担持量(0.202 μ L cm⁻²)
10. GC電極上への触媒担持方法:
60°Cにて温めたGC電極上に所定量の触媒インクを一回で滴下し, 室温にて徐々に乾燥させ, その後に減圧加温乾燥を行う
11. 試験電極作製時の加熱温度と時間: 60°C, 30 min
12. ORR特性評価における電解液中での電極の前処理:
室温にて走査速度50 mV s⁻¹, 走査範囲0.05-1.2 V vs. RHE, 30サイクルの条件で電位走引を行う
13. ORR評価測定前酸素吹込時間: 40min
14. ORR評価中の酸素吹込状況: b. 液上部流通
15. 特記事項:

Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

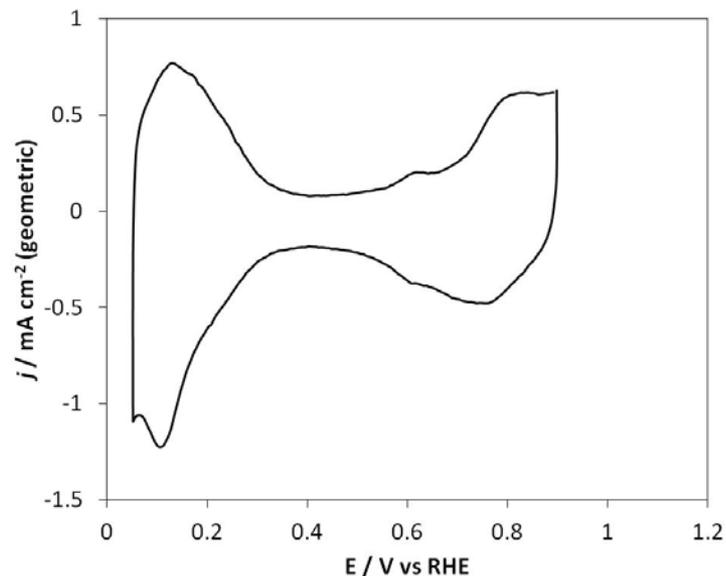
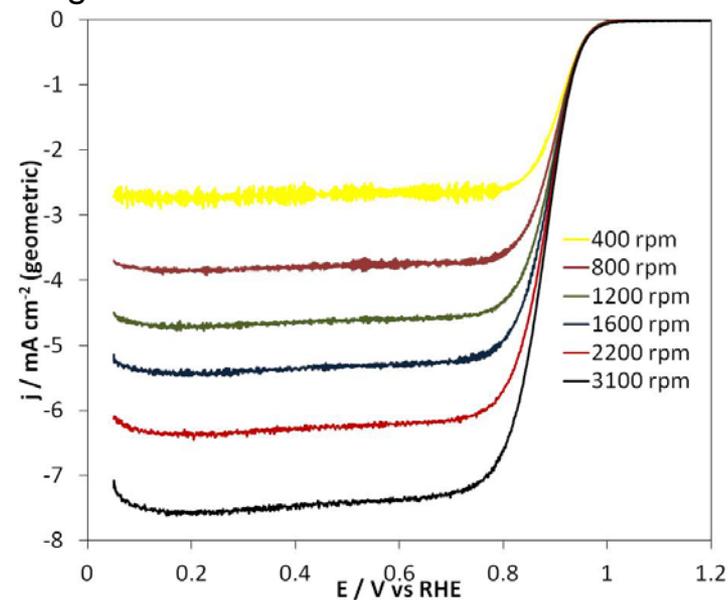


Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム



1. 触媒 (○印) : **FC-T2**
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : $80.1 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1} \text{ -Pt}$
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2} (\text{geometric})$ が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類 (過塩素酸)、濃度 (0.1 M)
6. 電解液量と温度: 液量 (約200 mL), 温度 (60°C)
7. ECSA の評価法 (○印) : a. **水素吸着波**, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
8. 電位走査速度: 50 mV s^{-1}
9. 対極 (○印) : a. Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. **炭素繊維**
10. 参照電極 (○印) : a. **RHE**, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

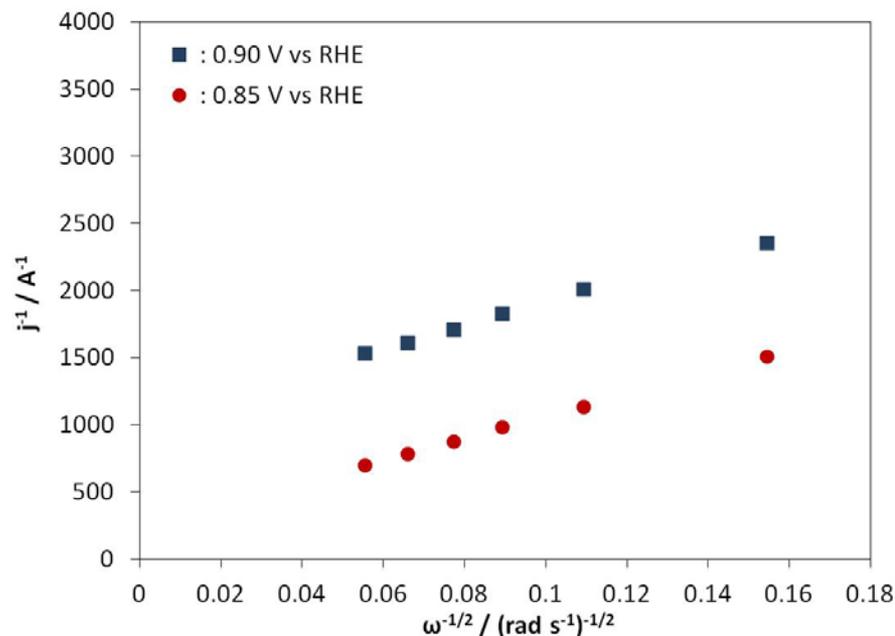
1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2} (\text{geometric})$ が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : a. **60 °C**,
b. 60 °C以外で評価した場合の温度 (xx °C)
4. 電極回転速度: 任意 (**3100, 2200, 1600, 1200, 800, 400 rpm**)
5. 電位走査速度: **10 mV s⁻¹**

$$H_{\text{ad}} (\text{FCCJ}) = 70.3 \text{ m}^2/\text{g-Pt}$$

$$H_{\text{ad}} (>50\text{mV}) = 80.1 \text{ m}^2/\text{g-Pt}$$

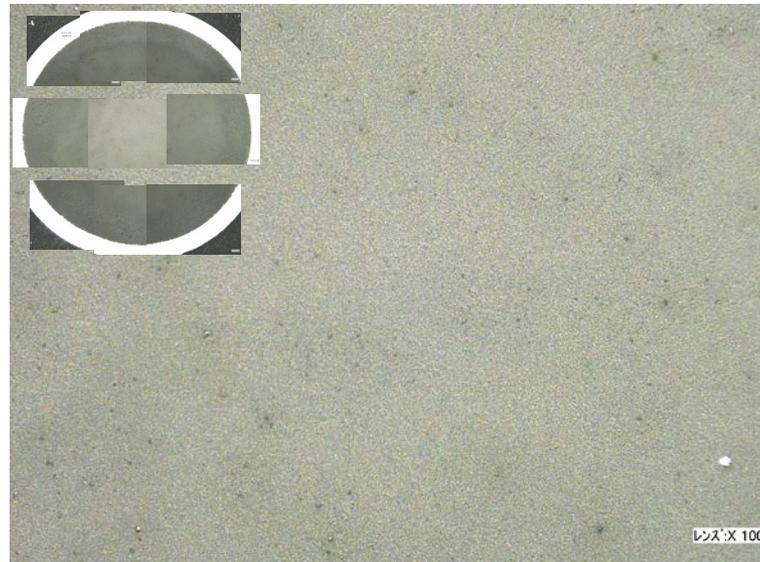
$$H_{\text{de}} = 64.0 \text{ m}^2/\text{g-Pt}$$

Fig.3 Koutecky-Levich プロット
(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)

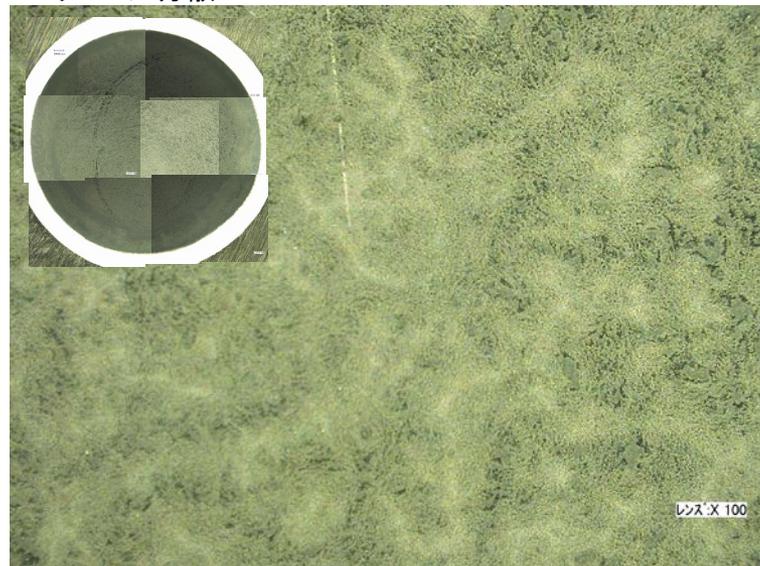


1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度:
@0.85 V; 828.68 A g⁻¹-Pt, 1.018 mA cm⁻²-Pt
@0.90 V; 190.59 A g⁻¹-Pt, 0.2342 mA cm⁻²-Pt
(再現性をみるため複数の結果を場合には
数値を列挙)
2. 縦軸: j^{-1} / A^{-1} が望ましい
3. 横軸: $\omega^{-1/2} / (\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
4. 電流値評価: a. カソード電位走査時,
b. **アノード電位走査時,**
c. その他()

プロパノール分散



エタノール分散



評価条件

1. 酸の純度等: 和光純薬工業(株), 精密分析用, 96.0~98.0%
2. 水の純度等: Millipore, Milli-Q Element A10, 18 M Ω cm
3. 洗ビンの容器の材質: フッ素樹脂製
4. 電解槽および電気化学測定装置名等:
電解槽: 日厚計測製のガラスセル, 電気化学測定装置: 北斗電工製のHSV100
5. 電解槽の容積: 200 mL
6. 電解槽の洗浄方法: 王水にて一晚酸処理後に超純水にて十分に洗浄
7. 回転電極の電極部の大きさ: 直径(6 mm)
8. 試験電極作製法: a. GC電極上にイオノマーと触媒の混合物を載せる
9. 回転電極の試験電極部: Pt/C担持量(17.3 μ g-Pt cm⁻²), イオノマー担持量(0.202 μ L cm⁻²)
10. GC電極上への触媒担持方法:
60°Cにて温めたGC電極上に所定量の触媒インクを一回で滴下し, 室温にて徐々に乾燥させ, その後に減圧加温乾燥を行う
11. 試験電極作製時の加熱温度と時間: 60°C, 30 min
12. ORR特性評価における電解液中での電極の前処理:
室温にて走査速度50 mV s⁻¹, 走査範囲0.05-1.2 V vs. RHE, 30サイクルの条件で電位走引を行う
13. ORR評価測定前酸素吹込時間: 40min
14. ORR評価中の酸素吹込状況: b. 液上部流通
15. 特記事項:

Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

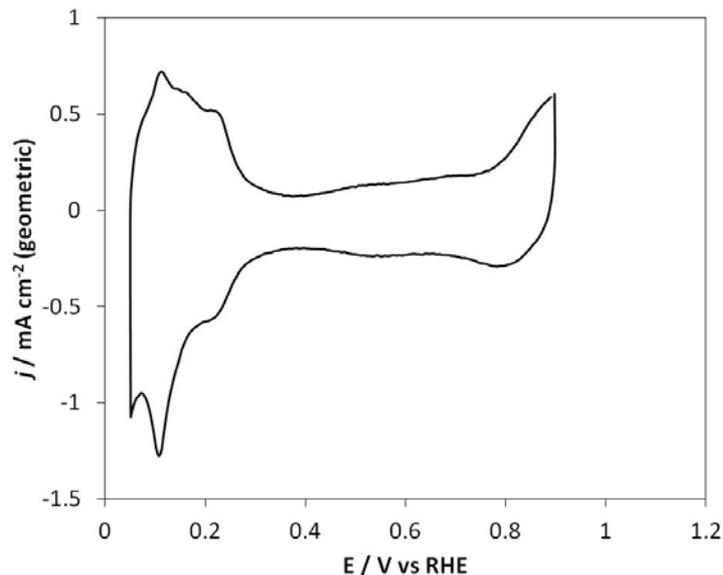
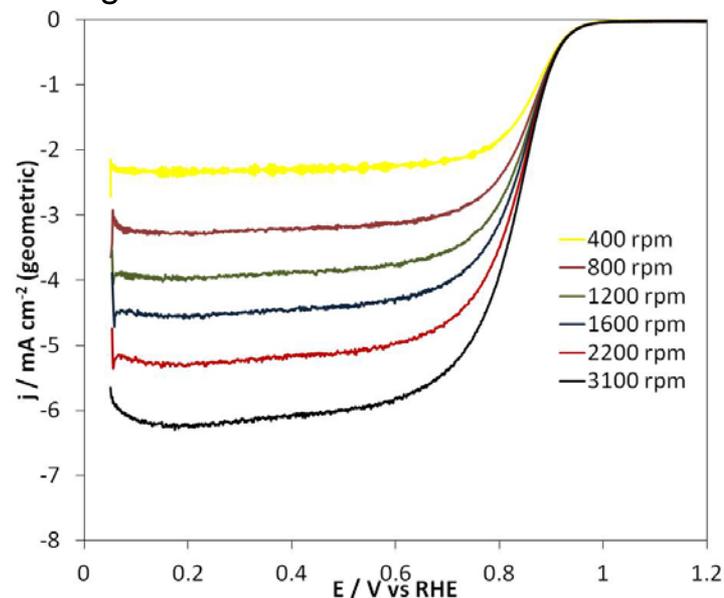


Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム



- 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, d. **FC-T2**, e. FC-J1
- ECSA (電気化学活性比表面積) : $72.2 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ -(Pt/C)
- 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
- 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
- 電解液の種類と濃度: 種類(硫酸)、濃度(0.5 M)
- 電解液量と温度: 液量(約200 mL), 温度(60°C)
- ECSA の評価法 (○印) : a. **水素吸着波**, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他()
- 電位走査速度: 50 mV s^{-1}
- 対極 (○印) : a. Pt板, b. Pt線, c. Pt黒, d. **炭素繊維**
- 参照電極 (○印) : a. **RHE**, b. Ag/AgCl, c. SCE
- 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

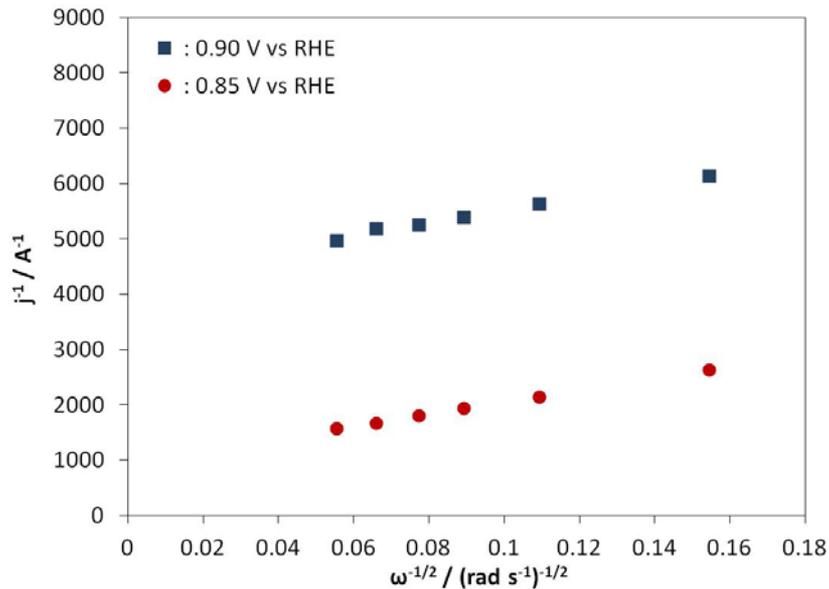
- 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
- 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
- ORR評価の電解液温度 (○印) : a. **60 °C**, b. 60 °C以外で評価した場合の温度(xx °C)
- 電極回転速度: 任意(**3100, 2200, 1600, 1200, 800, 400 rpm**)
- 電位走査速度: 10 mV s^{-1}

$$H_{\text{ad}} (\text{FCCJ}) = 58.2 \text{ m}^2/\text{g-Pt}$$

$$H_{\text{ad}} (>50\text{mV}) = 72.2 \text{ m}^2/\text{g-Pt}$$

$$H_{\text{de}} = 55.1 \text{ m}^2/\text{g-Pt}$$

Fig.3 Koutecky-Levich プロット
(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)

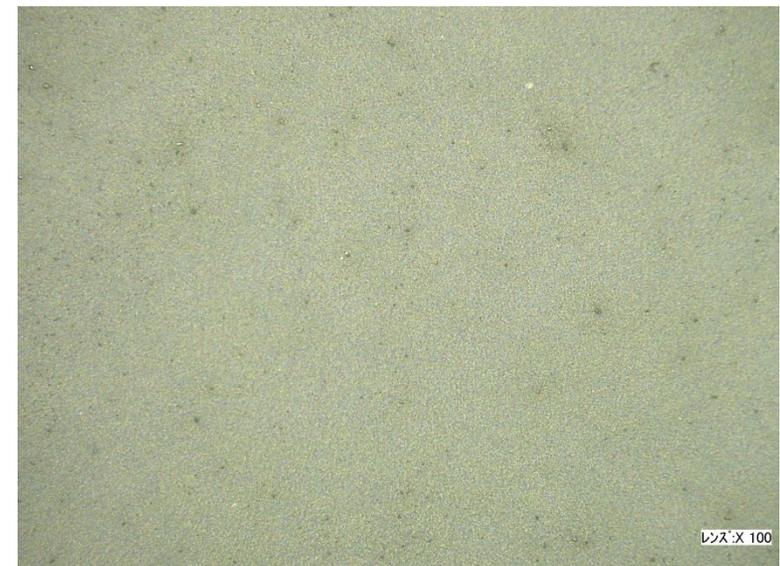


- 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける活性化支配電流密度:
 @0.85 V; 210.91 A g⁻¹-Pt, 0.288 mA cm⁻²-Pt
 @0.90 V; 46.14 A g⁻¹-Pt, 0.063 mA cm⁻²-Pt
 (再現性をみるため複数の結果を場合には数値を列挙)
- 縦軸: j^{-1} / A^{-1} が望ましい
- 横軸: $\omega^{-1/2} / (\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
- 電流値評価: a. カソード電位走査時,
 b. **アノード電位走査時,**
 c. その他()

プロパノール分散(試験前)



プロパノール分散(サイクル試験後)



T 評価条件

1. 酸の純度等: メーカー(メルク), 酸の純度(過塩素酸 70% スupraピュア)
2. 水の純度等: メーカーまたは製造機等(Milli-Q Element)
3. 洗ビンの容器の材質: (本体材質: LDPE、キャップ材質: PP)
4. 電解槽および電気化学測定装置名等: (日厚計測社製)
5. 電解槽の容積: 150 mL
6. 電解槽の洗浄方法: (1. 酸洗浄 2. 中性洗剤+水道水で超音波洗浄 3. 超純水で超音波洗浄)
7. 回転電極の電極部の大きさ: 直径(6 mm), チャンネルフロー電極の場合には電極サイズ等:
(Disk電極 ϕ 6 mm、Ring電極 外径 ϕ 9 mm、内径 ϕ 7 mm のRRDE電極を使用、 N_2 雰囲気ではRingおよびDisk電極は同時に電位走査、 O_2 雰囲気ではRing電極のみ自然電位(約1V)に保持)
8. 試験電極作製法: (a) GC電極上にイオノマーと触媒の混合物を載せる, b. GC電極上に触媒を載せた上にイオノマーを滴下, c. その他)
9. 回転電極の試験電極部: Pt/C担持量(約 $17.3 \mu\text{g cm}^{-2}$), イオノマー担持量($0.203 \mu\text{L cm}^{-2}$)
10. GC電極上への触媒担持方法(一回で担持) 数度に分けて担持、その他の工夫などを簡潔に記述願います):
(中央に少量触媒インクを塗布した後、周囲に少しずつ5回程度に分けて塗布し満遍なく電極上に担持)
11. 試験電極作製時の加熱温度と時間: 60°C , 20 min
12. ORR特性評価における電解液中での電極の前処理:
(200mV s^{-1} の走査速度・ $0.05\text{--}1.20\text{V}$ の電位範囲で、 N_2 雰囲気にて約40サイクル、 O_2 雰囲気にて4サイクル程度)
13. ORR評価測定前酸素吹込時間: 20 min
14. ORR評価中の酸素吹込状況: a, 電解液中に吹き込み (b) 液上部流通, c. 停止, d. その他
()
15. 特記事項:

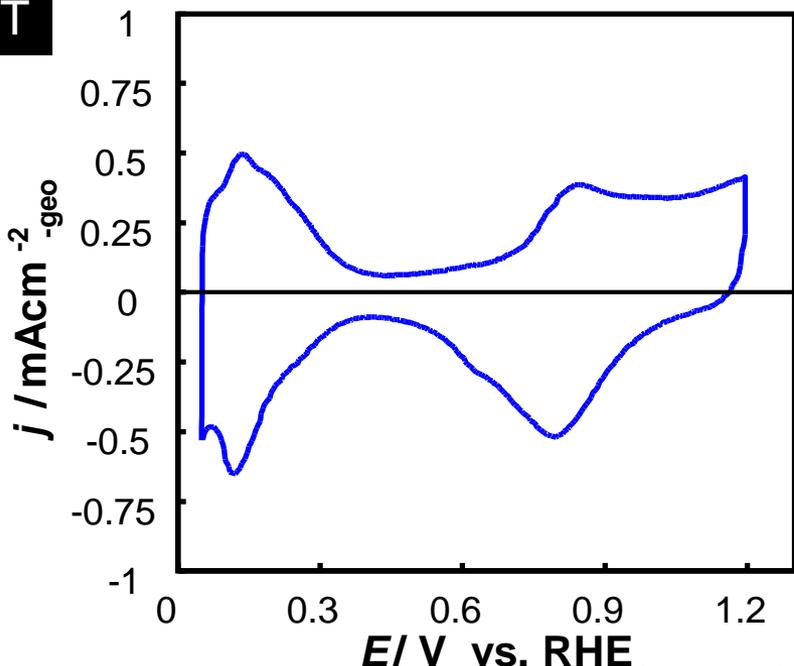


Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

1. 触媒 (○印) : (a) FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, d. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : $51.5 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ -(Pt/C)
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類 (HClO_4)、濃度 (0.1M)
6. 電解液量と温度: 液量 (150 mL), 温度 (60 °C)
7. ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, (b) 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
8. 電位走査速度: 50 mV s^{-1}
9. 対極 (○印) : a. Pt板 (b) Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : (a) RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

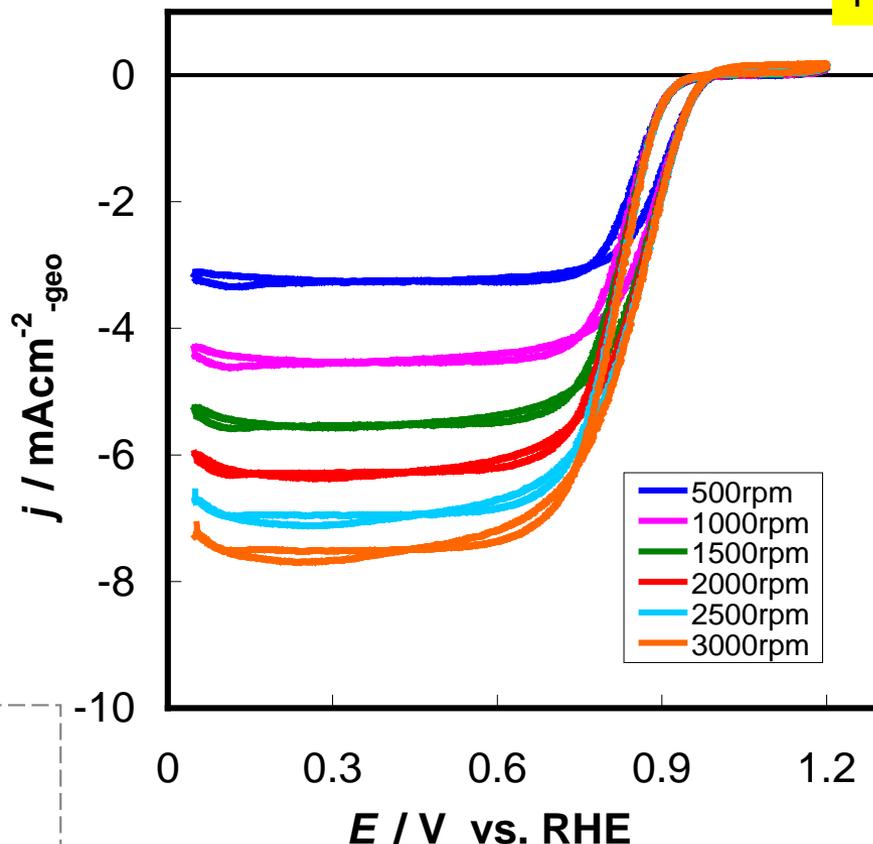


Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) (a) 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度 (xx °C)
4. 電極回転速度: 任意 (例えば500~3000 rpmの範囲で6種類の速度)
500, 1000, 1500, 2000, 2500, 3000 rpm で測定
5. 電位走査速度: 10 mV s^{-1}

