

## 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  $\phi$  6 mm、Ring電極 外径  $\phi$  9 mm、内径  $\phi$  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:  $60^\circ\text{C}$ , 20 min
12. ORR特性評価における電解液中での電極の前処理:  
( $200\text{mV s}^{-1}$ 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:

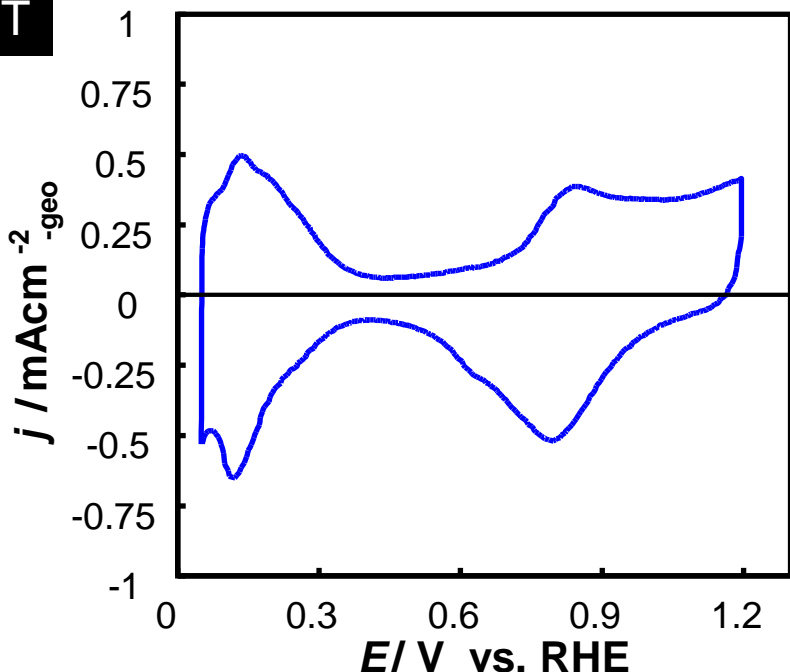


Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

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 ( $\text{HClO}_4$ )、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:  $50 \text{ mV s}^{-1}$
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

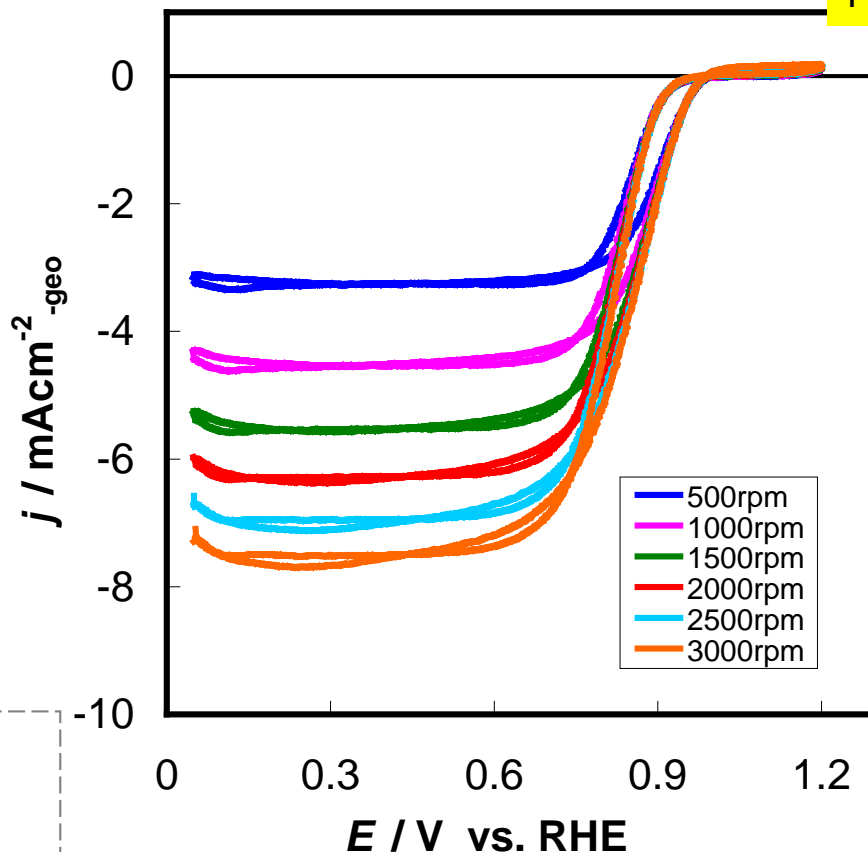


Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

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:  $10 \text{ mV s}^{-1}$