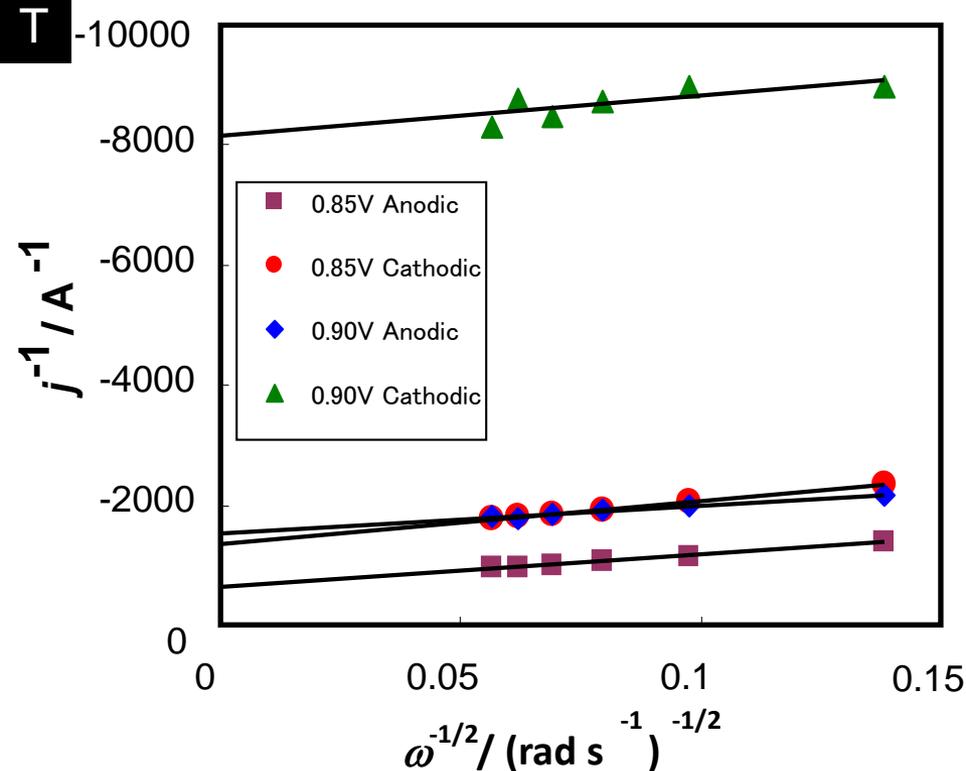


Fig.3 Koutecky-Levich プロット
(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)

- 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける活性化支配電流密度:
 @0.85 V Anodic; $-370 \text{ A g}^{-1}\text{-Pt}$, $-7.17 \times 10^{-4} \text{ A cm}^{-2}\text{-Pt}$
 @0.85 V Cathodic; $-174 \text{ A g}^{-1}\text{-Pt}$, $-3.37 \times 10^{-4} \text{ A cm}^{-2}\text{-Pt}$
 @0.90 V Anodic; $-154 \text{ A g}^{-1}\text{-Pt}$, $-3.00 \times 10^{-4} \text{ A cm}^{-2}\text{-Pt}$
 @0.90 V Cathodic; $-28.9 \text{ A g}^{-1}\text{-Pt}$, $-5.60 \times 10^{-5} \text{ A cm}^{-2}\text{-Pt}$
- 縦軸: j^{-1} / A^{-1} が望ましい
- 横軸: $\omega^{-1/2} / (\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
- 電流値評価: (a) カソード電位走査時,
 (b) アノード電位走査時,
 c. その他()

インク製法

- 触媒を18.58mg 秤量
- 超純水19mLと2-プロパノール6mLの混合溶液(25mL)を秤量した触媒と混合
- 5wt%Nafion 100 μL を2で作った混合溶液と混合した後、氷水中で超音波攪拌

Fig.2 およびFig.3 にのせた測定結果は O_2 雰囲気での測定結果から同じ走査速度で測定した N_2 雰囲気でのバックグラウンドを差し引いた値としています。

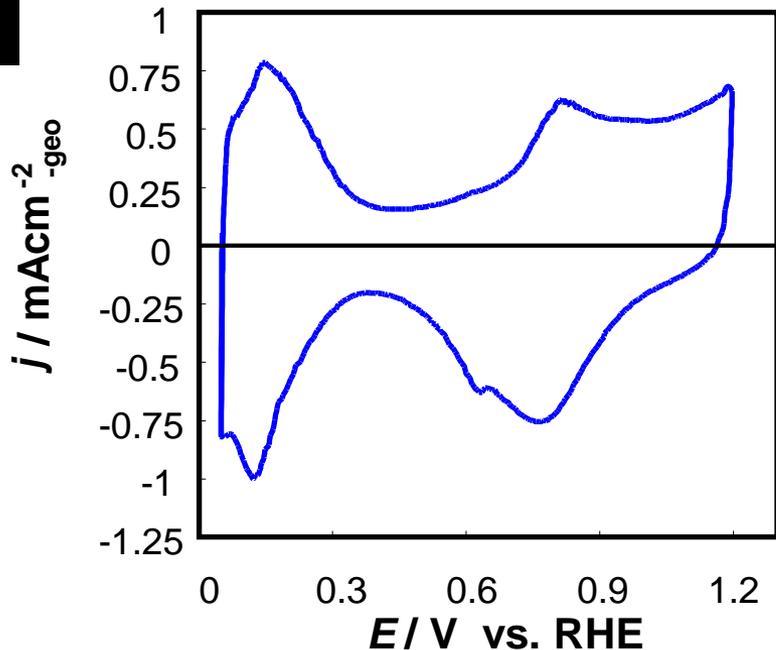


Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, (b.) FC-I2, c. FC-T1, d. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : **74.8** $\text{m}^2 \text{g}^{-1}$ -(Pt/C)
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類 (HClO_4)、濃度 (0.1M)
6. 電解液量と温度: 液量 (**150** mL), 温度 (**60** °C)
7. ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, (b.) 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
8. 電位走査速度: **50** mV s^{-1}
9. 対極 (○印) : a. Pt板, (b.) Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : (a.) RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

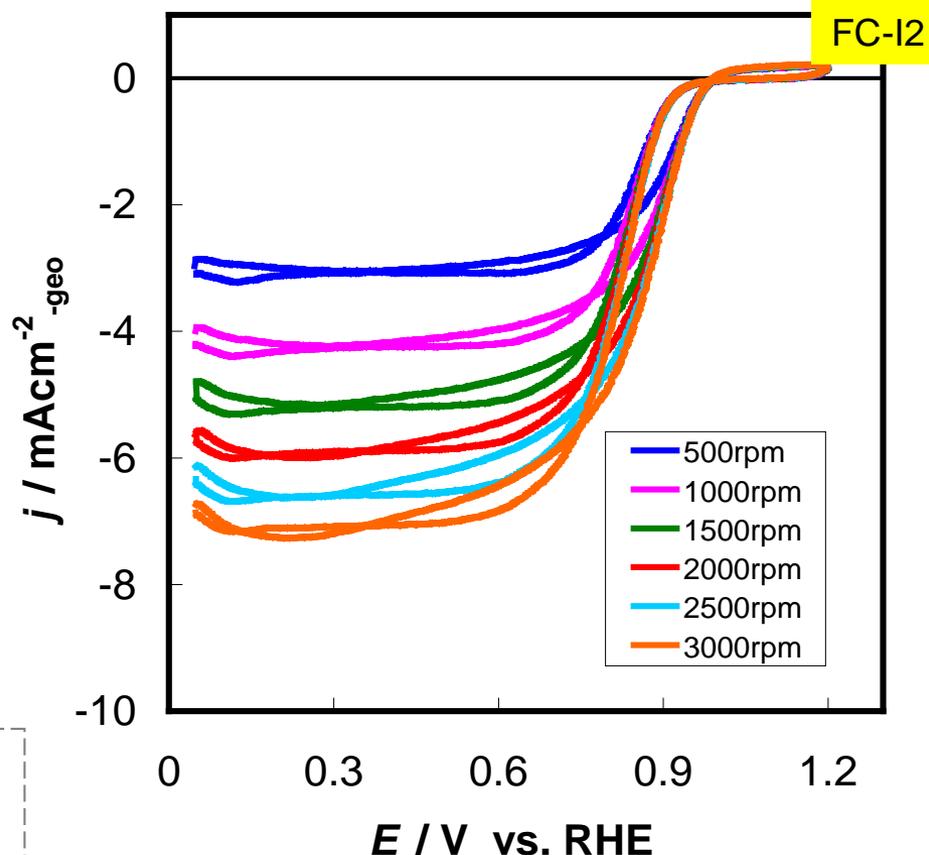


Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : (a.) 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度 (xx °C)
4. 電極回転速度: 任意 (例えば500~3000 rpmの範囲で6種類の速度)
500, 1000, 1500, 2000, 2500, 3000 rpm で測定
5. 電位走査速度: **10** mV s^{-1}

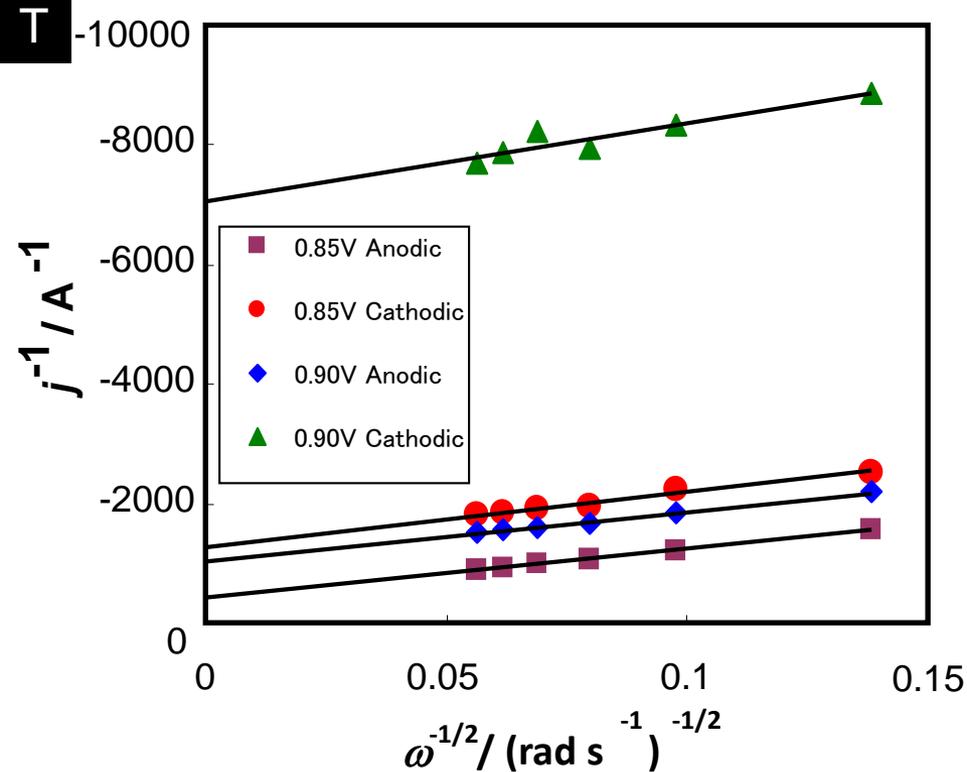


Fig.3 Koutecky-Levich プロット
(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)

- 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける活性化支配電流密度:
 @0.85 V Anodic; $-551 \text{ A g}^{-1}\text{-Pt}$, $-7.36 \times 10^{-4} \text{ A cm}^{-2}\text{-Pt}$
 @0.85 V Cathodic; $-182 \text{ A g}^{-1}\text{-Pt}$, $-2.43 \times 10^{-4} \text{ A cm}^{-2}\text{-Pt}$
 @0.90 V Anodic; $-225 \text{ A g}^{-1}\text{-Pt}$, $-3.01 \times 10^{-4} \text{ A cm}^{-2}\text{-Pt}$
 @0.90 V Cathodic; $-33.2 \text{ A g}^{-1}\text{-Pt}$, $-4.44 \times 10^{-4} \text{ A cm}^{-2}\text{-Pt}$
- 縦軸: j^{-1}/A^{-1} が望ましい
- 横軸: $\omega^{-1/2}/(\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
- 電流値評価: a. カソード電位走査時,
 b. アノード電位走査時,
 c. その他()

インク製作法

- 触媒を18.59mg 秤量
- 超純水19mLと2-プロパノール6mLの混合溶液(25mL)を秤量した触媒と混合
- 5wt%Nafion 100 μL を2で作った混合溶液と混合した後、氷水中で超音波攪拌

Fig.2 およびFig.3 にのせた測定結果は O_2 雰囲気での測定結果から同じ走査速度で測定した N_2 雰囲気でのバックグラウンドを差し引いた値としています。

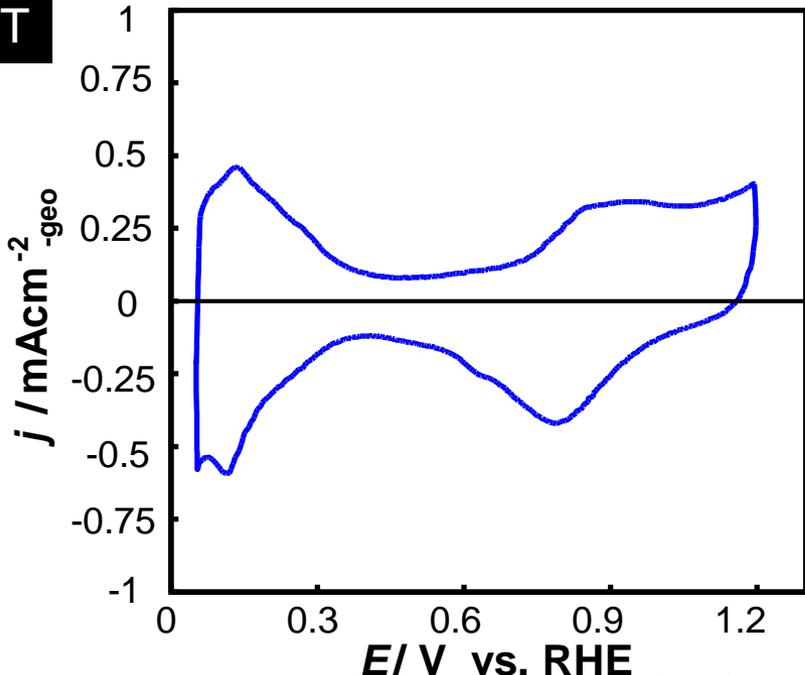


Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, **(c.) FC-T1**, d. FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : **36.3** $\text{m}^2 \text{g}^{-1}$ -(Pt/C)
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類 (HClO_4)、濃度 (0.1M)
6. 電解液量と温度: 液量 (**150 mL**)、温度 (**60 °C**)
7. ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, **(b.)** 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
8. 電位走査速度: **50** mV s^{-1}
9. 対極 (○印) : a. Pt板, **(b.)** Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : **(a.)** RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

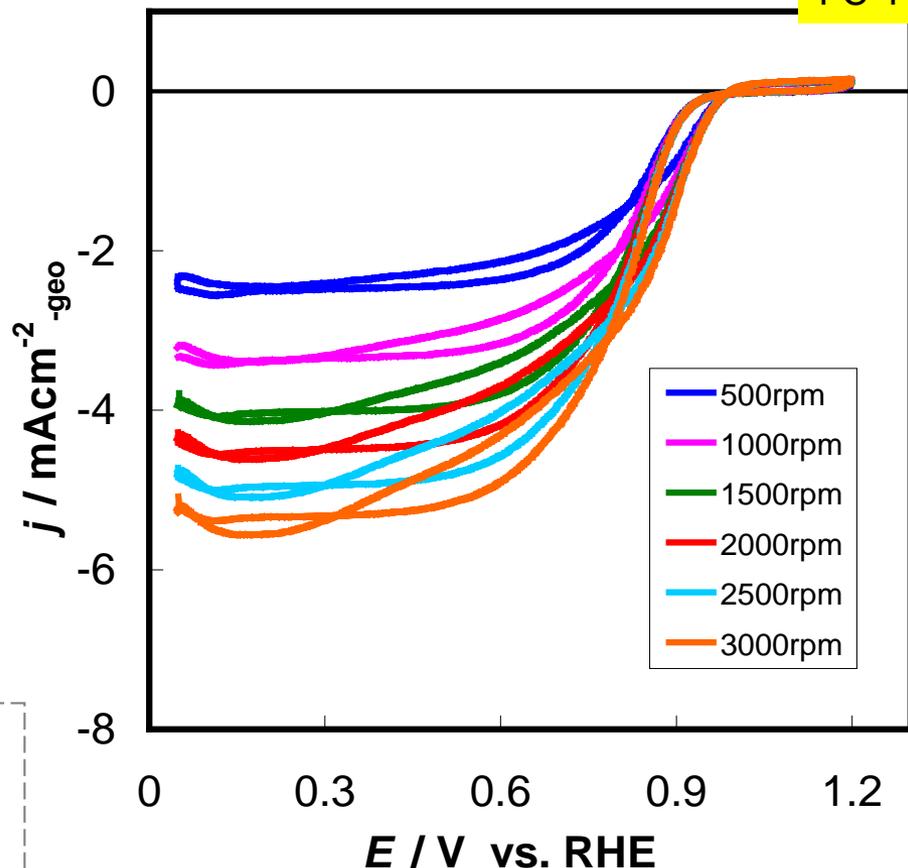


Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) **(a)** 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度 (**xx °C**)
4. 電極回転速度: 任意 (例えば500~3000 rpmの範囲で6種類の速度)
500, 1000, 1500, 2000, 2500, 3000 rpm で測定
5. 電位走査速度: **10** mV s^{-1}

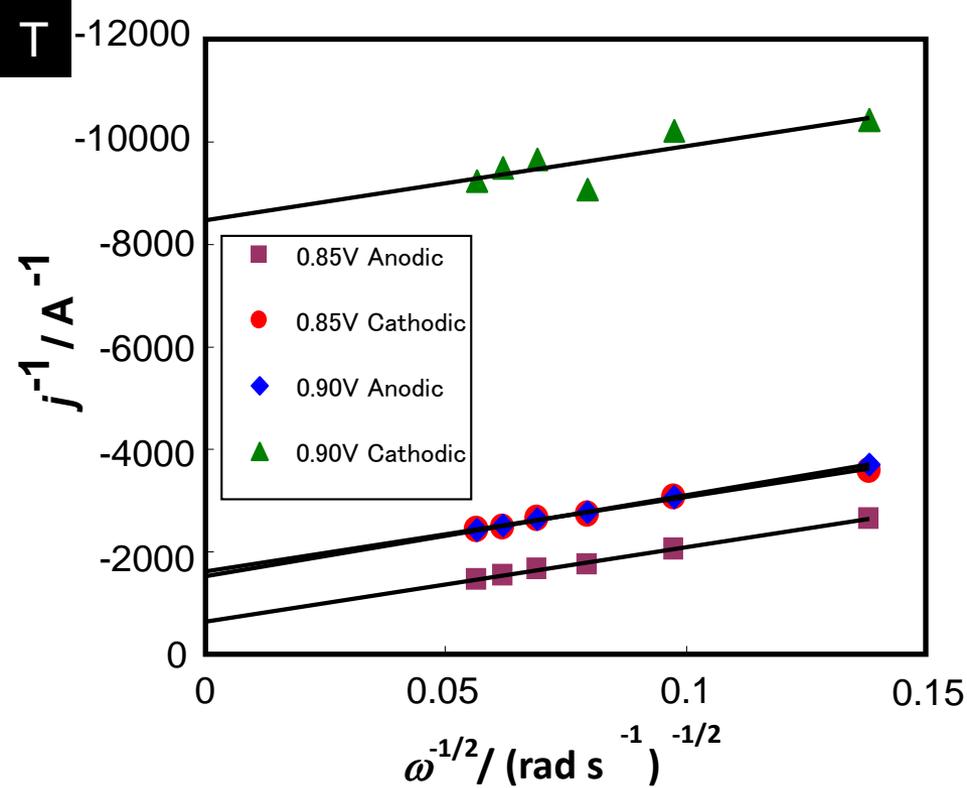


Fig.3 Koutecky-Levich プロット
(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)

- 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度:
 @0.85 V Anodic; $-298 \text{ A g}^{-1}\text{-Pt}$, $-8.23 \times 10^{-4} \text{ A cm}^{-2}\text{-Pt}$
 @0.85 V Cathodic; $-118 \text{ A g}^{-1}\text{-Pt}$, $-8.23 \times 10^{-4} \text{ A cm}^{-2}\text{-Pt}$
 @0.90 V Anodic; $-122 \text{ A g}^{-1}\text{-Pt}$, $-3.37 \times 10^{-4} \text{ A cm}^{-2}\text{-Pt}$
 @0.90 V Cathodic; $-22.2 \text{ A g}^{-1}\text{-Pt}$, $-6.13 \times 10^{-5} \text{ A cm}^{-2}\text{-Pt}$
- 縦軸: j^{-1} / A^{-1} が望ましい
- 横軸: $\omega^{-1/2} / (\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
- 電流値評価: a. カソード電位走査時,
 b. アノード電位走査時,
 c. その他()

インク製作法

- 触媒を18.55mg 秤量
- 超純水19mLと2-プロパノール6mL
の混合溶液(25mL)を秤量した触媒
と混合
- 5wt%Nafion 100 μL を2で作った混
合溶液と混合した後、氷水中で超音
波攪拌

Fig.2 およびFig.3 にのせた測定結
果は O_2 雰囲気での測定結果から同
じ走査速度で測定した N_2 雰囲気
でのバックグラウンドを差し引いた値と
しています。

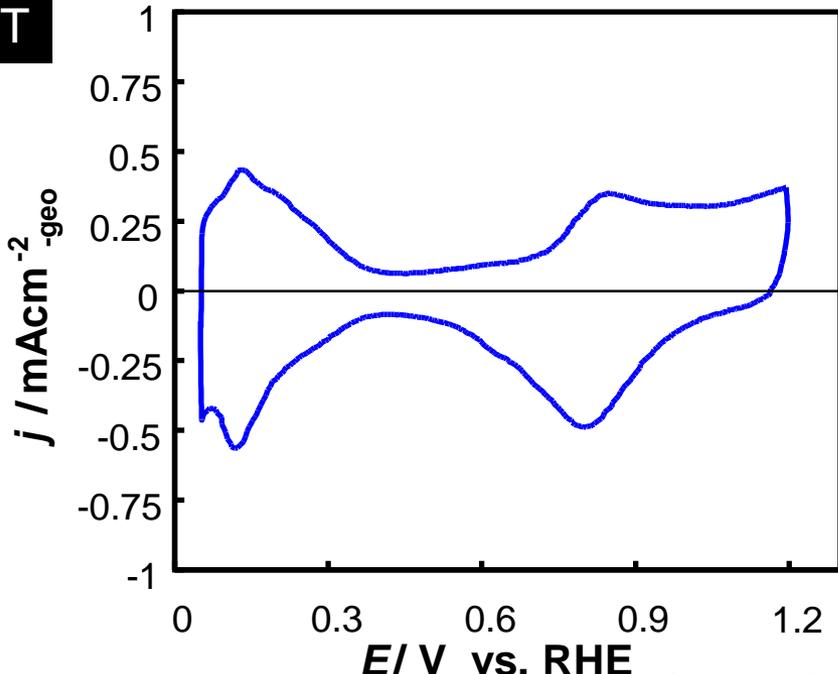


Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

1. 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, (d.) FC-J1
2. ECSA (電気化学活性比表面積) : **44.1** $\text{m}^2 \text{g}^{-1}$ -(Pt/C)
3. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
4. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
5. 電解液の種類と濃度: 種類 (HClO_4)、濃度 (0.1M)
6. 電解液量と温度: 液量 (**150** mL), 温度 (**60** °C)
7. ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, (b.) 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
8. 電位走査速度: **50** mV s^{-1}
9. 対極 (○印) : a. Pt板, (b.) Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
10. 参照電極 (○印) : (a.) RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
11. 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

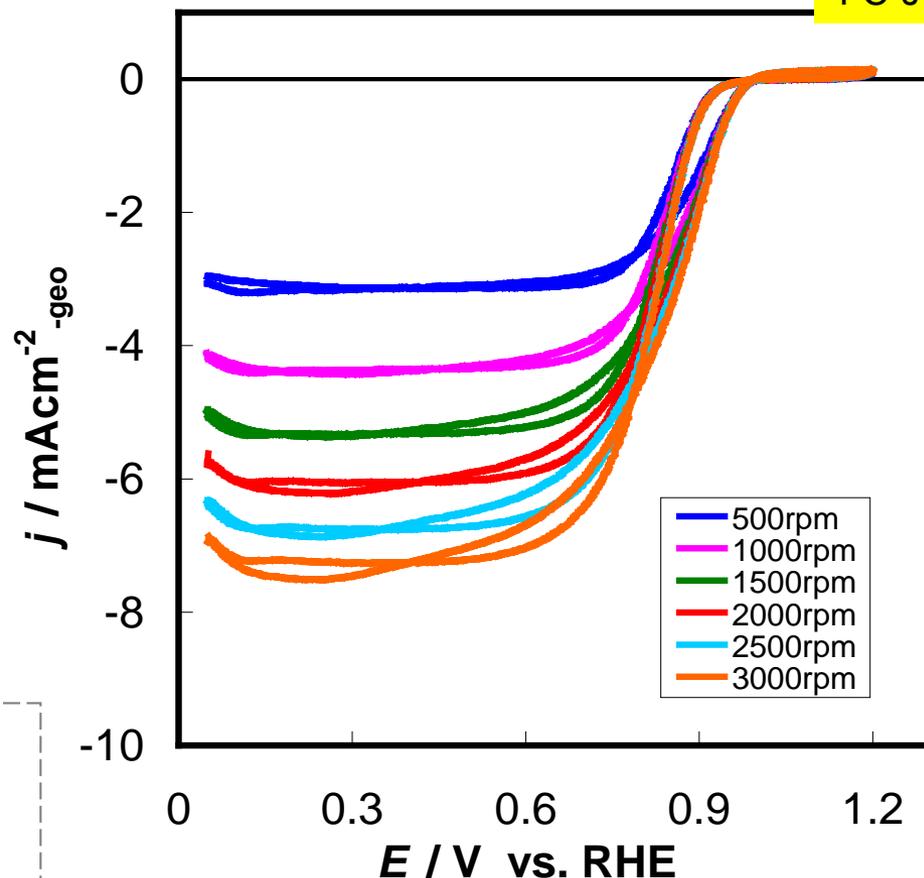


Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

1. 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
2. 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
3. ORR評価の電解液温度 (○印) : (a.) 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度 (xx °C)
4. 電極回転速度: 任意 (例えば500~3000 rpmの範囲で6種類の速度)
500, 1000, 1500, 2000, 2500, 3000 rpm で測定
5. 電位走査速度: **10** mV s^{-1}

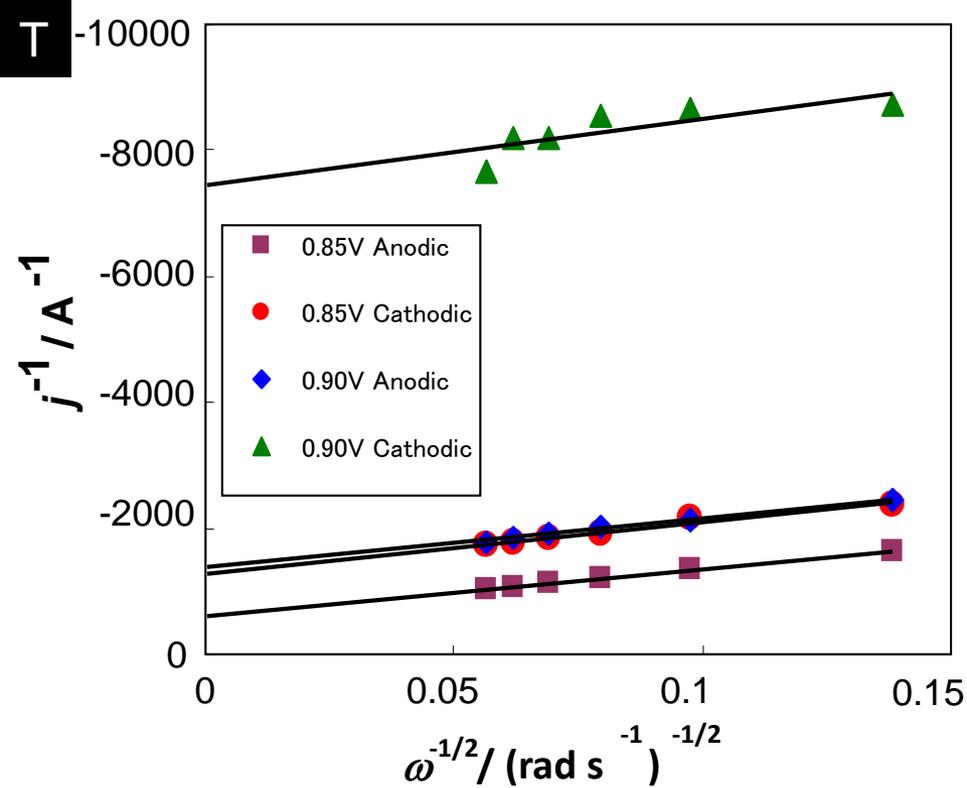


Fig.3 Koutecky-Levich プロット
(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)

1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける
活性化支配電流密度:

@0.85 V Anodic; $-382 \text{ A g}^{-1}\text{-Pt}$, $-8.66 \times 10^{-4} \text{ A cm}^{-2}\text{-Pt}$

@0.85 V Cathodic; $-184 \text{ A g}^{-1}\text{-Pt}$, $-4.16 \times 10^{-4} \text{ A cm}^{-2}\text{-Pt}$

@0.90 V Anodic; $-172 \text{ A g}^{-1}\text{-Pt}$, $-3.90 \times 10^{-4} \text{ A cm}^{-2}\text{-Pt}$

@0.90 V Cathodic; $-31.5 \text{ A g}^{-1}\text{-Pt}$, $-7.14 \times 10^{-5} \text{ A cm}^{-2}\text{-Pt}$

2. 縦軸: j^{-1}/A^{-1} が望ましい

3. 横軸: $\omega^{-1/2}/(\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい

4. 電流値評価: a. カソード電位走査時,

b. アノード電位走査時,

c. その他()

インク製作法

1. 触媒を18.57mg 秤量
2. 超純水19mLと2-プロパノール6mL
の混合溶媒(25mL)を秤量した触媒
と混合
3. 5wt%Nafion 100 μL を2で作った混
合溶液と混合した後、氷水中で超音
波攪拌

Fig.2 およびFig.3 にのせた測定結
果は O_2 雰囲気での測定結果から同
じ走査速度で測定した N_2 雰囲気で
のバックグラウンドを差し引いた値と
しています。

評価条件

1. 酸の純度等: メーカー(**メルク**), 酸の純度(**70%含有**)
2. 水の純度等: メーカーまたは製造機等(**Millipore**), 純度(**18.2 MΩ**)
3. 洗ビンの容器の材質: (**ポリエチレン**)
4. 電解槽および電気化学測定装置名等: (**日厚計測・東陽テクニカ**)
5. 電解槽の容積: **150 mL**
6. 電解槽の洗浄方法: (**FCCJプロトコルに準拠**)
7. 回転電極の電極部の大きさ: 直径(**φ6 mm**), チャンネルフロー電極の場合には電極サイズ等:
()
8. 試験電極作製法: (a) **GC電極上にイオノマーと触媒の混合物を載せる**, b. GC電極上に触媒を載せた上にイオノマーを滴下, c. その他()
9. 回転電極の試験電極部: Pt/C担持量(**17.9 $\mu\text{g cm}^{-2}$**), イオノマー担持量(**364 $\mu\text{L cm}^{-2}$**)
10. GC電極上への触媒担持方法(**一回で担持**) 数度に分けて担持、その他の工夫などを簡潔に記述願います):
()
11. 試験電極作製時の加熱温度と時間: **60°C, 20 min**
12. ORR特性評価における電解液中での電極の前処理:
(**O₂脱気後に高速掃引・200 mV/s・3 cycle・0.05-1.2 V (FCCJプロトコル)**)
13. ORR評価測定前酸素吹込時間: **40 min**
14. ORR評価中の酸素吹込状況: (**電解液中に吹き込み**), b. 液上部流通, c. 停止, d. その他
()
15. 特記事項:

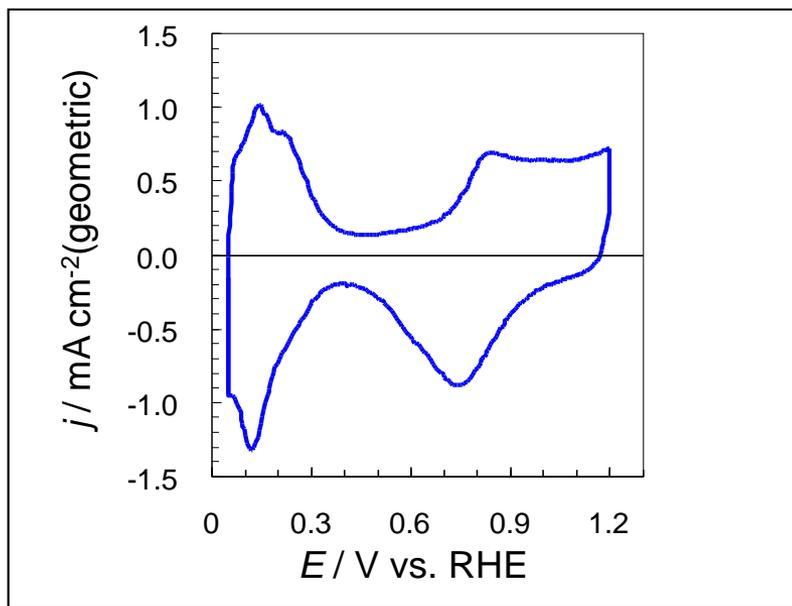


Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

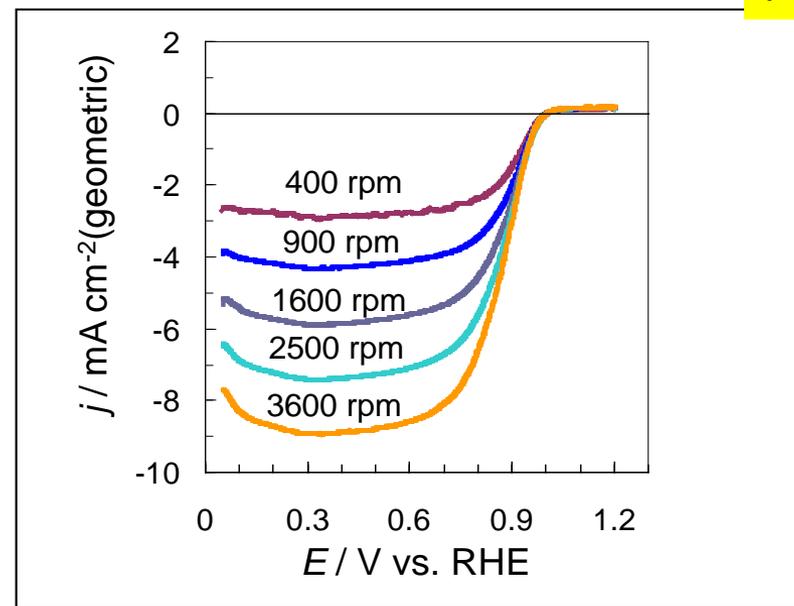
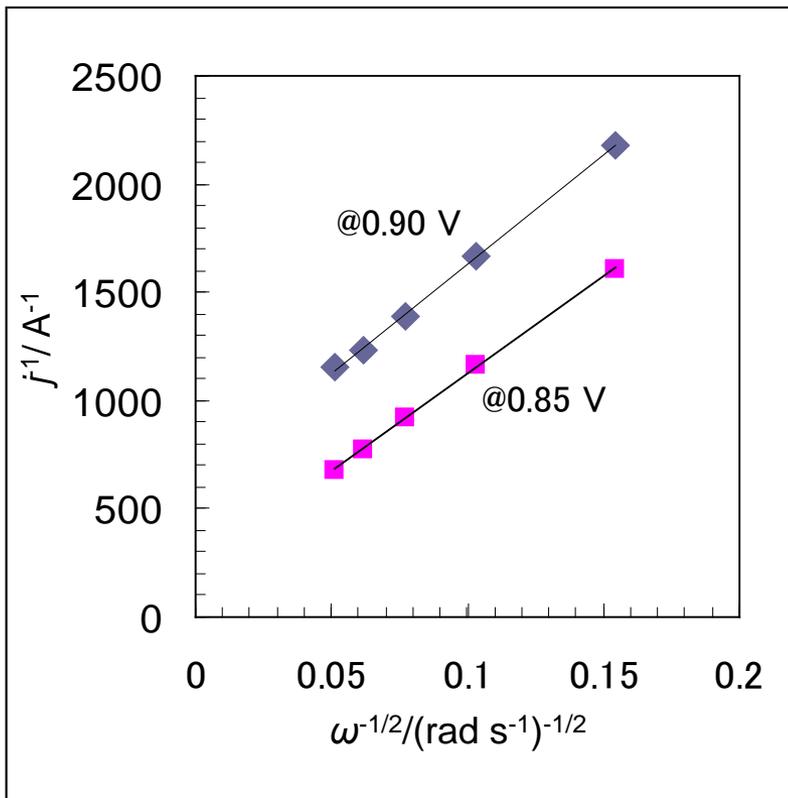


Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

- 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, **d. FC-T2**, e. FC-J1
- ECSA (電気化学活性比表面積) : $89 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}(\text{Pt/C})$
- 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}(\text{geometric})$ が望ましい
- 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
- 電解液の種類と濃度: 種類 (HClO_4)、濃度 (0.1M)
- 電解液量と温度: 液量 (150 mL), 温度 (25 °C)
- ECSA の評価法 (○印) : a. 水素吸着波, **b. 水素脱離波**, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
- 電位走査速度: 50 mV s^{-1}
- 対極 (○印) : a. Pt板, **b. Pt線**, c. Pt黒, d. 炭素繊維
- 参照電極 (○印) : **a. RHE**, b. Ag/AgCl, c. SCE
- 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

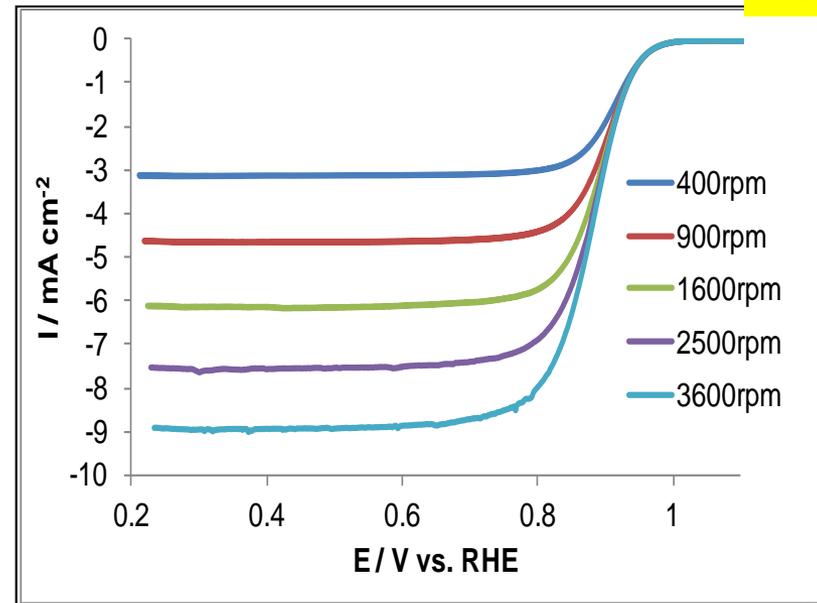
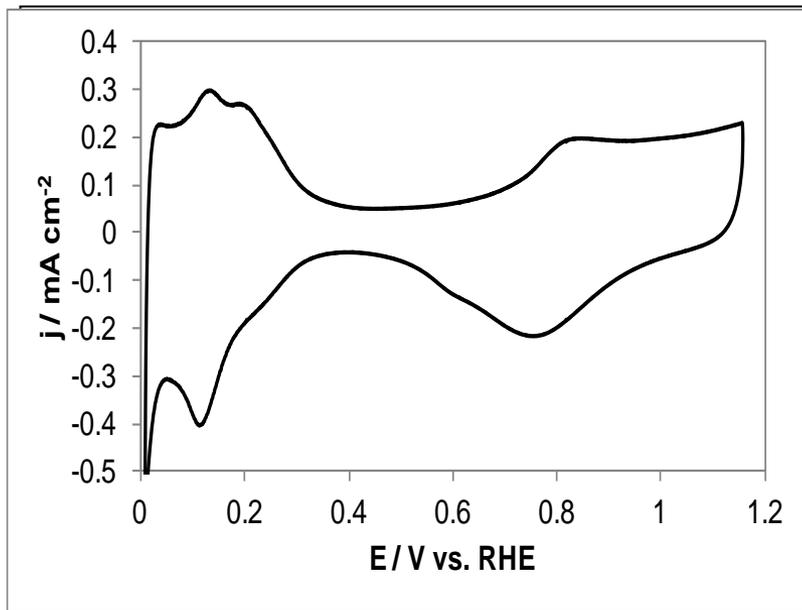
- 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}(\text{geometric})$ が望ましい
- 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
- ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, b. 60 °C以外で評価した場合の温度 (25 °C)
- 電極回転速度: 任意 (例えば500~3000 rpmの範囲で6種類の速度)
- 電位走査速度: 10 mV s^{-1}



1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける活性化支配電流密度:
 @0.85 V; 1029 A g⁻¹-Pt, 1.157 mA cm⁻²-Pt
 @0.90 V ; 335.3 A g⁻¹-Pt, 0.377 mA cm⁻²-Pt
 (再現性をみるため複数の結果を場合には数値を列挙)
2. 縦軸: j^1/A^{-1} が望ましい
3. 横軸: $\omega^{-1/2}/(\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
4. 電流値評価: a. カソード電位走査時,
 (b. アノード電位走査時,
 c. その他()

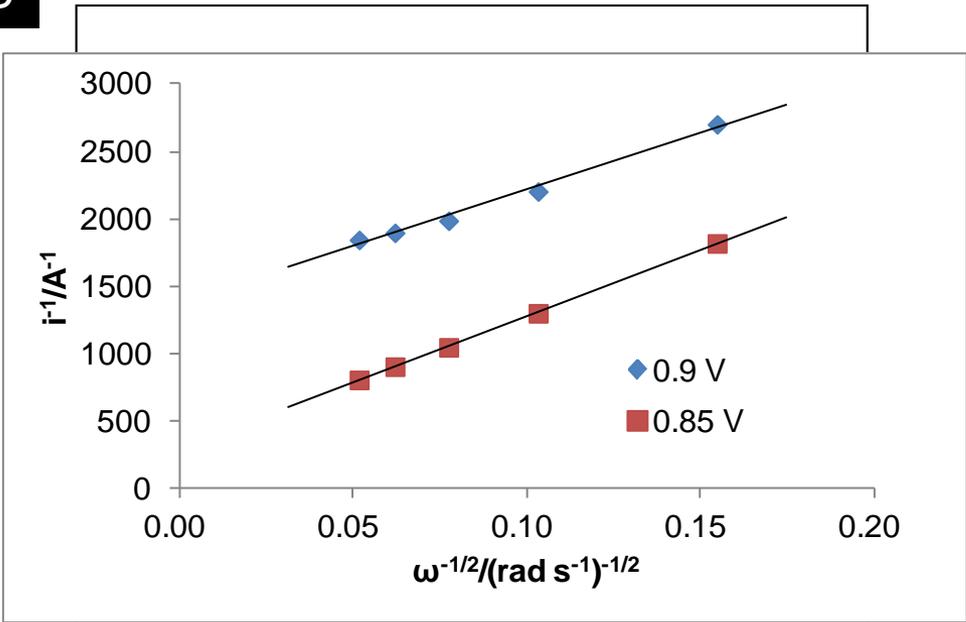
評価条件

1. 酸の純度等：メーカー（関東化学株式会社），酸の純度（ 超高純度試薬 ）
2. 水の純度等：メーカーまたは製造機等（ MILLIPORE Milli-Q SP REAGENT WATER SYSTEM ），純度（ 比抵抗 18.3 M Ω ）
3. 洗ビンの容器の材質：（ PFA ）
4. 電解槽および電気化学測定装置名等：（ 日厚計測社製、 ALS Electrochemical Analyzer Model 842C ）
5. 電解槽の容積： 約200 mL
6. 電解槽の洗浄方法：（ 混酸に一晩浸漬の後、煮沸洗浄3回 ）
7. 回転電極の電極部の大きさ：直径（ 5mm ），チャンネルフロ-電極の場合には電極サイズ等：
（ ）
8. 試験電極作製法： a. GC電極上にイオノマーと触媒の混合物を載せる **b.** GC電極上に触媒を載せた上にイオノマーを滴下, c. その他（ ）
9. 回転電極の試験電極部： Pt/C担持量（ 14 $\mu\text{g}_{\text{Pt}}\text{cm}^{-2}$ ），イオノマー担持量（ 0.05wt% , 23 $\mu\text{L}/\text{cm}^2$ ）
10. GC電極上への触媒担持方法（一回で担持、数度に分けて担持、その他の工夫などを簡潔に記述願います）：
（ 一回で担持 ）
11. 試験電極作製時の加熱温度と時間： 真空乾燥2時間
12. ORR特性評価における電解液中での電極の前処理：
（ 0.05~1.2V vs.RHEの範囲を30サイクル。掃引速度 200 mV/sec ）
13. ORR評価測定前酸素吹込時間： 30 min
14. ORR評価中の酸素吹込状況： a, 電解液中に吹き込み, **b.** 液上部流通, c. 停止, d. その他
（ ）
15. 特記事項：



- 触媒 (○印) : a. FC-I1, b. FC-I2, c. FC-T1, **d. FC-T2**, e. FC-J1
- ECSA (電気化学活性比表面積) : $83.3 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ -(Pt/C)
- 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
- 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
- 電解液の種類と濃度: 種類 (HClO_4)、濃度 (0.1M)
- 電解液量と温度: 液量 (120 mL), 温度 (25 °C)
- ECSA の評価法 (○印) : **a.** 水素吸着波, b. 水素脱離波, c. 吸着COの脱離波, d. その他 ()
- 電位走査速度: 20 mV s^{-1}
- 対極 (○印) : a. Pt板, **b.** Pt線, c. Pt黒, d. 炭素繊維
- 参照電極 (○印) : **a.** RHE, b. Ag/AgCl, c. SCE
- 上限電位、下限電位を変化させて測定した場合には、縦軸を少しずらして同一図に収める

- 縦軸: $j / \text{mA cm}^{-2}$ (geometric) が望ましい
- 横軸: $E / \text{V vs. RHE}$ が望ましい
- ORR評価の電解液温度 (○印) : a. 60 °C, **b.** 60 °C以外で評価した場合の温度 (25 °C)
- 電極回転速度: 任意 (例えば500~3000 rpmの範囲で6種類の速度)
- 電位走査速度: 10 mV s^{-1}



結果、実験方法、評価方法などについて何か付記すべき事項がございましたら、ここに、図、表、写真、文章等で記載してください。次ページにわたってもかまいません。

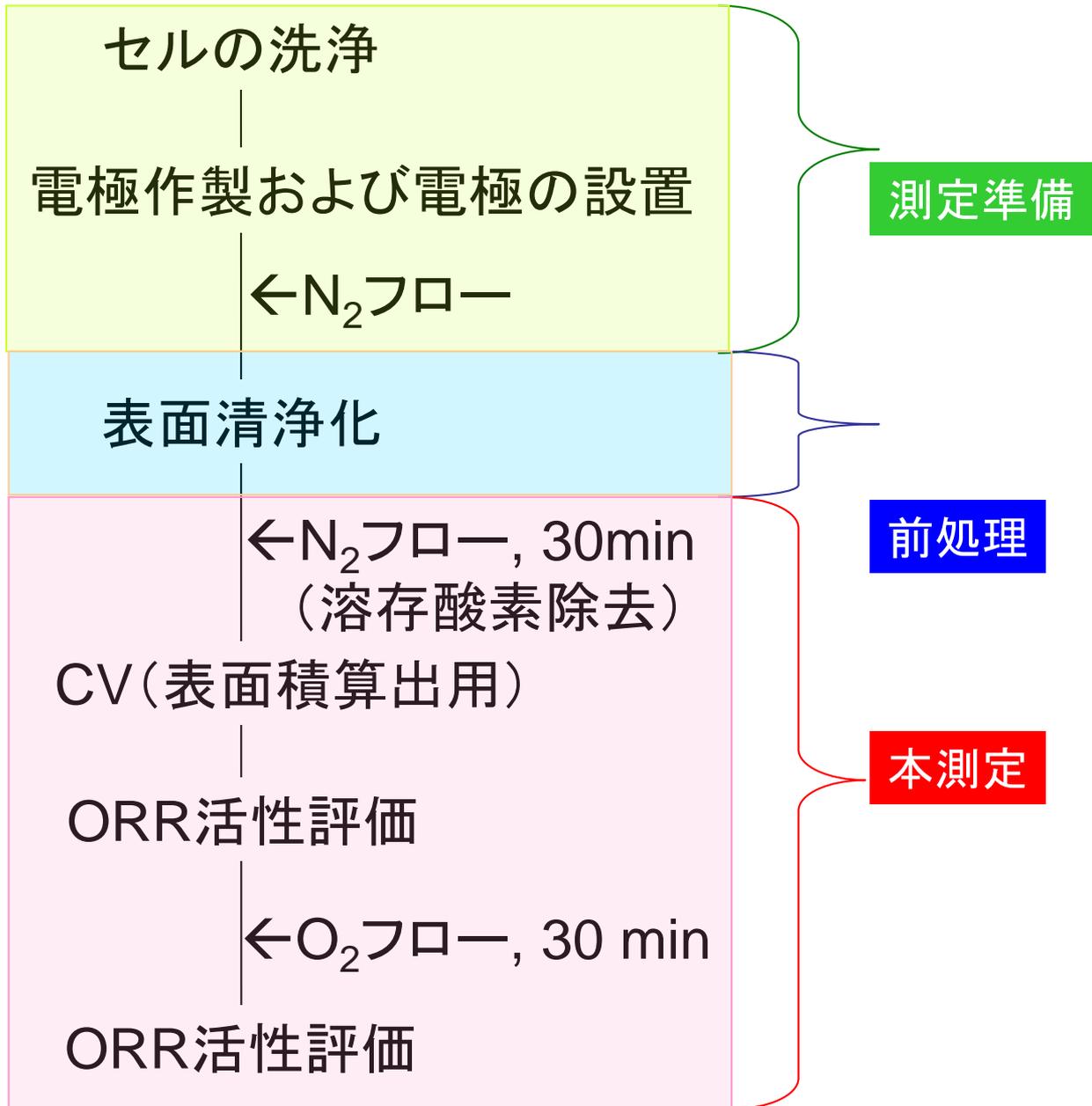
1. 電位 0.85 V および 0.90 V vs. RHEにおける活性化支配電流密度:
 @0.85 V; 1223.3 A g⁻¹-Pt, 1467.7 μA cm⁻²-Pt
 @0.90 V ; 265.3 A g⁻¹-Pt, 318.3 μA cm⁻²-Pt
 (再現性をみるため複数の結果を場合には数値を列挙)
2. 縦軸: j^{-1}/A^{-1} が望ましい
3. 横軸: $\omega^{-1/2}/(\text{rad s}^{-1})^{-1/2}$ が望ましい
4. 電流値評価: a. カソード電位走査時,
 (b) アノード電位走査時,
 c. その他()

O R R 評価法

(FCCJ **プロトコル**)

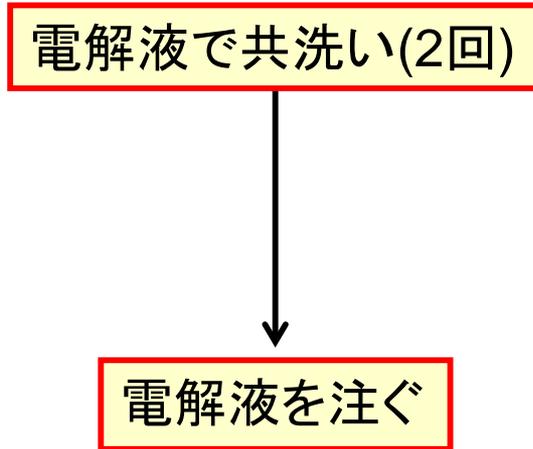
～H23～

ORR測定基本フロー（概略）

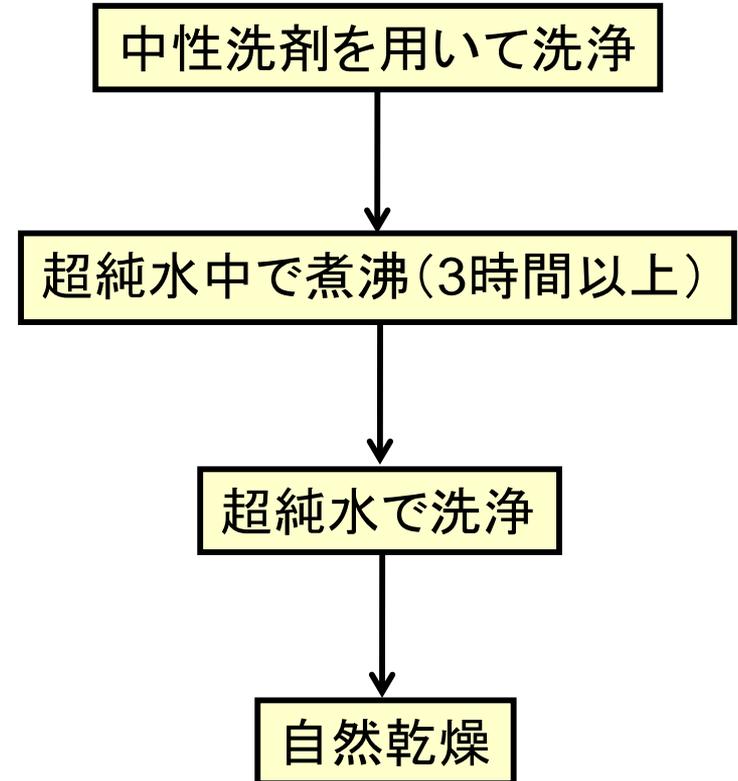


電解セルの洗浄方法

セルの洗浄(毎日)



セル酸洗浄(1カ月に一度程度)



※中性洗剤の影響は未検討
煮沸が効果的であることは確認済み

試験電極の作製法 L①

電極前処理

GC電極 ($\phi 6$ mm, 0.2828 cm²)

アルミナ (3 μ m) で
電極表面を研磨

エタノールで払拭

自然乾燥

GC電極の乾燥
(25°C , 約10分)

試験電極

触媒インク作製

サンプル瓶 (2 mL)

サンプル瓶内に触媒
(FC-I1 : 5 mg)

H₂O 150 μ L
EtOH 150 μ L

5% Nafion分散溶液 50 μ l

超音波照射 (水中, 約15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 1.5 μ L 滴下
(FC-I1は 29.9 $\mu\text{g}_{\text{Pt}}/\text{cm}^2$)

試験電極の作製法 L②, L③

電極前処理

GC電極 ($\phi 6$ mm, 0.2828 cm²)

アルミナ (3 μ m) で
電極表面を研磨

エタノールで払拭

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 (30 mL)

サンプル瓶内に触媒
(FC-I1 : 3.7 mg)

H₂O 3.8 mL
IPA 1.2 mL

5% Nafion分散溶液 20 μ l

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 14.4 μ L 滴下
(FC-I1は 14.8 $\mu\text{g}_{\text{Pt}}/\text{cm}^2$)

試験電極の作製法 L④

電極前処理

GC電極 ($\phi 6$ mm, 0.2828 cm²)

アルミナ (3 μ m) で
電極表面を研磨

エタノールで払拭

自然乾燥

GC電極の乾燥
(25°C , 約10分)

GC電極の乾燥
(25°C , 約10分)

試験電極

触媒インク作製

サンプル瓶 (2 mL)

サンプル瓶内に触媒
(FC-I1 : 5 mg)

H₂O 175 μ L
EtOH 175 μ L

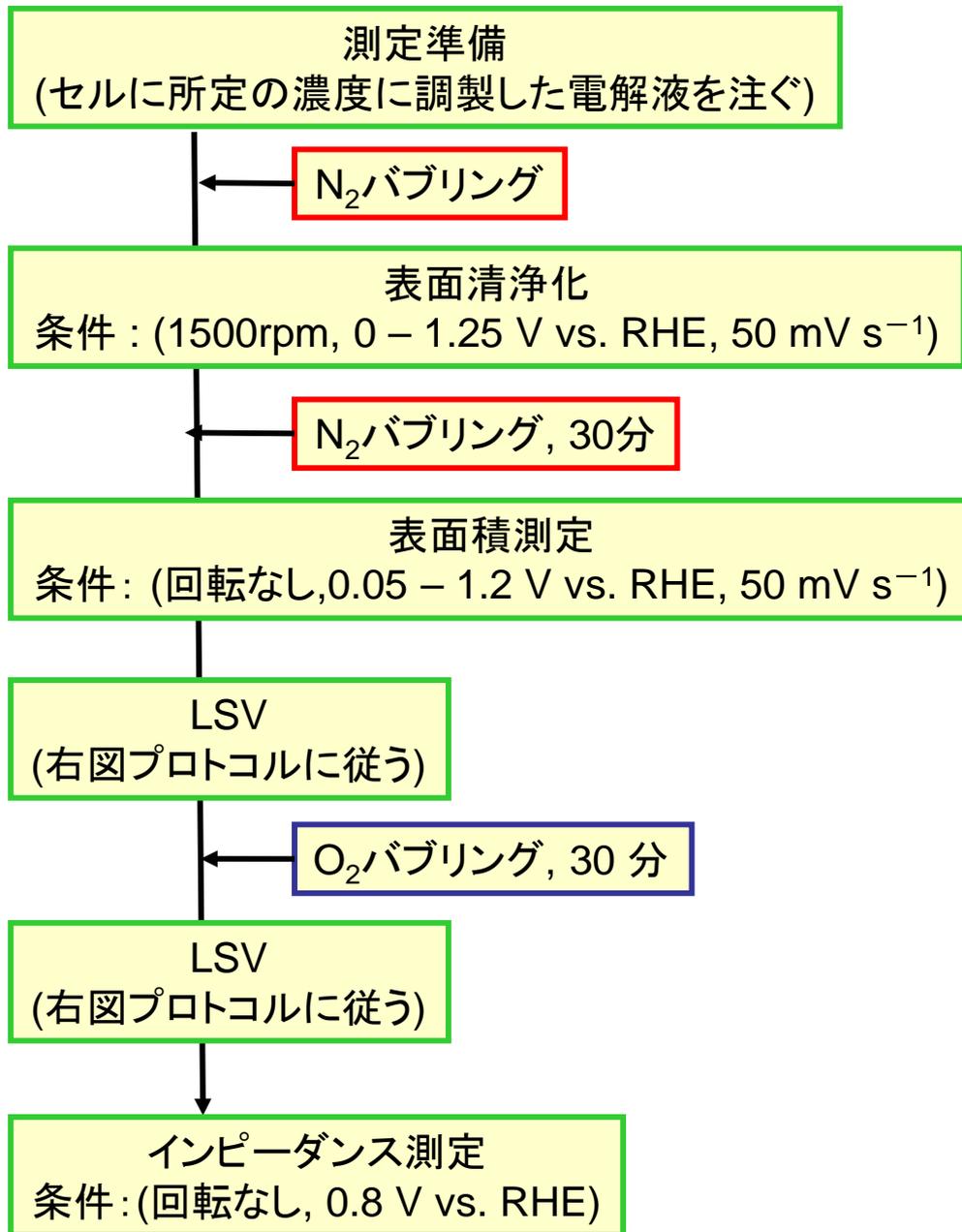
超音波照射 (水中, 約15分)

電極作製

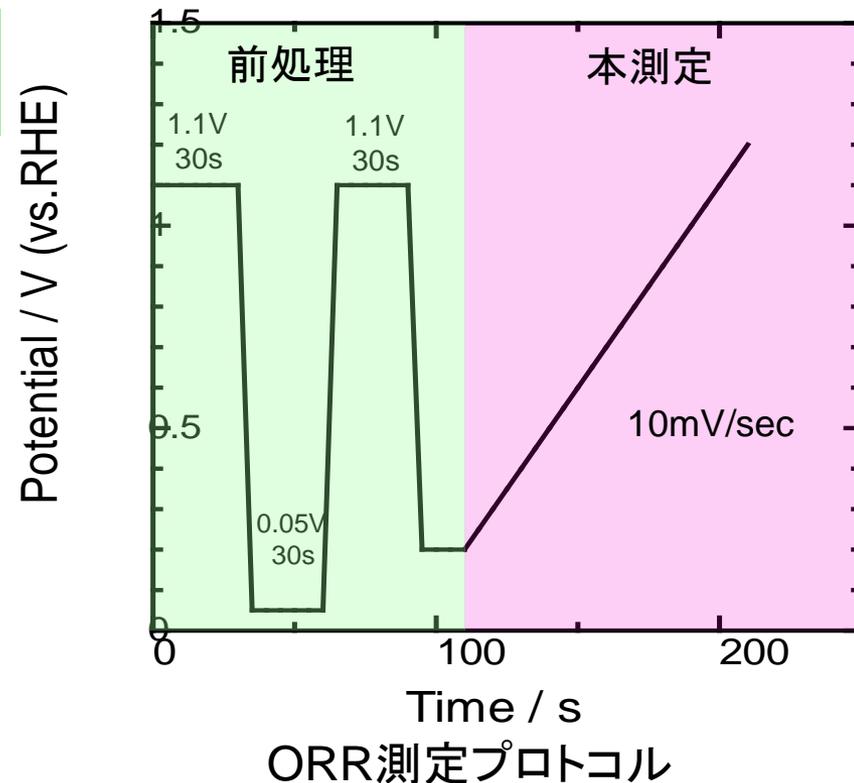
超音波照射直後に触媒インクを
GC電極上にマイクロピペットで 1.5 μ L 滴下
(FC-I1は 29.8 $\mu\text{g}_{\text{-Pt}}/\text{cm}^2$)

0.2% Nafion分散溶液を
GC電極上にマイクロピペットで 5.35 μ L 滴下

測定プロトコル (ORR活性評価、ハーフセル、RDE推奨)



電解液: 0.1 M HClO₄ (25°C)
O₂飽和
回転速度 (400, 500, 650, 900, 1600, 2500 rpm)

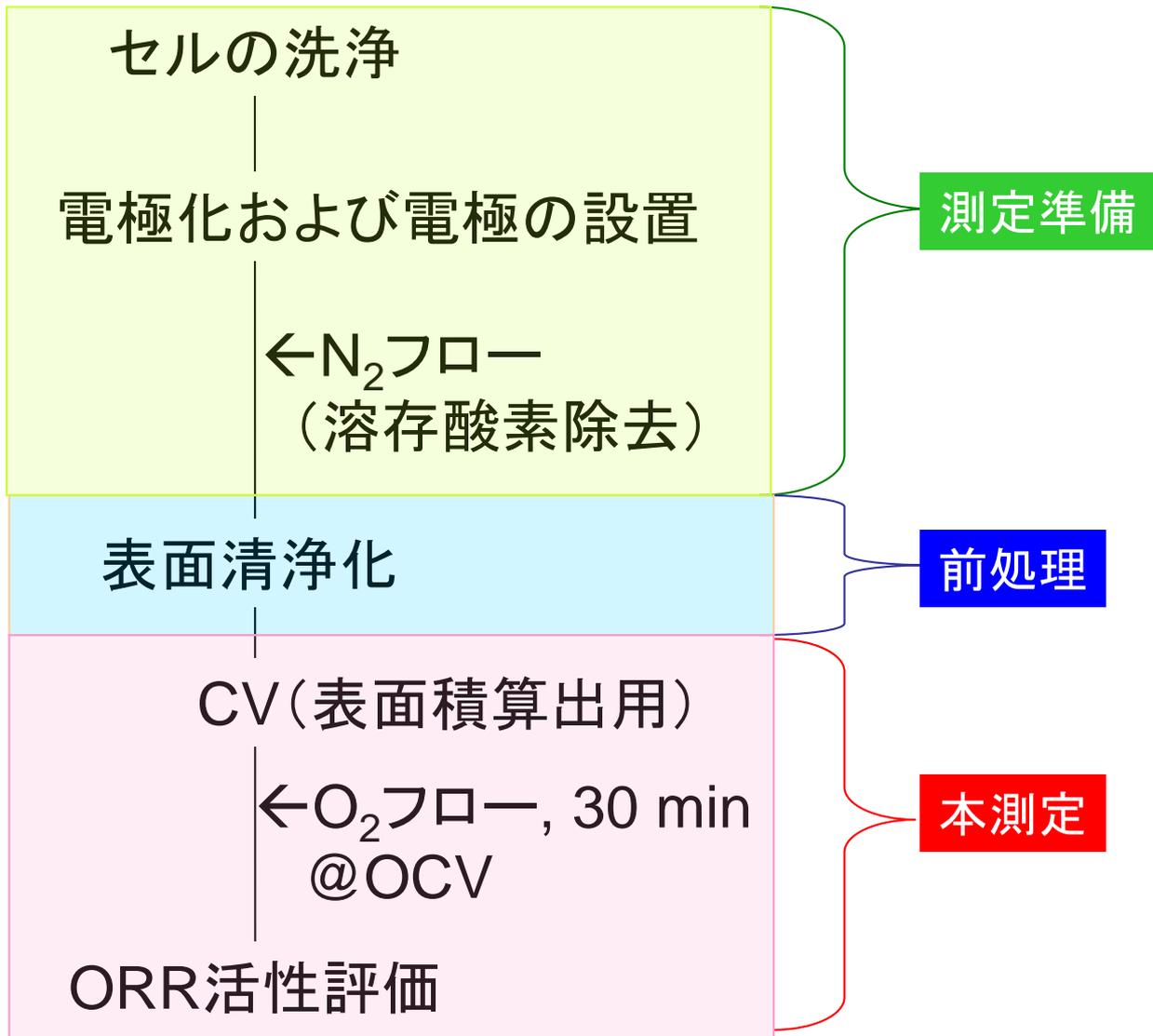


O R R 評価法

(FCCJ **フ**ロトコル)

～H23～

ORR測定基本プロトコル（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)

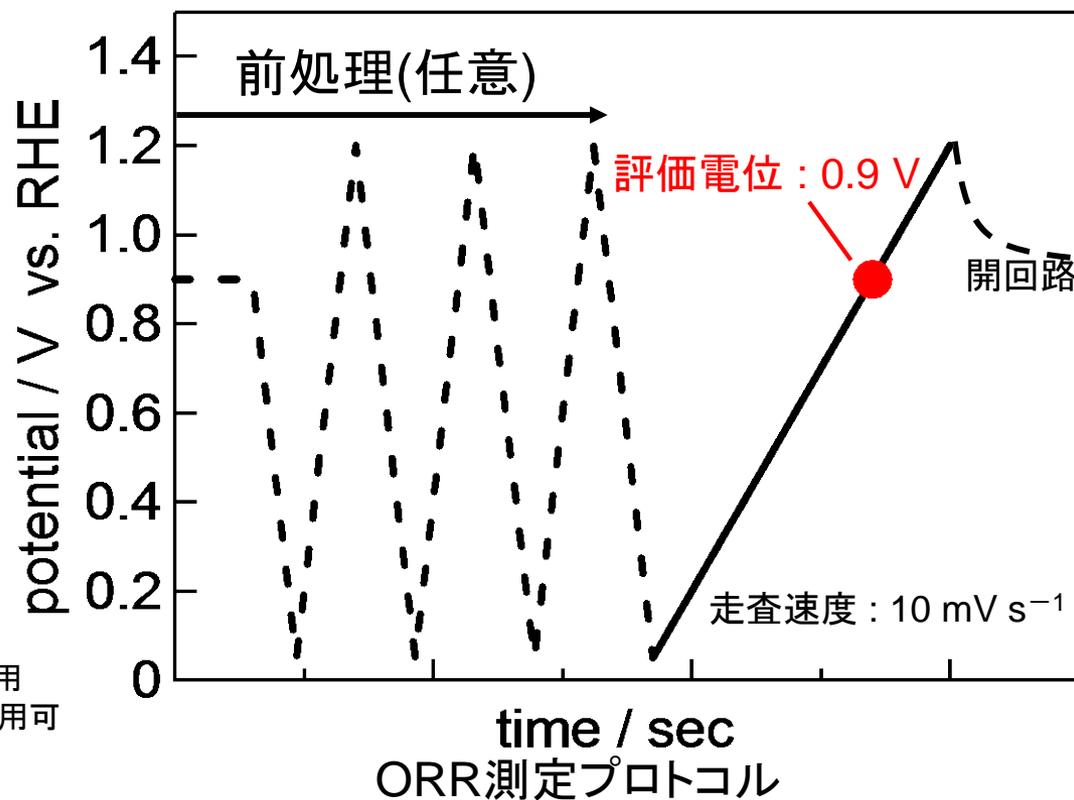
電解液; 0.1 M HClO₄ (25°C)
O₂飽和
回転速度(400, 900, 1600, 2500 rpm)

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)



- 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

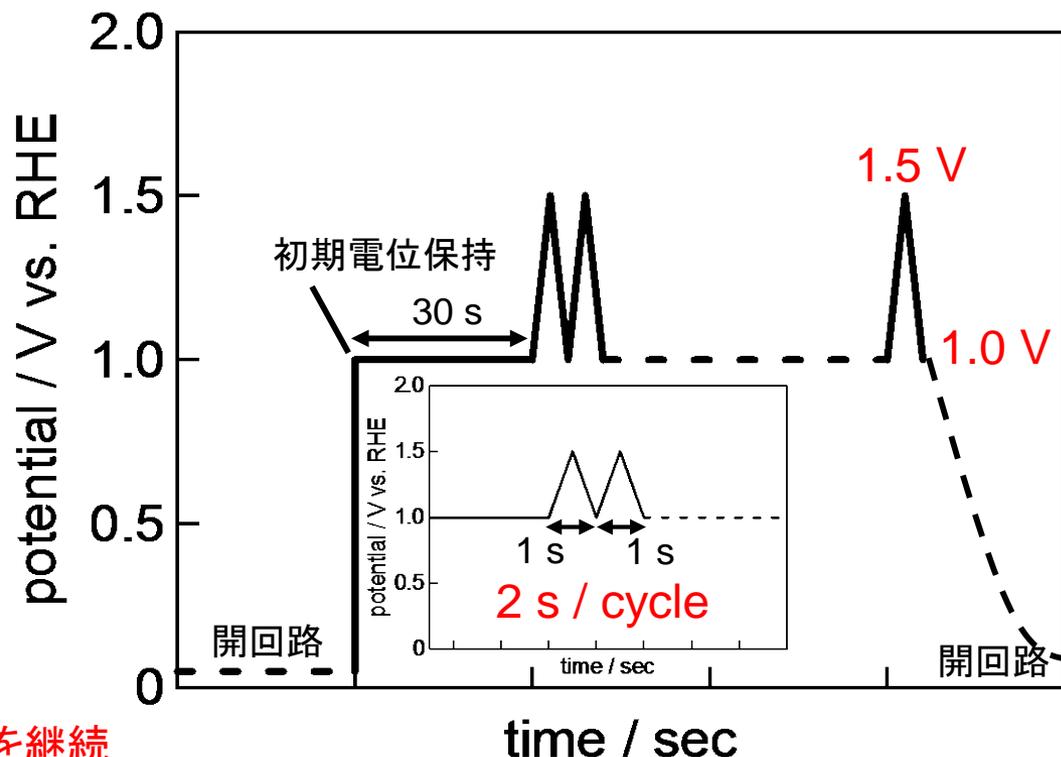
表面清浄化と表面積測定
CV参考条件 : (回転なし, 0.05 – 1.2 V vs. RHE, 50 mV s⁻¹)

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

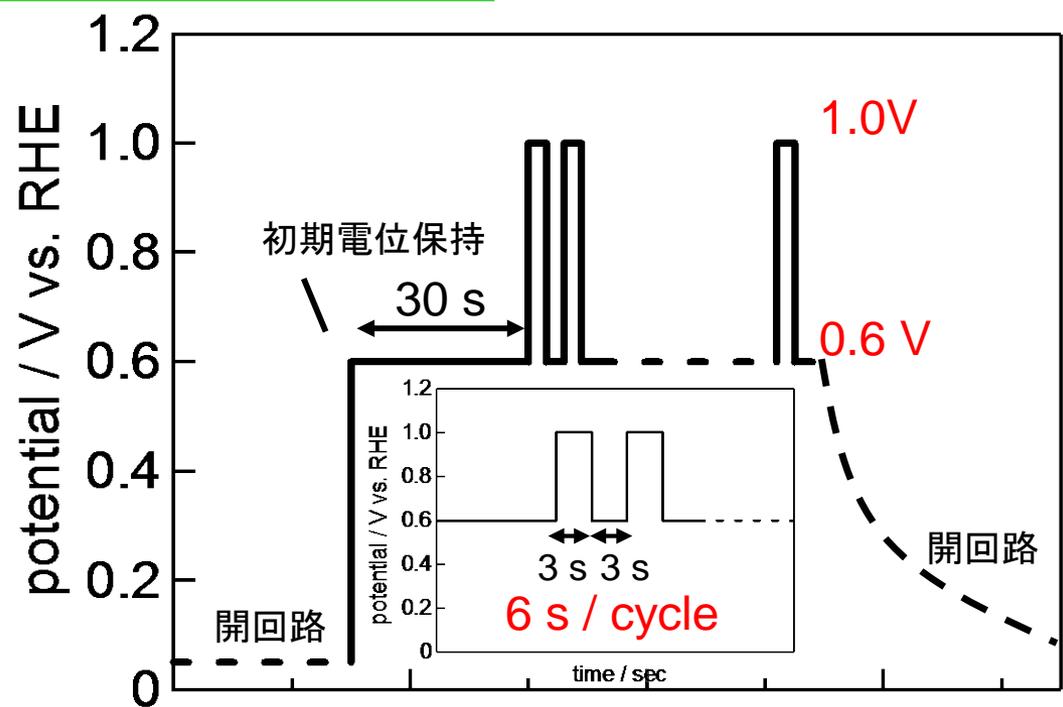
表面清浄化と表面積測定
CV参考条件 : (回転なし, 0.05 – 1.2 V vs. RHE, 50 mV s⁻¹)

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)

番号	項目の内容	概要
A1	電解槽の大きさ	別紙
A2	回転電極の電極部の大きさの影響	別紙
A3	回転電極の電極部の研磨方法と洗浄方法	別紙
A4	電解槽の洗浄方法	燃料電池用電極触媒の活性を測定する電気化学測定は測定系内の汚れの影響を強く受けるため、電解槽の清浄度を保つための洗浄は重要である。 洗浄方法としては、日常保全として超純水による煮沸洗浄を実施し、定期的に電解槽を酸洗浄後に超純水による煮沸洗浄、電解質による共洗いを実施していることが多い。酸洗浄の条件として、酸の種類は濃硫酸、濃硝酸、混酸(硫酸+硝酸)、クロム酸混液、酸洗浄の時間は6時間から一晩、洗浄温度は室温から80°Cが挙げられる。酸洗浄後に洗浄で使った酸を除去するために超純水による煮沸洗浄を実施しているが、この煮沸洗浄で用いる超純水の純度は比抵抗やTOCで管理され、基準として比抵抗 = 18.2 MΩ以上、TOC = 4 ppb以下としている例もある。 FCCJの提案するプロトコルでは、2~3週間に1回の洗浄として電解槽や測定用ガラス器具を濃硫酸への一晩全浸漬、毎日の洗浄として中性洗剤(クリーンエース)での洗浄し、各洗浄後、超純水中での煮沸洗浄(酸洗浄後は3時間以上、毎日の洗浄は30分以上)および超純水中での超音波洗浄を測定前に実施するとしている。超純水による洗浄後、電解液による共洗いを3回実施し、測定用の電解液を注ぐとしている。特に超純水中での煮沸洗浄および超音波洗浄が効果的であることが確認されている。中性洗剤の影響は未検討であるが問題なく測定できることは確認されている。 電解槽の洗浄時に対極を付けたまま洗浄することで対極の洗浄を兼ねることもあるが、洗浄で使う酸を超純水で十分に除去することで問題無く使用できる。
A5	対極の材料(白金線、白金板、炭素繊維等)形、洗浄方法	対極は出来るだけ大きな面積を持ち、かつ安定な材料が望ましい。白金系触媒を回転電極で測定する場合は、通常、回転電極に備え付けの白金対極をそのまま用いればよい場合が多いが、低白金触媒の測定に際しては、後述する非白金触媒の場合のような注意が必要となり、白金を胎教して用いないほうがよいこともある。対極そのものが汚れている場合は、測定中に測定系を汚染してしまうことになるので、前もって王水などで洗浄しておくことが望ましい。セルと一体になっており、取り外しが困難な回転電極装置の場合、通常はセルの洗浄時に対極も洗浄されることになる。セル洗浄液としては、濃硫酸のみ、あるいは濃硫酸と濃硝酸を等量混合した混酸を用いる場合が多い。取り外しが容易な装置の場合には、取り外して個別に洗浄することが望ましい。洗浄後は硫酸が残らないように、純水で十分にリンスすることが必要である。非白金触媒の評価に際しては、白金を対極として用いてはならない。作用極の電位を下げて酸素還元させていくとき、対極の電位は逆に上昇し、酸化物で被覆され電解質への白金イオンの溶解が進行する。電解質中に溶け出した白金イオンは容易に作用極に析出し、非白金触媒が白金で被覆されてしまい、非白金触媒でなくなってしまう。非白金触媒の場合には、表面積の大きな炭素繊維を利用するか、炭素棒や板でも十分大きな面積がとれるように工夫して対極とすることが必要である。炭素材料が必ずしもよいわけではないが、現在のところ他によい候補もないため、炭素が用いられることが多い。
A6	RHEに使用する水素電極と水素について	別紙
A7	電極電位の正確さの確認方法、確認頻度	得られた測定値が尤もらしい値であるとの疑いも持たないことがあるが、測定器はズレルことを前提に管理する必要がある。電気化学測定装置メーカーに依頼すると、国家基準にトレースされた標準器によって校正が実施され校正成績書が発行される。但し、このような校正を頻繁に行なうことは難しい。測定がずれていないことを自主点検する手段を持っていることは、信頼できる測定値を得るためにも好ましいことである。自主点検を実施するには信頼できる基準を持つ必要がある。一般的には定期的に校正された定電圧発生装置や抵抗体を用意し、これらを用いて実際の測定を行ない、正しく計れていることを確認することで自主点検としている。校正または自主点検は使用頻度にもよるが目安として年に一度は実施することが好ましい。
B1	触媒とイオノマーの混合物をGC電極上にキャストする方法の場合	ORR特性はイオノマー中の物質移動、活性点密度、活性点近傍にあるフラックスの量によって影響を受ける。Pt/C触媒をGC電極に載せてからイオノマーを載せる方法とPt/C触媒とイオノマーを混ぜて載せる方法とでは、触媒堆積層(電子の移動、O ₂ の拡散速度)に違いがあり、電気化学測定データにそのことが反映するので比較する際には注意が必要。電極上のPt/C触媒の拡散層の厚さが薄くなると影響は大きく、Koutecky-Levichプロットの傾きが変化する。イオノマーのO ₂ 透過能力は大きいので物性的には10~100 nmの厚さでも問題は無いが、Pt/C触媒の被毒の点からは影響は無視できない。Pt/Cを載せたGC電極にイオノマーを載せると、CVでのH ₂ 吸脱着の波形の形が変化する。これは被毒によるものと考えられる。Pt/C触媒の場合、イオノマー無しでもRDEでの測定は可能であるが、RDEで回転させると触媒がGC電極上から脱落する場所があるので十分に注意することが肝要。基礎研究においてはイオノマー無しで実験することが望ましく、その場合はモデル電極が適している。Pt触媒の基礎研究はできる限りイオノマーの影響を抑えることが重要である。できればイオノマー無しが好ましい。ただし、MEAではイオノマーを用いるため、ハーフセルでの評価でもイオノマー存在下での評価は重要である。
B2	GC電極上にキャストした触媒の上にイオノマーをキャストする方法の場合	別紙
B3	自動電極作製装置とその特長	別紙
B4	GC電極上にキャストした触媒とイオノマーの混合物の乾燥法、加熱温度、加熱時間	GC電極上にキャストした触媒とイオノマーの混合物は、分散液として使用したアルコール(エタノールなど)を飛ばすために加熱する。FCCJプロトコルでは、触媒塗布後にGC電極を60°Cの恒温槽内で15分乾燥させることが推奨されている。RDE電極メーカーは、100°C以上でテフロン製のカバーと電極の間に隙間ができるため、100°C以上の使用は推奨していない。そのため乾燥温度は、分散液に使用したアルコールの種類に合わせて60~100°Cで乾燥させる。

C1	酸の種類(過塩素酸、硫酸)と濃度	異種電解質(HClO ₄ , H ₂ SO ₄)では共にアニオンの特異吸着が起こるが、特にH ₂ SO ₄ では、酸素還元活性に及ぼす影響が大きい。多結晶の場合、面の配向にもよるが、0.1M HClO ₄ に対して0.1M H ₂ SO ₄ 中でのORR活性(0.90V)は約1/10となる。さらに濃度に対するアニオン特異吸着による質量増加をEQCM法で確認。また、0.1M HClO ₄ に対し、0.5M HClO ₄ 中でのORR活性は約15%減少する。このことから、0.5M H ₂ SO ₄ 中ではさらにORR活性が低下することが予測される。従って、使用する電解質としてはH ₂ SO ₄ よりはHClO ₄ が望ましく、さらにその濃度は0.1M以下であることが望ましい。
C2	酸の純度(不純物、影響)	関東化学、UGR及び特級のHClO ₄ 、Merck、Suprapurクラスの高純度HClO ₄ の3種を検討。1M HClO ₄ 溶液(超純水使用)中でのCVIによる溶液純度確認(不純物吸着電位に保持後、清浄化電極のCVと比較)を行った結果、UGR、特級クラスの試薬では吸着水素の酸化電量が20%も減少するほどの不純物の含有を確認。Suprapurでは、3%未満程度で、酸素還元活性にはほとんど影響しない範囲と考えられ、Suprapurクラスの純度試薬を用いることが望ましい。ただし、電解液を精製すれば、UGRや特級クラスでも使用可。
C3	水の純度	超純水(18.2 MΩ, 26 °C)および純水(5.1 MΩ, 26 °C)で0.1M HClO ₄ 溶液(電解質:HClO ₄ , Suprapur)により純度チェックを行った。超純水を用いた場合、吸着水素の酸化電量の変化は3%未満。これに対して、純水を用いた電解液中では30%もの変化がある。よって、18MΩ程度の超純水を用いることが望ましい。
C4	洗ビン容器の材質について	使用する場合、セルなどのガラス器具と同様に洗浄したものを使用する。有機溶剤、アルコール類、強酸、弱アルカリ、純水等ハンドリングの良い材料としてPFAが挙げられる。不純物の混入を気にするのであれば、使用しないのが一番望ましい。
D1	電解液の温度	FCCJでは25°Cを推奨するが、目的に応じて高温(60-80°C)で測定される場合もある。温度は材料自身の状態、反応・劣化速度にも影響を与え、高温にする事でFCの実使用環境に近い環境下での測定が可能となる。但し、装置の腐食が問題となる為、実施には注意が必要である。
D2	電解液中での電極の前処理法について	前処理の目的は触媒表面のクリーニングと安定な再現性のある表面状態を得ることである。触媒によって最適の前処理条件が異なるが、一般的なカーボン担持白金ナノ粒子触媒についてはFCCJの参考条件である0.05~0.1. 2V vs RHE 50mV/sにおいては数十サイクルがあれば安定的な波形が得られるはず(例えば20~50回)。1. 2Vの電位が若干高いと思われるが、白金表面に吸着された有機物の除去には有効と考えられている。なお、酸素還元活性などの本測定の直前における触媒の保持電位と時間は測定結果に影響することが多く、電位、時間など各パラメータへの依存を検討することによって触媒活性と安定性をより把握できると考えられている。
D3	電気化学有効表面積の評価法、電位走査範囲、走査回数、吸着波か脱離波か	FCCJは吸着波(二重層領域から水素発生電流の立ち上がり直前の極立ちまでの範囲の電量を210 μC/cm ² を用いて換算)を使うが、論文では脱離波も多い。吸着波の場合、耐久性試験後に水素吸着波が明瞭でない場合がある。このような場合はCO吸着も有用であるが、水素吸着波から求めたECSAとCOストリッピングで必ずしもイコールではないので注意が必要である。FCCJプロトコルでは電位走査範囲は50-900 mV vs RHE, 50 mV/s, 5 cycleとなっている。吸着量は温度によっても異なる(高温程低下)する。飽和吸着に近い25°Cで測定するのが望ましい。
D4	電解液中への酸素吹き込み時間	
D5	ORR電流評価法、走査電位範囲、速度	別紙
D6	アノードリック走査時の電流値とカソードリック走査時の電流値との違い	別紙
D7	IR補正が必要な場合、補正の方法	別紙
D8	Jkの算出方法	別紙

A1. 電解槽の大きさ

RRDE 測定では電極を電解液中で回転させて電気化学測定を行うが、この際、電極上で発生する電解液の対流が問題となる。電極上での電解液の対流は層流になっていることが必要であり、乱流状態では補足率が変化する。このため、乱流状態では層流を仮定した Koutecky-Levich 式が適用できなくなる。電解液内の反応や反応物と生成物の吸着等がない場合、捕捉率は回転数に依らず一定であり、RRDE のディスク電極の半径とリング電極の内外径で決定される。一般的には、 $\text{Fe}(\text{CN})_6^{3-}/\text{Fe}(\text{CN})_6^{4-}$ レドックス系を用いて求めた実測値が使われる。いずれにしても、回転数によって補足率に変化がないことを確認しておく必要がある。

上述したように電極上で発生する電解液の対流を層流とし、補足率を一定にすることが重要であるが、この補足率(対流)に対して電解槽の大きさが影響を与える。電解槽の大きさとして重要な指標は単純なセル容積ではなく、RRDE の直径とセルの内径の比率である。一定の回転数であっても、RRDE の直径に対してセルの内径が小さい場合、電解液に波が生じて対流に悪影響を及ぼす。同志社大学で使用している RRDE の直径は 14 mm、セルの内径は 65 mm であり(容積は約 200 ml)、2500 rpm までは電解液に波は発生しない構造となっている。一般的には、セル容積として 200 ml~300 ml のものが使用されている。

A2. 回転電極の電極部の大きさの影響

一般的な電極の大きさは直径が 6 mm である。直径 3 mm 程度の小さい電極もあるが、キャストできる触媒量が減少して測定に誤差が生じやすい。

Pt/C 触媒は微粉末であるため、RRDE 法で測定する場合、GC ディスク電極上に薄く均一にキャストして用いる(Schmidt 法)。具体的には、Pt/C 触媒を超音波洗浄機により溶媒中に分散させ、その懸濁液をディスク電極上に所定の担持量になるようにキャストし、その後溶媒を蒸発させて担持する。一般的な分散溶媒としてエタノール、水/エタノール混合溶媒や水/イソプロピルアルコール混合溶媒などが用いられ、金属 Pt として 5~20 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ の担持密度で GC ディスク上に担持する。Pt/C 触媒はナノ粒子であり、分散溶媒が蒸発する際ディスク電極上で凝集しやすい。触媒をできるだけ薄くかつ高分散に GC ディスク電極上に担持することが、触媒活性を正確に評価する鍵となる。山梨大学では、エタノール/水の混合溶媒を用いて Pt/C 触媒を GC 電極上にキャストし、飽和エタノール雰囲気ですべて乾燥させることにより GC 電極上に Pt/C 触媒を高分散担持させている。同志社大学では、粘度が高く蒸発速度が遅い 1-ヘキサノールを分散溶媒に用い、室温乾燥後、真空乾燥させる方法で均一担持を行なっている。重要な点は、急激に分散溶媒を乾燥させないことである。キャストした触媒層の乾燥状態は季節による湿度変化の影響も受けるようで、同志社大学では、触媒をキャストした GC 電極をシリカゲルを入れたデシケータ内で乾燥させる方法も取り入れている。また、触媒の種類によっても分散状態は異なることが多いため、担持条件を最適化する必要がある。さらに、担持密度が極端に多かたり少なかたりすると良好な分散状態が得られず、適切な担持密度で触媒を担持することも重要である。

Pt/C 触媒を GC ディスク上に担持し、そのまま電極を溶液中で回転させると触媒微粒子が脱落しやすい。これを回避するため、GC 電極上に触媒担持後、Nafion 等のイオノマーを薄くコーティングする。しかし、イオノマー厚みが厚くなりすぎると酸素拡散に悪影響を与える。酸素拡散層の厚さは回転数に依存するが、通常の RRDE 測定の回転数では十数 μm ~数十 μm の範囲である。したがって、溶液中の拡散層内の拡散定数だけで酸素供給が議論できるよう、イオノマーの厚みを 0.1 μm 以下で塗布することが好ましい。イオノマーの影響については、B2 を参照されたい。また、触媒懸濁液に Nafion 溶液を所定濃度で添加し、触媒担持と同時にイオノマーを塗布する方法も用いられている。

A3. 回転電極の電極部の研磨方法と洗浄方法

まず、RRDE の基本構成を簡単に説明する。RRDE は円筒形のホルダーにディスク電極とリング電極が埋め込まれた構成をしている。ホルダー材料として、耐酸性の高いポリテトラフルオロエチレン(PTFE)、ペーフルオロアルコキシフッ素樹脂(PFA)およびポリエーテル・エーテル・ケトン(PEEK)が用いられる。RRDE では、電極の回転軸が中心となるように円形のディスク電極が配置され、その同心円状にリング形の電極(リング電極)が同一平面に設置されている。ディスク電極としては、酸素還元反応への電極触媒活性が低く、研磨により表面再現性の得やすいグラッシーカーボン(GC)が用いられ、この電極上に触媒を薄く高分散担持して用いる。また、リング電極材料には酸素還元反応中に生じる過酸化水素を検出する目的で Pt が一般的に用いられる。同志社大学で使用している RRDE は日厚計測製のもので、GC ディスク電極の幾何学的面積は 0.28 cm^2 (GC 直径 : 6.0 mm)、Pt リング電極幅は 1.0 mm、GC ディスク電極と Pt リング電極の間隔は 0.5 mm である。

触媒担持前の RRDE の前処理として、研磨による平滑化を行う。通常の使用では、電極を超純水で水洗後、アルミナ微粒子が均一にコーティングされている市販のポリマーシートで粗研磨後、仕上げにアルミナ微粒子スラリーを用いてバフ研磨する。最終的には、人の顔が映るまで平滑鏡面化する。同志社大学では、ポリマーシート(#3000, #4000 : 住友スリーエム製)で粗研磨後、アルミナ微粒子スラリー(1.0 μm , 0.3 μm : Baikalo社製)で仕上げ研磨を行っている。研磨時の圧力が大きすぎると、電極と高分子樹脂製ホルダーのギャップにアルミナ微粒子が入り込んで平滑な電極面が得られず、測定に支障をきたすので注意が必要である。アルミナ微粒子スラリーによる仕上げ研磨時間は 30 秒前後である。仕上げ研磨時間が長くなると研磨粉がギャップに埋め込まれる場合があるため、短時間で仕上げ研磨を行う。また、電極購入後の初回使用時、あるいは電極に荒れが見られた場合、水を適量滴下した#2000 程度(場合によっては粗い#600)の研磨紙で粗研磨してから上記の平滑化を行う。

上記の研磨工程では、RRDE を回転装置(あるいは市販の攪拌用モーター)に取り付け、電極を回転させた状態で研磨紙(布)を軽く指で押し当てて行う。こうすることで、電極回転軸に対して電極面を垂直に保った状態で研磨することが可能である。特にポリマーシートによる粗研磨では、研磨シートを均一に電極面に接触させることが重要である。接触が不均一な場合、電極部が凸形状になるため注意を要する。ポリマーシートを手で押さえて電極に接触させる方法もあるが、ラボラトリージャッキと水平器を用いてポリマーシートを電極に接触させる方法もある。この方法では比較的均一な接触が得られやすく、良好な粗研磨が可能である。ラボラトリージャッキを用いた粗研磨でも、研磨初期にポリマーシート上の研磨痕が同心円になっていることを確認することが必要である。

研磨後、アルミナ微粒子およびその分散溶媒等を取り除くため超純水中で RRDE を超音波洗浄する。ただし、長時間の超音波照射は RRDE を損傷させることがあるため、短時間で行うことが好ましい。

電極を繰り返し使用すると、劣化や損傷を生じる。電極の状態を調べるため、定期的に GC のバックグラウンド測定(N_2 雰囲気での CV 測定)を行い、CV のボルタモグラムからチェックすることが好ましい。観測される二重層の大きさで判定でき、大きくなると表面が荒れるなど劣化が進行している。また、GC とテフロンホルダーのあいだに隙間が生じると、CV が斜めになるため判定できる。

A6 可逆水素電極 (RHE)

燃料電池用電極触媒の評価のための参照極は、評価する系を乱すような物質を持ち込まないこと、使用している電解質の pH によらずに電極の過電圧が分かると便利であることから、可逆水素電極 (Reversible Hydrogen Electrode, RHE) あるいは RHE に準ずる参照極を用いることが多い。また、pH 応答性の無い Ag/AgCl のような金属/難溶性金属塩電極を用いた場合でも、RHE に換算して表示することも多い。

Fig. 1 に代表的な RHE の構造を示す。a) はガラスウールをガラスに封じて作製した液絡、b) はスリガラスの栓を液絡としたものである。両者とも、基本的にはパイレックス製である。上部に、パイレックス製のオスのスリに白金線を封じた電極を挿入する構造であり、白金線には白金黒をメッキして使用する。本体の上部には H₂ をバブリングするための導入管につながったスリの H₂ 入口、内部の雰囲気と外気と遮断するためのトラップに接続するスリの H₂ 出口がある。胴体スリ部は電気化学セルの所定の位置に参照極を固定するためのものである。a) の液絡はパイレックスガラスをガスバーナーで加熱した後、伸ばしてある程度細くしてから切断し、先端にガラスウールを詰めてから再加熱、ガラス細工で整形する。その後、先端を研磨して内部に水溶液を入れた時にゆっくりと滲みでてくるようにする。滲み出し量の目安として、当研究室の場合、RHE を純水で満たし、72 h 放置すると 0.60±0.05 ml 程度滲み出る。この絞りの部分の調節は後述の通り、測定器の内部インピーダンスやセル内の電解質により最適値は異なる。b) のスリガラスの液絡はスリ部に電解液を少量つけてから栓をしてスリの中に電解質の薄膜が形成するようにする。スリには真空グリス等の異物の使用が厳禁である。

本体には測定系と同じ電解質溶液を入れる。H₂ のバブリングなどに伴って、参照極内の電解質溶液とセルの電解質溶液がそれぞれ出入りして混ざり合うとセル内の電解質溶液の溶存酸素やその他の電気化学的な活性種や特異吸着する物質が参照極内に入り、電位のズレや振動の原因となる。しかしながら、液絡を絞りすぎるとこの部分の液抵抗が大きくなるため、計測器の電圧計測の障害になったり、その影響によりポテンショスタットの電位制御が困難になったりしてノイズの原因にもなる。したがって、液絡部を内外の電解質の混入を防ぎ、適切な抵抗になるようにすることが肝要である。また、アルコールの酸化反応などを検討するときのように、セル内の電解質中にメタノールなど水素電極の電位に影響する物質が共存する場合には、メタノールなどを除いた a_{H^+} が等しい電解質を参極の電解液に用いる。この場合は、とくに液絡の調節が重要であり、液抵抗が計測器に影響しない範囲で、計測時間内の参照極内外の電解質の相互拡散を十分小さくできるようにしなければならない^{1,2)}。可逆水素電極の水素は常に流通した状態で使用する。一般的な測定では、

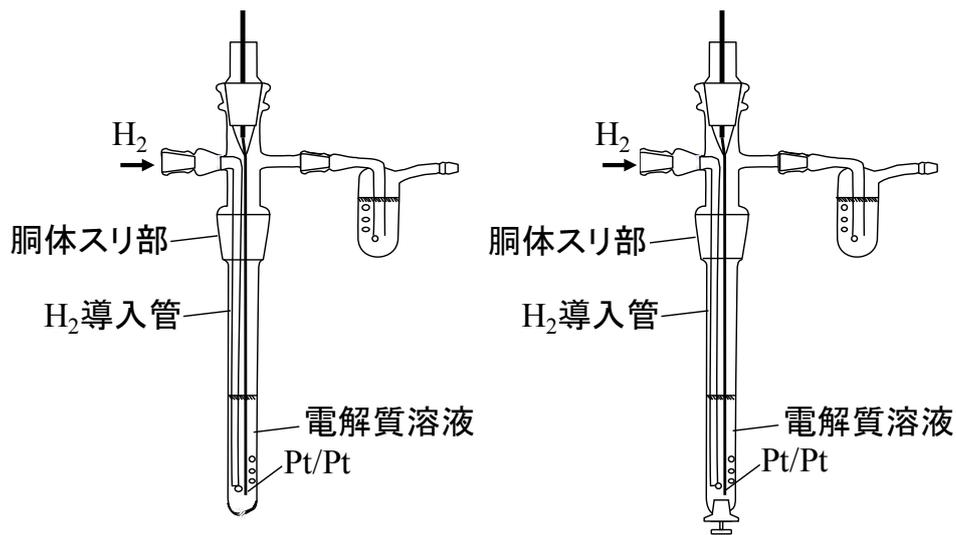
水素源は汎用の圧縮ガス(純度 $\geq 99.99\%$)で問題無い。また、電解法を用いた水素ガス発生器を用いても良い。

Fig.2 には水素源が必要ない擬似的な可逆水素電極の例を示す。a)の水素貯蔵型の可逆水素電極はパイレックス製の容器内に白金黒付き白金電極を収め、一旦、電解質溶液で全て満たした後、この電極をカソードとして水電解して発生した水素を貯めて可逆水素電極とする。b)の水素発生型基準電極(dynamic hydrogen electrode, DHE)は一对の Pt-Pt 電極に微小電流通電して水の電解を行い、水素発生している電極を基準電極とするものである。これらの参照電極も被測定系と同じ電解質中で用いる。セル側の電解質にアルコールなど RHE の障害となる種が入っている場合には液絡等により白金電極上には妨害物質が入らないようにする必要がある。

Fig.3 には RHE を参照電極とした三電極式の典型的な一室型電気化学セルの構成を示す。参照電極をルギン管に収め、ルギン管の先端を作用極に近づけて、液抵抗の影響をなるべく除去して電極電位を測定する。平板電極の場合、ルギン管の先端の内径が d であれば、 $2d$ までは電流分布の乱れなどの影響無しで近づけることができる。電流が大きい、あるいは液抵抗が大きい電解質を使う場合には先端を細くしてさらに作用極に近づける。径の細かいルギン管を使用する場合には先端に気泡が入らないように注意する^{3,4)}。

参考文献

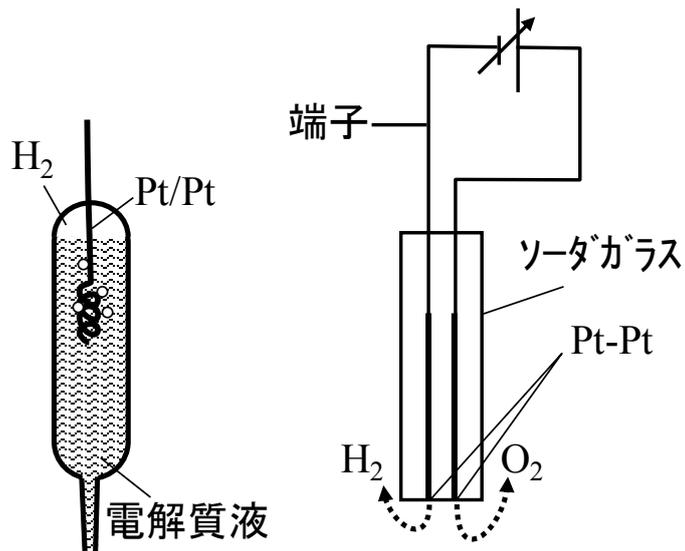
- 1) 電気化学測定マニュアル 実践編, 電気化学会編, 丸善(2002), p. 120.
- 2) 高橋正雄, 増子昇, ソーダと塩素, 50, 26 (1999).
- 3) 電気化学測定マニュアル 基礎編, 電気化学会編, 丸善(2002), p. 33.
- 4) 大坂武男, *Electrochemistry*, 68, 610 (2000).



a) グラスウールを封じた液絡の可逆水素電極

b) スリガラスを液絡とした可逆水素電極

Fig. 1 可逆水素電極の構造例



a) 水素貯蔵型の可逆水素電極

b) 水素発生型基準電極

Fig. 2 擬似的可逆水素電極の構造例

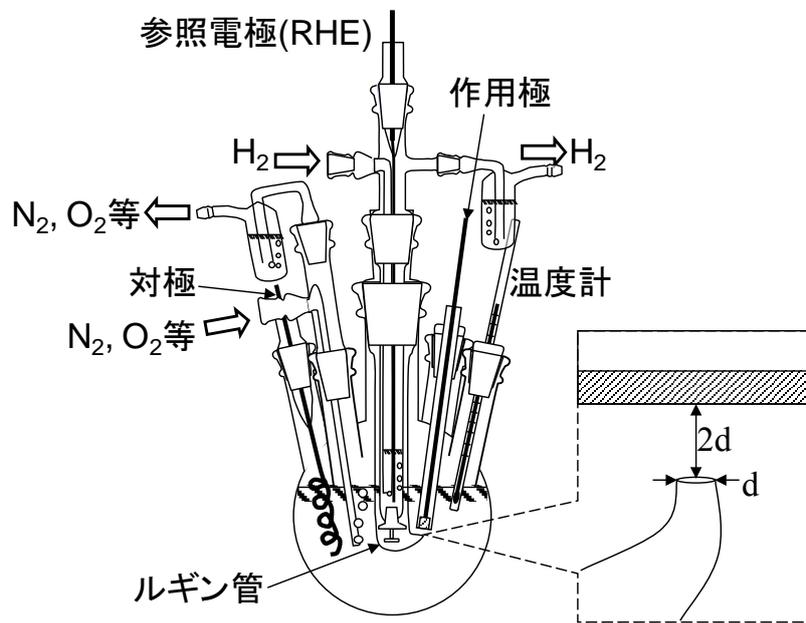


Fig. 3 三電極式電気化学セルの構成例

B2 GC電極上にキャストした触媒の上にイオノマーをキャストする方法の場合

電極上にキャストした触媒をイオノマーでコートするにあたり、イオノマーが白金触媒に与える影響を考慮してイオノマー使用量を定める事が、酸素還元活性を評価する上で重要になってくる。

RDE法を用いた白金担持カーボン触媒の活性評価において、グラッシーカーボン(GC)電極と触媒の結着剤としてイオノマーが一般的に用いられる。RDE測定では電極を回転させることで、電極表面近傍に層流を発生させ電極表面への反応物の供給速度を制御する。電極表面に発生する層流は、電極上の触媒を押し流す効果もあり、触媒のみキャストしただけでは、電極表面から触媒が脱離することになり、安定した測定ができない。イオノマーを用いて電極表面に触媒を固着させることで、広い回転数範囲での測定が可能になる。

大量のイオノマーを用いれば、より強固に触媒を固定できるが、その際に触媒活性に及ぼす影響を考慮する必要がある。バルク白金上に形成したイオノマーの層の厚みと触媒活性との関係を調べた取り組みにおいては、イオノマー層の厚みが $0.2 \mu\text{m}$ 以上になると酸素などの反応物の供給を阻害し始めるとしている[1]。図1に厚みの異なるナフィオン層を形成した白金ディスク回転電極に対して、一定の回転数で酸素還元活性を評価した結果を示す。この時、ナフィオン層の厚みは、電極上に滴下するナフィオン溶液量を調整し制御している。 $0.17 \mu\text{m}$ 以下の厚みでは酸素還元特性に変化はないが、 $1 \mu\text{m}$ 以上になると厚みの増加に伴い限界電流値が減少しており、ナフィオン層厚の増加が酸素供給の阻害要因となっているのがわかる。白金担持カーボン触媒においても、同様にナフィオンが酸素供給の阻害要因になると考えられる。白金担持カーボン触媒の評価においては、滴下したイオノマーが様々な影響(担体カーボンの形状や表面性状、イオノマーの種類、溶媒の種類や濃度など)を受けて触媒粒子間に分布することになるので、イオノマー層の形成の様子も条件によって変化し、一般的なイオノマー使用量を規定することはできない。新たな触媒の評価を行う場合は、上記の点に注意して、その触媒に応じた最適な滴下条件や、イオノマー量を見積もる必要がある。

イオノマーを白金触媒の評価に用いる場合、側鎖のアニオン基が白金に及ぼす影響も考慮する必要がある。文献[2]では白金単結晶のサイクリックボルタモグラムの測定において、電解溶液中にナフィオンを混ぜると、スルホン酸基の脱着に起因した新たなピークが観測されることを報告している(図2参照)。白金担持カーボン触媒においても、

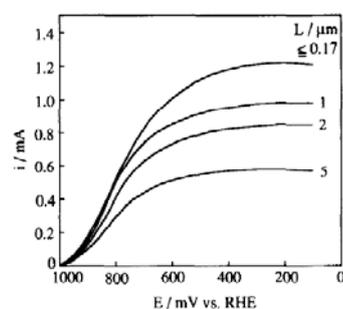


Fig. 5. Hydrodynamic voltammograms for O_2 reduction on the Nafion-coated Pt electrodes in $0.1 \text{ M H}_2\text{SO}_4$ saturated with O_2 at 25°C . Scan rate, 10 mV s^{-1} , rotation rate; 1000 rpm . L; the thickness of Nafion-coating on Pt electrodes.

図1 酸素還元反応に対するナフィオン層厚の影響 [1]

高電位域で酸素還元活性を評価する場合は同様な吸着が起こると予想され、活性に対してなんらかの影響を与えると考えられる。この様な吸着の影響はナフィオンを用いる上では避けられないが、測定する上で考慮しておく必要がある。

以上の様にRDE測定においてナフィオンを用いる場合、結着剤としての機能以外にもさまざまな影響を測定結果に及ぼすことになる。これらの影響を全て除く事はできないが、注意して測定を行う必要がある。

[1] M. Watanabe, H. Igarashi and K. Yosioka, *Electrochim. Acta*, 1995, **40**, 329-334.

[2] R. Subbaraman, D. Strmcnik, V. Stamenkovic and N. M. Markovic, *J. Phys. Chem. C*, 2010, **114**, 8414-8422.

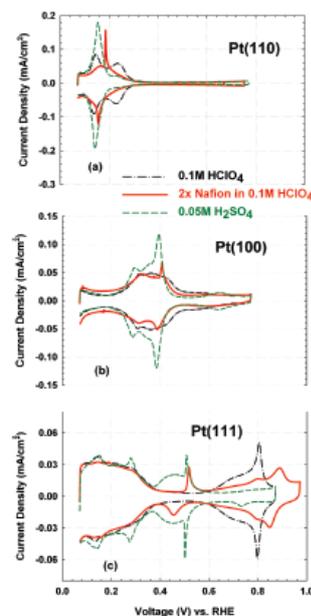


Figure 1. Characteristic voltammograms for Pt(hkl) surfaces in nonadsorbing (0.1 M HClO₄) and strongly adsorbing (0.05 M H₂SO₄) supporting electrolytes. Also shown are the voltammograms for Nafion covered Pt(hkl) surfaces in 0.1 M HClO₄. Notice the features arising from coadsorption of (bi) sulfate anions and sulfonate anions with H₂O for Pt(110) and Pt(100) surfaces (a and b). Occurrence of reversible butterfly and irreversible "mini-butterfly" features for Pt(111) in the double layer region (0.4–0.645 V) for (bi) sulfate and sulfonate anions respectively. OH_{ad} is also influenced by the presence of strongly adsorbing anions. (scan rate 50 mV/s).

図2 白金単結晶のサイクリックボルタモグラムに対するナフィオンの影響 [2]

B3：自動電極作製装置とその特長

薄層 RDE 法で粉末状の電極触媒の活性を評価するにあたり、均一で薄い電極を作製することは、反応物質の輸送に制約されない活性支配の電位領域を広げ、正確な活性評価を行なう上で重要である。

一般的な薄層 RDE 電極の作製法では、粉末状の電極触媒を溶媒に分散させてインクを調整し、これをピペットなどで採取して、グラッシーカーボン(GC)電極上に滴下し、乾燥させる。このとき、バインダーとなる Nafion 分散液をインク中に混合する・しないに影響されるものの、いずれの場合も乾燥中にインク中で電極触媒が移動し、偏析する。これは、液滴端部の乾燥速度が大きいために外周部への溶媒の流れが生じ、これに乗って電極触媒が運ばれて堆積する、いわゆるコーヒーリング効果によって起こる現象である。

この現象を抑制するためには、原理的に乾燥速度を制御することが有効であり、インク組成や乾燥方法が工夫されているが[1,2]、電極触媒の性状（親撥水性、粒径など）は個々に異なるので適切な作製条件を一般解として得ることは難しい。

代案として有用と考えられるのは、滴下量（＝滴下面積）をなるべく減らして、その液滴内で偏析が起きるにせよ、その堆積量を少なくすることで全体としては薄くて均一な電極を得るという手法である。原理的には有用であっても、これを研究者が手作業で実施し再現性を担保するには熟練を要するし、個人差もあると考えられる。したがって、この作業を機械化すれば、薄くて均一な電極を再現性良く作製することが可能になると考え、自動電極作製装置を試作した。

自動電極作製装置は、GC 電極を所定の位置に移動させるステージ部とインクを採取したマイクロシリンジを上下させるアーム部とインクを塗出させるピストン部とからなっている。これらを連動させることにより、GC 電極の最外周部から円周状に塗布を開始し、単位面積当たりの塗布量が一定となるように GC 電極を移動させながら所定回数塗布した後、ちょうど中心部で塗布が完了するよう制御される。電極塗布量は、インク濃度と塗布回数とで制御可能である。標準的な条件では、10 μ L のインク溶液を約 3000 回で塗出するので、1 回当たりの塗出量は約 3nL になる。

図 1 に、電極触媒として Pt/C を用い、従来法で作製した電極（A1：Nafion 分散液を添加しないインクを滴下・乾燥，A2：Nafion 分散液を添加したインクを滴下・乾燥）と、本手法で作製した電極（A3：Nafion 分散液を添加したインクを自動滴下装置で滴下・乾燥）との SEM 観察写真を示す。作製法による違いは、最外周部における電極触媒の凝集状態の差として現れている（並行して行った光学顕微鏡の観察では A1 の凝集は明瞭であったが、A2 と A3 はいずれも均一に見えた）。A3 の電極状態は低倍率では均一に見えるが、高倍率で観察するとマスクメロン様のミクロンオーダーの網目構造からなっており、その網目の高さは数ミクロンであった。

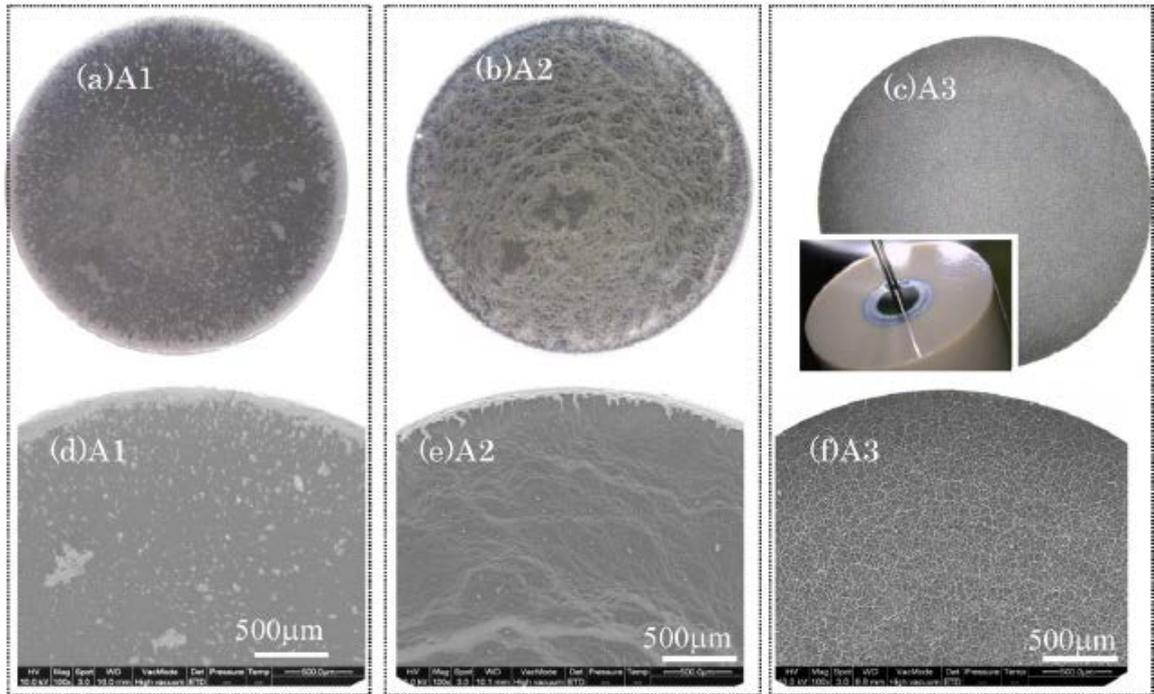


図1 各手法で作製した薄層 RDE 電極の表面状態 (SEM 写真)
 (a),(b),(c)は低倍観察像, (d),(e),(f)は端部の拡大像

図2に, それぞれの電極で酸素還元活性を測定した結果を示す. 本装置で作製した A3 より, A1, A2 は限界電流が小さく, 低電位域で一定とならないことから, 酸素供給が十分になされていないことが推定される. したがって, 数ミクロン以上の凝集が生じないように電極を面内で均一に作製することが重要であることがわかった.

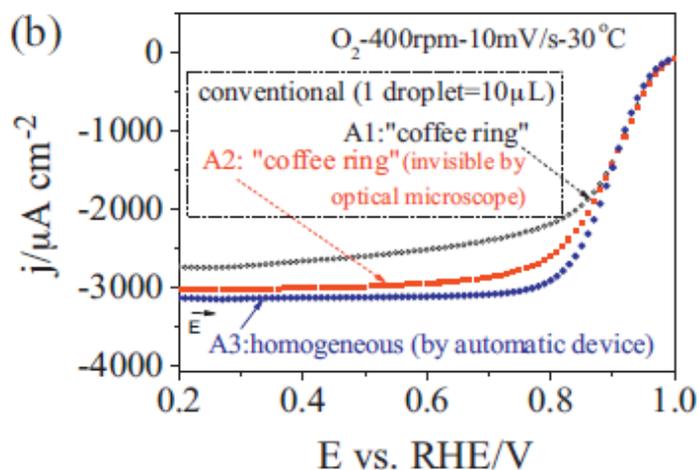


図2 各手法で作製した薄層 RDE 電極の酸素還元活性評価結果

図3に, 本装置で Pt/C の塗布量を変えて電極を作製し, 酸素還元活性を評価した結果を示す. 記号 B1~B4 の Pt/C 塗布量はそれぞれ, 3.9, 11.7, 35.2, 70.4 μg-Pt/cm² である

(40%Pt/C を使用)．電極構造起因の酸素供給阻害がないと考えられる Pt バルクに対し，最も塗布量が少ない B1 はほぼ平行であるが，塗布量が多くなると低電位領域で電流が小さくなることから，電極構造起因の酸素供給の阻害が現れていると考えられる．このときの電極の微細構造を SEM で確認すると，電極外周部での凝集は認められないものの，網目構造の高さは，B1 で約 $1\mu\text{m}$ ，B4 で約 $10\mu\text{m}$ であった．従って，電極構造起因の酸素供給の影響を排除するためには，面内の凝集を抑制するだけでなく，電極厚みを $1\mu\text{m}$ 以下にすることも重要なポイントであることがわかった．

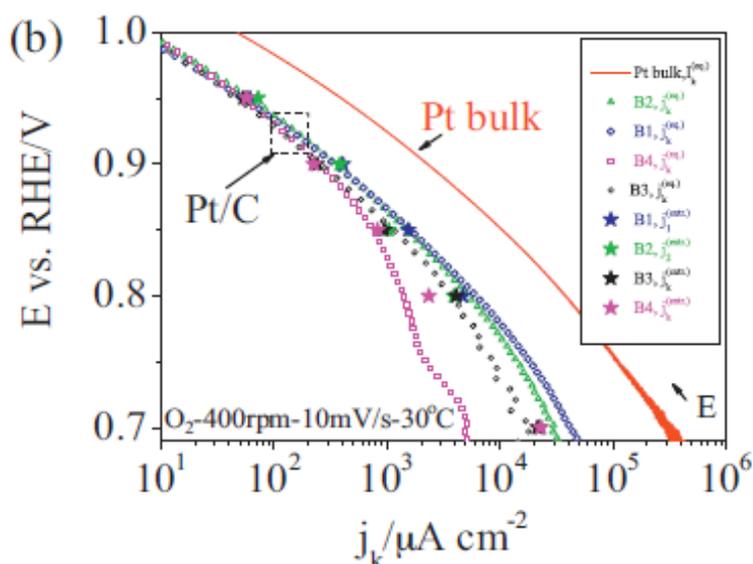


図 3 本装置で塗布量を変えて作製した薄層 RDE 電極の酸素還元活性評価結果

以上，本装置を用いた検討により，薄層 RDE 評価に求められる「均一で薄い電極」の定量的閾値が明らかになったと考えている．より詳細な検討結果は，*Electrochimica Acta* 72 (2012) 120–128 に示してある（本報の図 1～3 はそこからの引用である）ので，参考にしていただきたい．

最後に，本装置は薄層 RDE 評価の再現性改善を目的として開発したものであり，一定の効果を確認することができたが，これだけですべての課題解決が図れたわけではなく，他の要素（コンタミの排除，評価プロトコルの見直しなど）の検討もまた重要であることを付記しておく．

参考文献

- [1] E. Higuchi et. al. ; *J. Electroanal. Chem*, 583, 69-76 (2005)
- [2] Y. Garsany et. al. ; *J. Electroanal. Chem*. 662, 396-406 (2011)

ORR 活性評価法 (D5)

過電圧が大きく電荷移動速度が速い場合、あるいは反応物の濃度が低い場合、電極反応速度(電流)は物質移動速度の影響を受ける。酸素還元反応(Oxygen Reduction Reaction, ORR)の計測電流でも、活性支配電流に物質移動の影響が重畳している場合が多い。活性支配電流のみを抽出するためには、物質移動速度を制御した環境下で計測を行い、理論的な解析を行う必要がある。物質移動速度の制御方法としては、回転ディスク電極(Rotating Disk Electrode, RDE) [1,2]やチャンネルフロー電極[3]を用いた対流ボルタンメトリーがある。本稿では広く用いられている RDE 法による ORR 活性評価について解説する。

参照触媒の一つである TEC10E50E について、酸素雰囲気下で計測した対流ボルタモグラムを図 1A に示す。ここでは 10 mV s^{-1} で 0.2 V から 1.2 V まで走査する電位制御条件とし、 2000 rpm から 400 rpm まで 5 水準の回転数でボルタモグラムを計測した。計測電流には ORR 電流の他に触媒自身の電気二重層容量や表面反応に起因する電流が含まれる。この影響を除くため、不活性雰囲気下で計測したバックグラウンド応答を ORR 電流から差し引く(図 1B)。尚、触媒自身の応答は回転数に依存しないため、静止状態で ORR 計測時と同じ電位制御条件でボルタモグラムを取得すれば良い。また、計測したボルタモグラムには溶液抵抗による電位降下が含まれている。活性値を正確に算出するためには、この影響を補正しなければならない。補正方法については本解説書 D7 に記載されている。このようにして得られた対流ボルタモグラムを解析に用いる。

図 1B において、対流ボルタモグラムは 0.6 V 以下でほぼ一定の電流値を示す。この領域では電流は反応物である酸素の物質移動に支配されており、拡散限界電流(I_L)と呼ばれる。平滑平板電極での I_L は以下の Levich 式で表される[1]。

$$I_L = 0.62nFACD^{2/3}\nu^{-1/6}\omega^{1/2} \quad (1)$$

ここで、 n は反応電子数、 F はファラデー定数、 A は電極幾何面積、 C は電解液中の酸素濃度、 D は酸素の拡散係数、 ν は溶液の動粘度、 ω は RDE の回転速度である。これらのパラメータの報告値 ($D: 1.93 \times 10^{-5} \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$, $\nu: 0.01009 \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$, $C: 1.26 \times 10^{-6} \text{ mol}^{-1} \text{ cm}^3$) [4] から 4 電子反応を仮定して I_L を計算すると、 1600 rpm ではおよそ $6 \text{ mA cm}_{\text{geo}}^{-2}$ となる。図 1B の I_L は理論値とほぼ一致しており、触媒担持電極でも Levich 式が適用できると考えられる。逆に、 I_L が理論値と一致するかどうかで、触媒が均一に塗布できたかの判断をすることも可能である。

拡散限界に達していない 0.6 V 以上の電位領域では、計測電流は電荷移動と物質移動の両方影響を受け、以下の Koutecky-Levich 式で表される[1]。

$$\frac{1}{I} = \frac{1}{I_k} + \frac{1}{I_L} = \frac{1}{I_k} + \frac{1}{0.62nFACD^{2/3}\nu^{-1/6}\omega^{1/2}} \quad (2)$$

ここで、 I_k は活性支配電流であり、物質移動の影響がない、すなわち電極の表面酸素濃度がバルク酸素濃度に等しいと見なせる条件での電流に対応する。式 2 より ω が無限大のときの電流が I_k に対応することが分かる。一定電位での計測電流の逆数を $\omega^{-1/2}$ に対してプロット

すると図 2 のようになる。これを Koutecky-Levich プロットと呼ぶ。その切片から各電位での I_k が得られる。抽出した I_k の対数を電位に対してプロットすると Tafel プロットが得られる (図 3)。

I_k はある物質質量に対して規格化することで相互比較が可能となる。Pt/C 触媒では、白金質量当りの質量比活性 (Mass Specific Activity, MSA) i_m や白金表面積当りの面積比活性 (Area Specific Activity, ASA) i_a が指標とされる。それぞれ一定電位で求めた I_k から以下の式で算出される。

$$i_m [\text{A gPt}^{-1}] = I_k [\text{A}] / w [\text{gPt}]$$

$$i_a [\mu\text{A cmPt}^{-2}] = I_k [\mu\text{A}] / a [\text{cmPt}^{-2}]$$

ここで、 w は電極上に担持された白金の質量、 a は電気化学的に活性な白金表面積である。 a は本解説書 D3 で示された方法で用いて算出される。図 2、3 の結果から、0.9 V での質量比活性は 486 A gPt^{-1} 、面積比活性は $585 \mu\text{A cmPt}^{-2}$ と求められた。

- [1] A. J. Bard, L. Faulkner, *Electrochemical Methods Fundamentals and Applications*, John Wiley and Sons, New York, p.331 (2001).
- [2] 衣本太郎, 山田裕久, *Electrochemistry*, 79(2011)116.
- [3] 内田裕之, 渡辺政廣, *Electrochemistry*, 75(2007)489.
- [4] N. M. Markovic, H. A. Gasteiger, B. N. Grgur, P. N. Ross, *J. Electroanal. Chem.*, 467(1999)157.

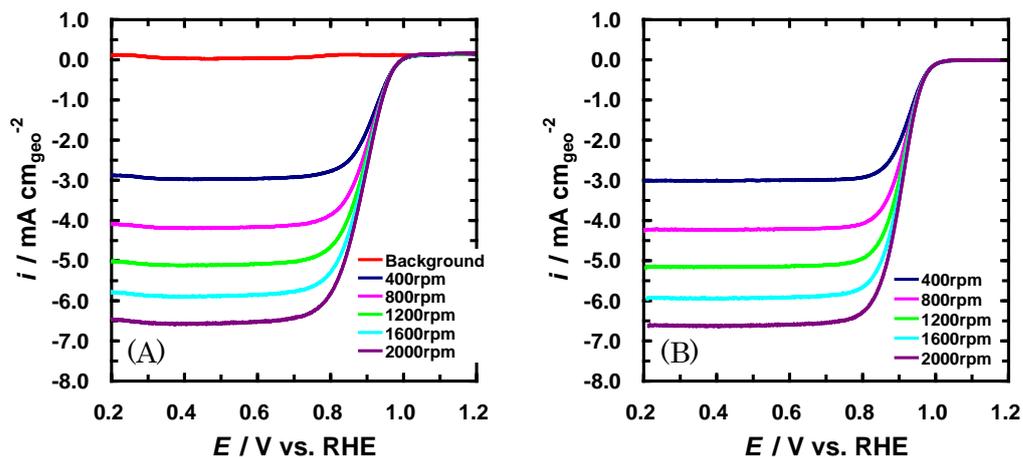


図1 (A) Pt/C の対流ボルタモグラム。触媒：TEC10E50E、電解液：酸素飽和の 0.1 M 過塩素酸（バックグラウンド計測は窒素飽和）、温度：25°C、走査速度：10 mV s⁻¹、電位範囲：0.2→1.2 V、回転数：2000、1600、1200、800、400 rpm。(B) バックグラウンド応答を補正した対流ボルタモグラム。

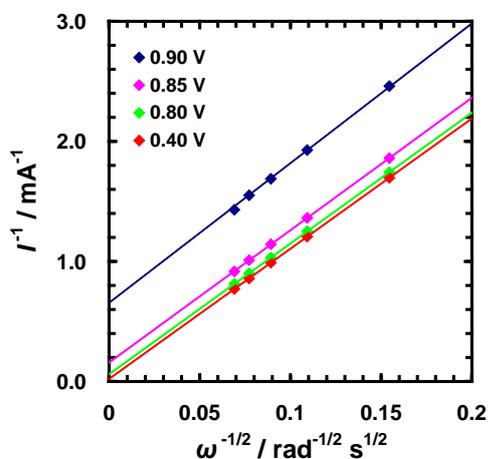


図2 Pt/C での ORR の Koutecky-Levich プロット。図1 のデータより作成。

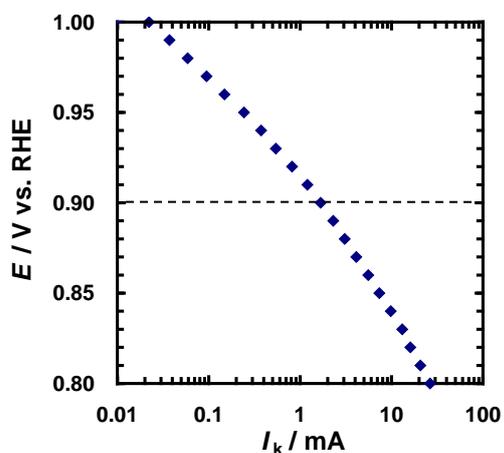


図3 Pt/C での ORR の Koutecky-Levich プロットの切片より得られた Tafel プロット。図2 のデータより作成。

電位制御条件が活性値に与える影響 (D6)

酸素還元反応の活性支配電流は、白金触媒表面に形成される酸化物による活性低下を考慮した以下の式で表現される[1]。

$$i_a = nFkC(1-\theta)\exp\left(-\frac{\beta FE}{RT}\right)\exp\left(-\frac{\gamma r\theta}{RT}\right) \quad (1)$$

ここで、 n は反応電子数、 F はファラデー定数、 k は反応速度定数、 C は電解液中の酸素濃度、 θ は表面酸化物の被覆率、 E は電極電位、 R は気体定数、 T は温度、 β と γ は対称因子、 r は Temkin パラメータである。白金表面の酸化物形成/還元反応は非可逆であり、表面酸化物量は同じ電位であっても電位の制御履歴、すなわち走査速度や走査方向などにより大きく異なる場合がある。式 1 によれば、結果として i_a も電位制御履歴によって大きく変わりうることになる。以下、電位制御条件によって i_a や θ がどのように変化するかを示す。尚、触媒劣化による活性変化をなるべく抑制するため、安定性の高い大粒径 Pt/C を検討触媒として用い、1600 rpm のみで対流ボルタモグラムの計測した。活性値は本解説書 D8 で示される簡易法で算出した。

図 1A に走査速度 5、10、100 mV s^{-1} で 0.2 V から 1.2 V まで走査したときの対流ボルタモグラムの示す。また、0.9 V での i_a と θ の走査速度に対する依存性を図 1B に示す。ここで酸化物種を PtO と仮定し、窒素雰囲気でのボルタモグラムの 0.9 V までの酸化物形成電気量から θ を算出した。酸化物形成量は電位と時間に依存するため、走査速度が速いほど 0.9 V までの θ は小さくなる傾向が見られた。一方、 i_a は走査速度とともに大きくなっており、式1で予測される傾向と一致した。

図 2A には、走査速度 10 mV s^{-1} で開始電位を 0.2 V としてアノード方向へ走査し、0.95、1.0、1.1、1.2 V で折り返したときのカソード走査時の対流ボルタモグラムの違いを示す。アノード走査とカソード走査のボルタモグラムは一致せず、上限電位が高いほどその差は顕著であった。このようなヒステリシスは 0.5 mV s^{-1} まで走査速度を遅くしても生じることが報告されている[2]。図 2B に示したカソード走査時の 0.9 V での i_a と θ の上限電位に対する依存性から、上限電位が高くなるほど表面酸化物量が増え、それに伴って活性が低下していくことが分かる。尚、 θ は酸化物種を PtO と仮定し、窒素雰囲気でのボルタモグラムの 0.9 V 以下の酸化物還元電気量から算出した。

1.0 V で一定時間保持した後、カソード走査した時の対流ボルタモグラムの図 3A に示す。また、0.9 V での i_a と θ の 1.0 V での保持時間に対する依存性を図 3B に示す。ここで θ は酸化物種を PtO と仮定し、窒素雰囲気での計測したボルタモグラムの 0.9 V 以下の酸化物還元電気量から算出した。保持時間が長くなると表面酸化物量が増えるため、活性は低下していく傾向にあることが分かる。

以上、各条件で得られた i_a を $(1-\theta)$ に対して整理した結果を図 4 に示す。その関係は単純ではないが、 i_a と $(1-\theta)$ の間には強い相関があり、表面酸化物が少ないほど活性が高く評価される傾向があることが分かる。電位制御条件が異なると酸化物被覆率が異なる状態での

計測となるため、得られる活性値が大幅に変わる場合がある。異なる研究機関間でデータを比較する際には注意が必要であり、統一した条件で活性を評価することが望ましいと言える。

[1] N. M. Markovic, H. A. Gasteiger, B. N. Grgur, P. N. Ross, *J. Electroanal. Chem.*, 467(1999)157.

[2] 内田裕之, 渡辺政廣, *Electrochemistry*, 75(2007)489.

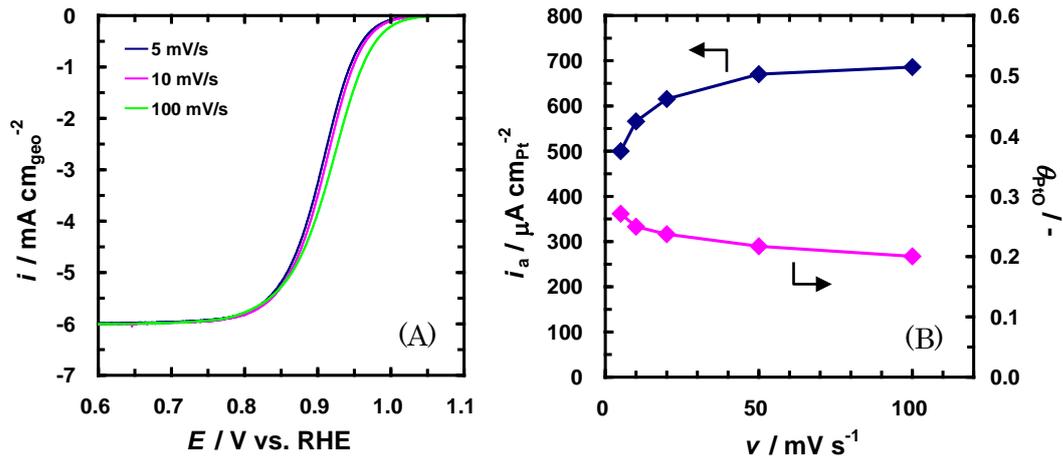


図 1 (A) Pt/C の対流ボルタモグラム (バックグラウンド補正済み)。触媒：TEC10E50E-HT、電解液：酸素飽和の 0.1 M 過塩素酸、温度：25°C、走査速度：5、10、100 mV s⁻¹、電位範囲：0.2→1.2 V、回転数：1600 rpm。(B) 0.9 V での面積比活性と酸化物被覆率の走査速度に対する依存性。

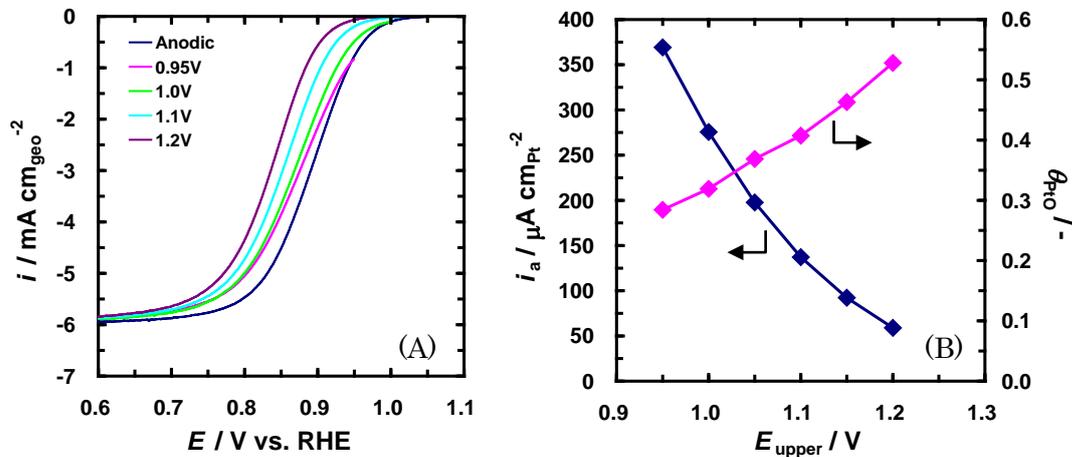


図 2 (A) Pt/C の対流ボルタモグラム (バックグラウンド補正済み)。触媒：TEC10E50E-HT、電解液：酸素飽和の 0.1 M 過塩素酸、温度：25°C、走査速度：10 mV s⁻¹、走査開始電位：0.2 V、上限電位：0.95、1.0、1.1、1.2 V、終了電位：0.2 V、回転数：1600 rpm。(B) 0.9 V での面積比活性と酸化物被覆率の上限電位に対する依存性。

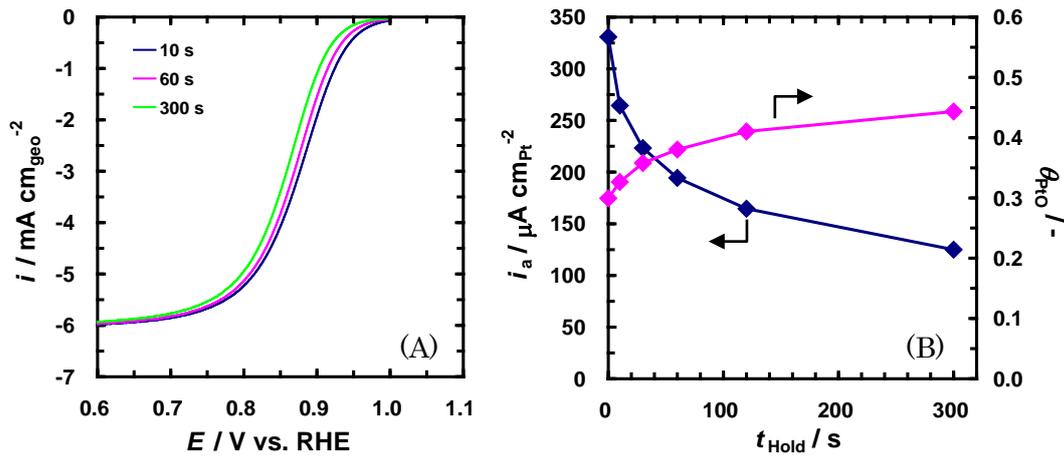


図3 (A) Pt/C の対流ボルタモグラム (バックグラウンド補正済み)。触媒：TEC10E50E-HT、電解液：酸素飽和の0.1 M 過塩素酸、温度：25°C、走査速度：10 mV s⁻¹、開始電位：1.0 V、開始電位保持時間：10、60、300 s、終了電位：0.2 V、回転数：1600 rpm。(B) 0.9 Vでの面積比活性と酸化物被覆率の開始電位保持時間に対する依存性。

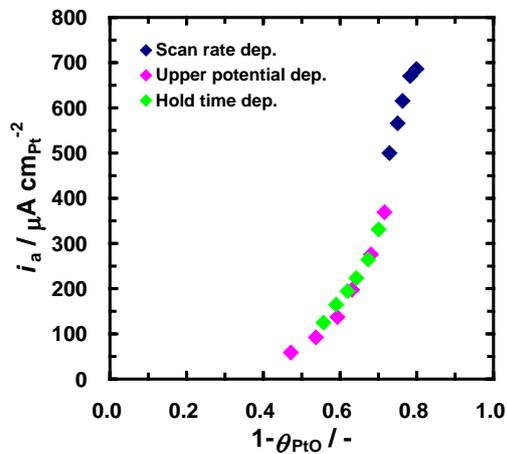


図4 Pt/C の面積比活性の酸化物被覆率に対する依存性。図1、2、3のデータより作成。

溶液抵抗の補正 (D7)

電気化学セルに電流 I が流れると溶液抵抗 R_{sol} による分極（オーム損）が生じる。そのため、電極表面の実際の電位 E_{real} は、ポテンシオスタットで制御した電位 E_{appl} よりオーム損分だけ小さくなる。

$$E_{\text{appl}} = E_{\text{real}} + IR_{\text{sol}} \quad (1)$$

オーム損を小さくするために導電性の高い電解液を使用し、ルギン管の先端を作用電極に近づけるなどの工夫を行う。また電極面積を小さくするなどして、電流をなるべく小さく抑えることも有効である。これらの対策により、オーム損の影響を無視できるようになる場合が多い。しかし、酸素還元反応の計測では mA オーダーの電流が流れ、さらに比較的濃度の薄い 0.1 M の過塩素酸を使用する事が多いため、オーム損が無視できなくなる。例えば溶液抵抗が 25 Ω 、計測電流が 1 mA の場合、25 mV の電位降下が生じうる。従って、正しい活性値を得るためには溶液抵抗の補正が必須である[1]。

溶液抵抗の計測には、電流インターラプター法や交流インピーダンス法が適用できる[2]。ここでは交流インピーダンス法での計測例を示す。計測条件を電位 0.5 V、AC 振幅 15 mV とし、20 kHz から 1 Hz まで周波数を走査したときの Nyquist プロットは図 1 のようになる。この実軸との交点を溶液抵抗とする。この値は酸素雰囲気でも窒素雰囲気でも一致する。装置によっては、溶液抵抗を簡易的に計測できる機能がついたものがある。その場合には一定周波数で計測した値を溶液抵抗とする。水溶液系では溶液抵抗のみを計測できる周波数として 1 kHz を設定することが多いが、一度は Nyquist プロットを取得して自らの測定系に適した周波数を決めておくことが望ましい。

溶液抵抗は電解質濃度、電解質温度、作用電極-ルギン管先端距離に依存して変化する。筆者の使用する電気化学セルで計測した溶液抵抗の電解質濃度と溶液温度に対する依存性を図 2 に示す。電解質濃度、温度に応じて溶液抵抗は大きく変化することが分かる。図 3 には作用電極-ルギン管先端距離を変えたときの溶液抵抗の変化を示す。溶液抵抗は電極表面近傍から離れるとともに急速に増大する。十分に広い平板電極では、ルギン管をその半径の 2 倍以上離して配置すれば電流分布にほとんど影響せずにはほぼ一定の溶液抵抗となる[3]。溶液抵抗を下げるためにはルギン管先端を表面のごく近傍に置くべきであるが、作用電極近傍の電流・電位分布を乱さないという観点ではある程度離して配置することも有効である。

溶液抵抗が既知であれば、計測された電流との積をポテンシオスタットの制御電位から差し引くことで実際の電極電位を知ることができる[4]。これはエクセルなどの表計算ソフトで簡単に行える。図 4A に溶液抵抗補正有無での対流ボルタモグラムを示す。触媒表面の実際の電位はオーム損分だけ制御電位より高電位となる。高回転なほど電流が大きくなるため、オーム損は大きくなる。また、触媒活性の向上や担持濃度の上昇により実電流が増える場合もその影響は大きくなる。

計測後に溶液抵抗を補正する簡易法では、電流変化の大きい電位領域で実際の走査速度が低下することになる。計測条件にもよるが、例えば 2000 rpm で計測した場合、0.9 V 付近で 8 mV s^{-1} 程度まで低下するケースがある。走査速度が低下すると活性が低下する傾向があることは本解説書 D5 で述べられている。これを抑制するためには、正帰還抵抗補償（ポジティブフィードバック）回路を有するポテンシostatの活用が有効である[4]。補償が過度となると装置が発振するため、溶液抵抗の 70-90% 程度で補償を行う。残りの 10-30% の抵抗成分は計算で補正することで、走査速度がほとんど変化しない状態となる。図 4B に溶液抵抗を補正しない場合、計測後に溶液抵抗を全て計算で補正した場合、ポジティブフィードバック補償計測後に補正し切れていない溶液抵抗を計算で補正した場合の面積比活性を示す。全てを計算で補正した場合には、走査速度の低下の影響もあり若干小さい値を示すことが分かる。補正方法としてはポジティブフィードバック補償の活用が望ましいが、この機能を有しない装置もあるため必須ではない。いずれにしても補正の有無、補正の方法で得られる活性値が変わるため、報告の中ではこれらについて明記することが望ましい。

最後に溶液抵抗補正の重要性を示す測定例として、面積比活性の電解質濃度に対する依存性を図 5 に示す。この時の溶液抵抗の変化は図 2A に示されるものである。補正なしの場合、0.2 M 付近に活性の極大が観察された。しかし、溶液抵抗を補正すると 0.1 M 以下では一定の活性値を示し、それよりも高濃度になると活性が低下していく傾向が見られた。0.1 M 以上の濃度では電解質自身の吸着や試薬中の不純物の影響により活性が低下したものと考えられる。このことから電解質濃度は 0.1 M とするのが最適であるという結論になるが、仮に補正なしのデータで議論した場合には間違った結論を導いてしまうことになる。

以上述べたように、酸素還元反応の計測においてはオーム損の影響が大きく、活性を比較する際にはその補正が必要となる。また電解質濃度や温度を変えて計測した場合には溶液抵抗も変化するため、それを補正しないと正しい議論ができない。電極反応を正しく理解するためにも、溶液抵抗の補正は必須と言える。

[1] D. van der Vliet, D. S. Strmcnik, C. Wang, V. R. Stamenkovic, N. M. Markovic, M. T. M. Koper, *J. Electroanal. Chem.*, 647(2010)29.

[2] 内田裕之, *Electrochemistry*, 61(1993)536.

[3] 徳田耕一, *Electrochemistry*, 53(1985)556.

[4] 高橋勝緒, *Electrochemistry*, 61(1993)632.

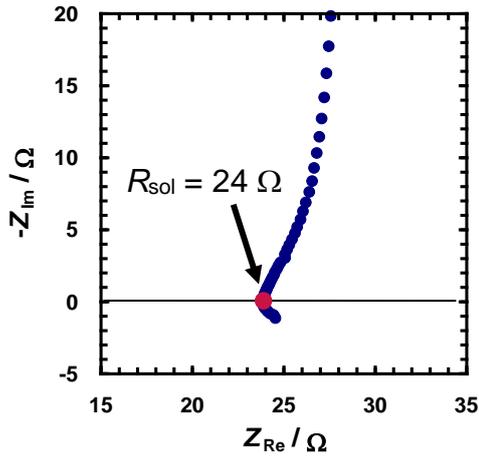


図1 Pt/CのNyquistプロット。触媒：TEC10E50E、電解液：窒素飽和の0.1 M 過塩素酸、温度：25°C、電位：0.5 V、AC振幅：15 mV、周波数走査範囲：20 kHz→1 Hz。

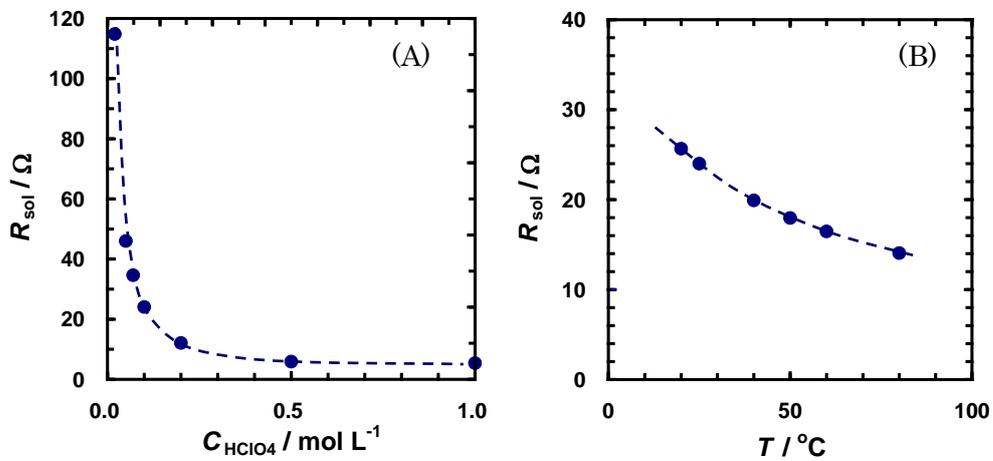


図2 溶液抵抗の(A) 電解質濃度、(B) 温度に対する依存性。触媒：TEC10E50E、電解液：窒素飽和の0.1 M 過塩素酸、温度：25°C、電位：0.5 V、AC振幅：15 mV、周波数走査範囲：20 kHz→1 Hz。

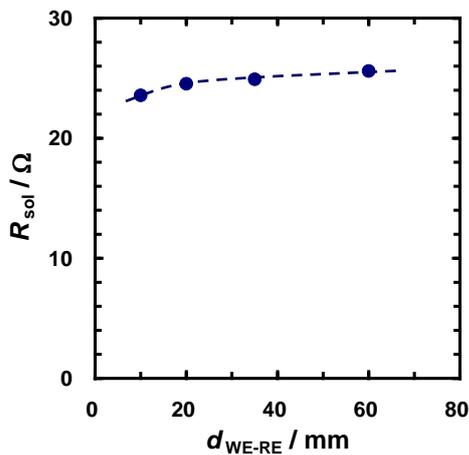


図3 溶液抵抗の作用電極ールギン管先端間距離に対する依存性。●：今回の計測値、触媒：TEC10E50E、電解液：窒素飽和の0.1 M 過塩素酸、温度：25°C、電位：0.5 V、AC振幅：15 mV、周波数走査範囲：20 kHz→1 Hz。

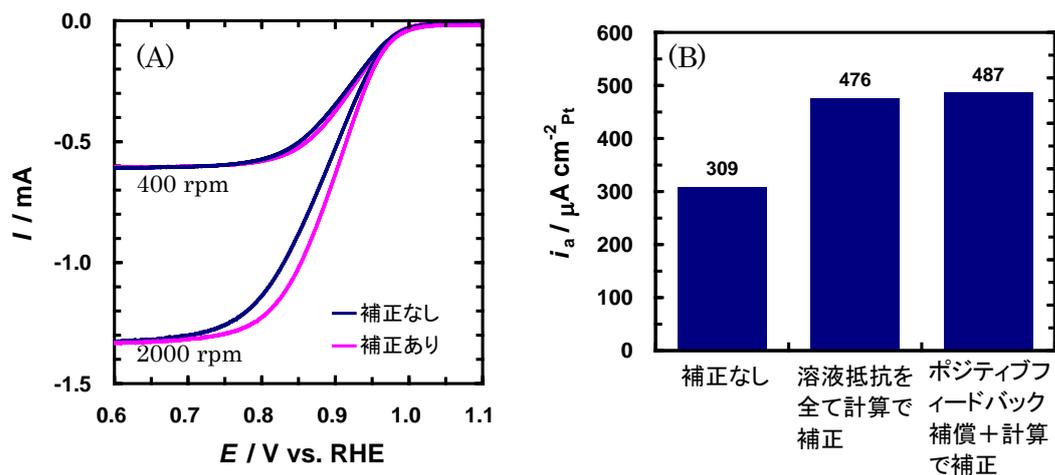


図4 (A) Pt/C の対流ボルタモグラム。触媒：TEC10E50E、電解液：酸素飽和の 0.1 M 過塩素酸、温度：25°C、走査速度：10 mV s⁻¹、電位範囲：0.2→1.2 V、回転数：400、2000 rpm。(B) 溶液抵抗の補正条件による 0.9 V での面積比活性の比較。

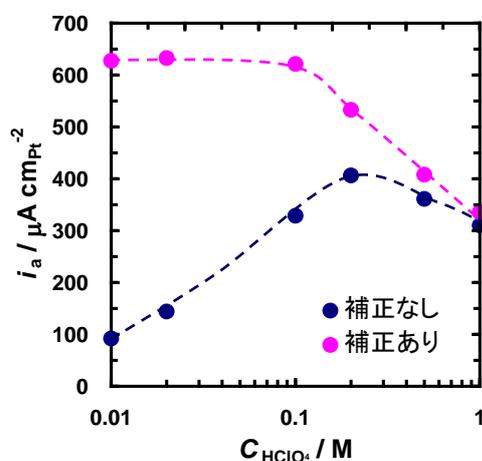


図5 0.9 V の面積比活性の電解液濃度に対する依存性。溶液抵抗の補正の有無で比較。電解液：酸素飽和の 0.1 M 過塩素酸、温度：25°C、走査速度：10 mV s⁻¹、電位範囲：0.2→1.2 V、回転数：1600 rpm、の条件で計測した対流ボルタモグラムより算出。

J_k の算出方法 (D8)

FCCJ プロトコルでのハーフセルによる活性化支配電流密度 (J_k) の算出には、基本的に Koutecky-Levich 式(1)を用いる。

$$\frac{1}{I} = \frac{1}{I_k} + \frac{1}{0.620nFAD\left(\frac{2}{3}\right)c_0\nu\left(-\frac{1}{6}\right)\omega\left(\frac{1}{2}\right)} \quad (1)$$

ここで、 I は酸素還元電流[A]、 I_k は活性化支配電流[A]、 n は酸素 1 分子当たりの反応電子数、 F はファラデー定数[C mol⁻¹]、 A は電極の幾何面積[m²]、 D は酸素の拡散係数[m² s⁻¹]、 C_0 は酸素のバルク濃度[mol L⁻¹]、 ν は溶液の動粘度[m² s⁻¹]、 ω は角速度[rad s⁻¹]である。また、 I は、酸素中での測定電流[I_{O_2}]から N₂あるいは Ar 飽和下での測定電流[I_{BG}]をバックグラウンドとして差し引いた値とする。

具体的には、図 1 に示すように、任意の電位における測定電流の逆数を回転電極の角速度の-1/2 乗に対してプロットし、その y 切片から I_k を求める。 J_k は得られた I_k を白金の実面積で割ることにより算出する。白金の実面積は、例えば、過塩素酸水溶液あるいは硫酸水溶液中でのサイクリックボルタモグラムにおける水素吸着波あるいは水素脱離波の電気量を多結晶白金 1 cm² あたりの電気量 (0.21 mC cm⁻²) で割ることにより算出する。

また、簡易的には、対流ボルタモグラムから読み取った限界拡散電流 (I_l) [A]と I を次式(2)に代入することにより I_k を算出し、白金の実面積で割ることによって J_k を求める方法もある。

$$I_k = \frac{I_l I}{I_l - I} \quad (2)$$

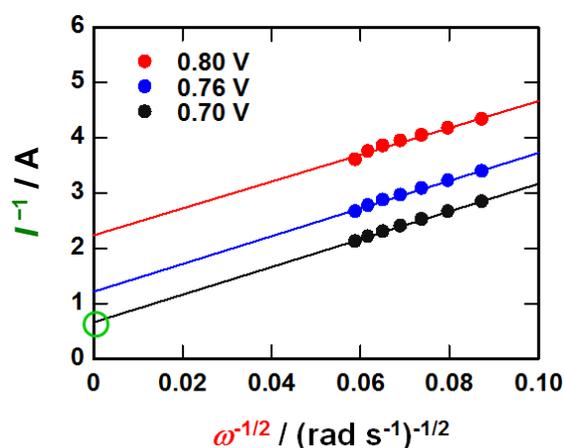


図 1 Koutecky-Levich プロット

検討部会に参画した研究室等

<五十音順； 一部の方は省略>

青木 努・中森洋二（東芝燃料電池システム）
在原一樹・菅原生豊（日産自動車）
稲葉 稔（同志社大）
井上秀男（石福金属興業）
井上博史・樋口栄次（大阪府立大）
内田裕之・矢野 啓（山梨大）
梅田 実・白仁田沙代子（長岡技科大）
泉 康雄・小倉優太（千葉大）
小椋文昭・中島 仁（田中貴金属工業）
尾崎純一（群馬大）
杉本 渉（信州大）
大門英夫（(元)日立マクセル、同志社大）
多和田尚吾（日本ベル）
堂免一成・久保田純（東京大）
高須芳雄（元信州大）
竹中 壮（九州大）
中村潤児（筑波大）
難波江裕太（東京工業大）
畑中達也・上高雄二・稲葉正哲（豊田中央研究所）
平山哲章・行天久朗（パナソニック）
光島重徳・松澤幸一・石原顕光（横浜国立大）
堀 幹裕（トヨタ自動車）
三宅幹夫・宮林恵子（北陸先端科学技術大・静岡大）
梅 武・深沢大志・中野義彦（東芝）
吉武 優（(元)旭硝子、FCDIC）
ジョンソン・マッセイ・フェルセル

燃料電池用共通触媒を用いた評価法の検討－3（まとめ）

○高須芳雄、杉本 渉、吉武 優

触媒学会 燃料電池関連触媒研究会 参照触媒評価法検討部会

Examination of the Evaluation Method with the Common Catalysts for PEFC Cathode－3（Summary）

Yoshio Takasu*, Wataru Sugimoto, Masaru Yoshitake

Reference Catalysts-Evaluation Methodology Section, Fuel Cell Related Catalyst Division,
Catalysis Society of Japan

With a view to the establishment of a guideline to obtain the same results even who evaluated when and where, the electrochemically effective surface area and catalytic activity of five common Pt/C catalysts for the ORR in acidic solutions were evaluated by laboratories of 21 companies and universities. Based on the experimental results, the points to keep in mind in the experiment to evaluate the characteristics of the Pt/C catalyst for the ORR by the RDE method were summarized.

1. 諸言

家庭用や自動車用電源等として固体高分子形燃料電池の普及が期待されており、カソード触媒の高活性化・高耐久化・低コスト化がますます重要な課題となっている。PEFC用 Pt/C カソード触媒の電極活性をハーフセルにて評価する場合には、種々の実験条件が活性値に影響するだけに細心の注意が求められる。しかしながら Pt/C カソード触媒の電極活性評価法が統一されていないため、論文相互の触媒活性値の比較が容易ではないだけでなく、詳細な実験条件が明記されていないため活性値の信頼性に問題がある報告さえみられる。このような状況に鑑みて触媒学会燃料電池関連触媒研究会では、「いつ、どこで、だれが評価しても同じ結果が得られる測定法の確立と実験上の留意事項の策定ならびに参照触媒の提案」を行うことを目標にして 2010 年（平成 22 年）3 月に触媒評価法検討部会の発足を呼びかけたところ、11 企業 12 大学の研究室（現在は 12 企業 13 大学）から参加の意志が表明され、平成 22 年 10 月に第一回検討会が開催された。その後、各研究室の評価結果と評価の在り方とその根拠について数回の検討会が開催され、このたび報告書をまとめるに到った。本発表では当部会での検討の結果と Pt/C カソード触媒の特性をハーフセルにて評価する際に留意すべき点ならびにその根拠を報告する。

2. 評価項目・Pt/C 共通触媒・評価法・部会メンバー

当部会が評価対象にした触媒は、会の趣旨に賛同された 3 企業の計 5 種の Pt/C 触媒（**FC-I1**：石福金属興業(株)製 IFPC40, **FC-I2**：同 IFPC40-II, **FC-T1**：田中貴金属工業(株)製 TEC10E50E-HT, **FC-T2**：同 TEC10E50E, **FC-J1**：ジョンソン・マッセイ・フュエルセルズ・ジャパン(株)製 HiSPEC4000）である。着目した特性は Pt/C カソード触媒の電気化学的有効比表面積(ECSA)と酸素還元比活性(j_k)で、各研究室から各触媒の ECSA と j_k を報告する際には次の条件を明記することとした。すなわち、1. 酸の純度等（メーカー、酸の純度）、2. 水の純度等（メーカーまたは製造機等、純度）、3. 洗ビンの容器の材質、4. 電解槽および電気化学測定装置名等、5. 電解槽の容積、6. 電解槽の洗浄方法、7. 回転電極の電極部の大きさ、8. 試験電極作製法（a. GC 電極上にアイオノマーと触媒の混合物を載せる, b. GC 電極上に触媒を載せた上にアイオノマーを滴下, c. その他）、9. 回転電極の試験電極部（Pt/C 担持量, アイオノマー担持量）、10. GC 電極上への触媒担持方法（一回で担持、数度に分けて担持、その他の工夫な

どを簡潔に記述)、11. 試験電極作製時の加熱温度と時間、12. ORR 特性評価における電解液中での電極の前処理、13. ORR 評価測定前酸素吹き込み時間、14. ORR 評価中の酸素吹込状況 (a, 電解液中に吹き込み, b. 液上部流通, c. 停止, d. その他)、15. 特記事項、等々である。

下記に当部会の活動に参画したメンバーを示す。青木努・中森洋二 (東芝燃料電池システム)、在原一樹・菅原生豊 (日産自動車)、稲葉稔 (同志社大)、井上秀男 (石福金属興業)、井上博史・樋口栄次 (大阪府立大)、内田裕之・矢野啓 (山梨大)、梅田実・白仁田沙代子 (長岡技科大)、泉康雄・小倉優太 (千葉大)、小椋文昭・中島仁 (田中貴金属工業)、尾崎純一 (群馬大)、児玉直哉 (ジュンソン・マッセイ・フュエルセルズ・ジャパン)、杉本渉 (信州大)、大門英夫 (日立マクセル、同志社大)、多和田尚吾 (日本ベル)、堂免一成・久保田純 (東京大)、高須芳雄 (元信州大)、竹中壮 (九州大)、中村潤児 (筑波大)、難波江裕太 (東京工業大)、畑中達也 (豊田中研)、平山哲章・行天久朗 (パナソニック)、堀幹裕 (トヨタ自動車)、光島重徳・松澤幸一・石原顕光 (横浜国立大)、三宅幹夫・宮林恵子 (北陸先端科学技術大)、梅武・深沢大志 (東芝)、吉武優 (旭硝子、FCDIC) <五十音順、敬称略>

3. 各研究室独自のプロトコルに基づいて評価した Pt/C 触媒の ECSA および j_k

まず、各研究室が 4 種の共通触媒 FC-I1, FC-I2, FC-T1, FC-J1 について、各研究室独自の方法により電気化学活性比表面積(ECSA)および 0.85 V と 0.90 V (vs. RHE) における活性化支配電流密度(j_{km} および j_{ksp})を評価した。Fig. 1 に FC-I2 触媒の結果の一部を示す。図にみられるように ECSA の値は 53.5~92.5 $m^2/g-Pt$ 、 j_{km} の値は 2.3~380 $A/g-Pt$ まで幅広く分布している。他の触媒についても類似のバラツキが見られた。ここで、50 $A/g-Pt$ よりも低い値の j_{km} である 5 点のうち、研究室 H, R, T のデータのみ、RDE において電位をカソードティックに走査した時の電流値に基づいて j_{km} を求めている。RDE において酸素還元反応に影響する白金表面の酸化物種 (吸着酸素種) の量は、0.90 V ではカソードティック電位走査した場合の方がアノードティック走査した場合よりも多い。また、電位走査速度や走査開始電位も電流値に影響する。一方、研究室 R のデータと、研究室 S の 2 点の j_{km} のうち低い値のデータは 0.1 M $HClO_4$ ではなく 0.5 M H_2SO_4 の電解液を使用している。後述 (5.4) するように、0.1 M $HClO_4$ よりも 0.5 M H_2SO_4 の方がアニオンの特異吸着量が多いため、他のデータよりも低い j_{km} の値が得られたと考えられる。

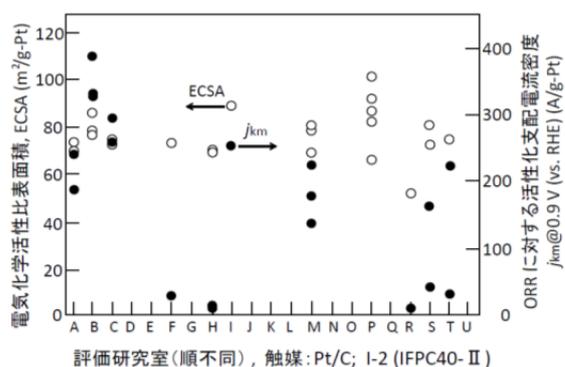


Fig.1 ECSA and j_{km} of a Pt/C catalyst evaluated in the standard of each laboratory.

4. ORR 活性に与える実験諸条件の影響に関する検討事項

当部会で検討した事項を列挙する：1. 電解槽 (電解槽の大きさ、回転電極の電極部の大きさ、電極の研磨・洗浄法、電解槽の洗浄法、対極の材料と洗浄法、RHE に使用する水素電極と水素、電極電位の正確さの確認と確認頻度)、2. 試験電極の作製法 (触媒とアイオノマーの混合物を GC 電極上にキャストする方法、GC 電極上にキャストした触媒層の上にアイオノマーをキャストする方法、自動電極作製装置とその特長、GC 電極上にキャストした触媒とアイオノマーの混合物の乾燥法・加熱温度・加熱時間)、3. 酸 (酸の種類と濃度、酸の純度、水の純度、洗瓶容器の材質、電解液の温度)、4. 電解液及び測定条件等 (電解液の温度、電解液中での電極の前処理、ECSA 評価法、ORR 電流評価法、電位走査方向の影響の違い、i R 補正の必要性と方法、 j_k の算出法) 本稿ではその一部について概要を述べる。

5. 実験上の留意点について

5-1. 電解槽の洗浄

RDE 電解槽の洗浄は非常に重要である。日常は超純水による煮沸洗浄を実施し、定期的（例えば2週間に一度）に電解槽を酸洗浄後に超純水による煮沸洗浄、電解質による共洗いを実施している研究室が多い。酸の種類は、濃硫酸、濃硝酸、混酸（硫酸+硝酸）、クロム酸混液で6時間から一晩、洗浄温度は室温～80℃が挙げられる。酸洗浄後に超純水による煮沸洗浄を実施しているが、この煮沸洗浄で用いる超純水の純度は比抵抗や TOC（Total Organic Carbon）で管理され、基準として比抵抗 = 18.2 MΩ以上、TOC = 4 ppb 以下としている例もある。特に超純水中での煮沸洗浄および超音波洗浄が効果的であることが確認されている。電解槽の洗浄時に対極をつけたまま洗浄することで対極の洗浄を兼ねることもあるが、洗浄で使う酸を超純水で十分に除去することで問題無く使用できる。

5-2. 測定装置の電極電位のチェック

測定器はズレることを前提に管理する。電気化学測定装置メーカーに依頼すると、国家基準にトレーサされた標準器によって校正が実施され校正成績書が発行される。一般的には定期的に校正された定電圧発生装置や抵抗体を用意し、これらを用いて実際の測定を行い、確認することで自主点検としている。目安として年に一度は実施することが望ましい。

5-3. 試験電極作製法

ORR 特性はアイオノマー中の物質移動、活性点密度、活性点近傍にある反応種のフラックスの量によって影響を受ける。Pt/C 触媒を GC 電極に載せてからアイオノマーを載せる方法と Pt/C 触媒とアイオノマーを混ぜて載せる方法とでは、触媒堆積層（電子の移動、O₂の拡散速度）に違いがあり、電気化学測定データにそのことが反映するので比較する際には注意が必要である。電極上の Pt/C 触媒の拡散層の厚さが薄くなると影響は大きく、Koutecky-Levich プロットの傾きが変化する。測定条件ではアイオノマーの O₂ 透過能力は大きいので物性的には 10～100 nm の厚さでも問題は無いと推定されるが、Pt/C 触媒の被毒の点からは影響は無視できない。Pt/C を載せた GC 電極にアイオノマーを載せると、CV での H₂ 吸脱着の波形の形が変化する。これは被毒によるものと考えられる。Pt/C 触媒の場合、アイオノマー無しでも RDE での測定は可能であるが、RDE で回転させると触媒が GC 電極上から脱落する場合がある。基礎研究においてはアイオノマー無しで実験することもあるが、MEA ではアイオノマーを用いるため、ハーフセルでの評価でもアイオノマー存在下での評価は重要である。

一方、自動電極作製装置を製作し、再現性を担保した上で系統的に行った RDE 評価の結果、再現性のあるデータの取得に成功した例もある。

5-4. 酸の種類

使用した電解質（HClO₄, H₂SO₄）はアニオンの特異吸着特性が異なり測定値にそれが反映される。H₂SO₄ 中では、酸素還元活性に及ぼす影響が大きい。多結晶の場合、面の配向にもよるが、0.1 M HClO₄ に対して 0.1 M H₂SO₄ 中での ORR 活性（0.90 V vs. RHE）は約 1/10 となる。濃度に対するアニオン特異吸着による質量増加は EQCM 法で確認される。また、0.1 M HClO₄ に対し、0.5 M HClO₄ 中での ORR 活性は約 15%減少する。このことから、0.5 M H₂SO₄ 中ではさらに ORR 活性が低下することが予測される。したがって、H₂SO₄ よりも HClO₄、その濃度は 0.1 M 以下であることが望ましい。

5-5. 水の純度

超純水（18.2 MΩ, 26℃）および純水（5.1 MΩ, 26℃）で 0.1 M HClO₄ 溶液（電解質：HClO₄, Suprapur[®]）により検討した。超純水を用いた場合、吸着水素の酸化電気量の変化は 3%未満であったが、純水を用いた場合には 30%もの変化があった。すなわち 18 MΩ程度以上の超純水を用いることが望ましい。

5-6. 洗瓶

セルなどのガラス器具と同様に洗浄したものを使用する。有機溶剤、アルコール類、強酸、弱アルカリ、純水等ハンドリングの良い材料として PFA が挙げられる。不純物の混入を気にするのであれば、洗瓶を使用しないのが望ましい。

6. 実験諸条件に留意したプロトコルに基づいて評価した Pt/C 触媒の ECSA および j_k

本来なら当部会で既に測定した4試料を対象に、新たなプロトコルに準拠して再評価すべきであろうが、取り敢えず FCCJ が提案した評価法プロトコル[1]と当部会での議論を参考にした方法によって Pt/C 触媒 (FC-T2) の ECSA および 0.85 V と 0.90 V (vs. RHE) における j_{km} および j_{ksp} を評価した。Fig. 2 にその結果の一部を示す。電解液は全て 0.1 M HClO₄ であり、ORR 電流値の評価は全ての研究室でアノードック電位走査時の値を用いているが、電解液の温度は統一されておらず 20°C(I), 25°C(B, C, F, G, M, O, T, U), 30°C(A), 60°C(S) であり、

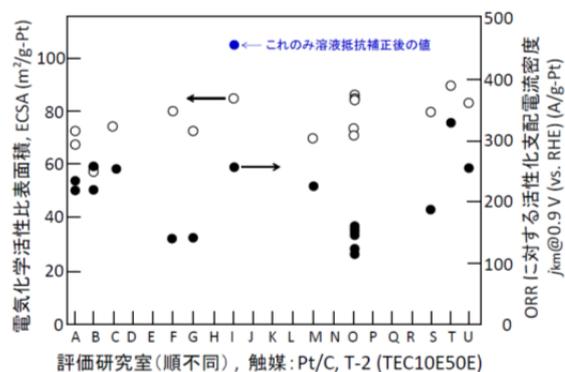


Fig. 2 ECSA and j_{km} of a Pt/C catalyst evaluated after the discussion on the FCCJ protocol.

B, M, T の研究室のみ ECSA を評価する際に水素脱離波から求めた値である。ECSA の値は 57.2~89 m²/g-Pt、 j_{km} の値は 113~335 A/g-Pt まで分布しているが、Fig.1 に掲げたデータよりもバラツキが少ない。研究室 I の j_{km} の値のうち上部の値 (468 A/g-Pt) は iR 補正を行った後の値で、補正前の値 (256 A/g-Pt) より 84%ほど高い値を示している。このことは、0.1 M HClO₄ のように電気伝導度が低い電解液を用いる際には、セルの構造にも依るが、iR 補正が必要であることを示している。

7. まとめ

先に当燃料電池関連触媒研究会は「燃料電池の解析手法」[2]の出版に寄与した。この度は研究会のもとに設置した部会として、企業の研究者と大学の研究者が共通の Pt/C 触媒を対象に触媒特性を評価すると共に、実験上のノウハウなど講演会では踏み込まない領域まで議論した[3-7]。なお、FCCJ が Pt/C カソード触媒の評価法プロトコルを既に提案していることを考慮し、当部会としては評価法プロトコルを提案せず、各企業から提供された Pt/C 共通触媒はそれぞれに個性を有しているため、当部会として現時点では「参照触媒」を絞り込まないこととした。当部会にて実施された評価結果の詳細および議論された実験上の留意点等の詳細については、触媒学会のウェブサイトに掲載する予定である。

参考文献

1. “固体高分子形燃料電池の目標・研究開発課題と評価方法の提案”, FCCJ, (2011).
2. 高須芳雄, 吉武 優, 石原達己 “燃料電池の解析手法”, 化学同人, (2005).
3. A. J. Bard, L. Faulkner, “Electrochemical Methods, Fundamentals and Applications”, Wiley, New York, p.331 (2001).
4. T. J. Schmidt, et al., *J. Electrochem. Soc.* **145**, 2354 (1998).
5. N. M. Markovic, et al., *J. Electroanal. Chem.* **467**, 157 (1999).
6. H. A. Gasteiger, et al., *Appl. Catal. B*, **56**, 935 (2005).
7. Y. Garsany, et al., *Anal. Chem.* **82**, 6321 (2010).

あとがき

触媒学会燃料電池関連触媒研究会
参照触媒評価法検討部会
部会長 吉武 優
同事務局 杉本 渉、高須芳雄

第一回検討会で各研究室から最初に報告された4種類のPt/C触媒の電気化学的有効比表面積(ECSA)と酸素還元比活性(ORR活性)は、予想していたよりも大きなバラツキがみられた。その原因の全てが明らかになった訳ではないが、ハーフセル試験で求めるPt/C触媒のECSAとORR活性、とりわけ後者については次の諸点が影響すると考えられる。すなわち、大きく影響する因子としては、電解液の種類およびRDE法における電位走査方向・速度であり、そのほかの影響因子として、RDE電極上のPt/C触媒の堆積状態、RDE電極の研磨・洗浄条件、電解槽の洗浄条件、水の純度、イオノマー(アイオノマー)の量、電解液中での電極の清浄化・安定化处理、溶液抵抗、参照電極、電解槽の大きさ、電極電位の正確さ、洗瓶の材質、等々が挙げられる。これらについての詳細は本報告書の「留意事項」の章にまとめられている。

本報告書では、ECSAとORR活性について、各研究室からの当初のデータ(後日再測定されたデータもある)および、本部会での議論とFCCJ(燃料電池実用化推進協議会)が提案したプロトコルを参考にして評価したデータが掲載されている。RDE測定の際の「留意事項」については、本部会での議論を参考にして分担した各研究室の責任の下でまとめたものである。

なお、当部会より先にFCCJがPt/Cカソード触媒の評価法プロトコル(「固体高分子形燃料電池の目標・研究開発課題と評価方法の提案」;平成23年1月)を提案していることを考慮し、本部会ではそのプロトコルをも参考にして検討したが、本部会独自の評価法プロトコルの提案は行わないこととした。

本部会では上記のほかに、ガス吸着法によるPt/C触媒金属表面積の測定結果やXAFSによる触媒物評価結果も報告されたが、十分に議論された電気化学手法による評価法に絞ったために本報告書ではそれらを割愛した。また、本部会の名称にあるように、当初は本部会として基準となるPt/C触媒、すなわち「参照触媒」または「共通触媒」を定める予定のところ、企業から提供されるPt/C触媒はそれぞれに個性を有しているため前処理条件などを統一するには、現時点では無理があると判断して、本部会としては現時点では敢えて「参照触媒」「共通触媒」を定めないこととした。

本部会で議論したが更なる検討が必要と思われる事項は、触媒の少量均一堆積法の確立(部会では種々の優れた堆積法が紹介・議論されたが最適な方法を絞り込んでいない)、希薄溶液中での溶液抵抗除去法の吟味、触媒のECSAやORR活性に対するイオノマーの影響の明確化、ならびに、諸現象のより深い理解、等々であろう。

本報告書が燃料電池触媒の開発に関係する幅広い分野の研究者・技術者にいささかでも参考になれば幸いである。

(平成25年6月)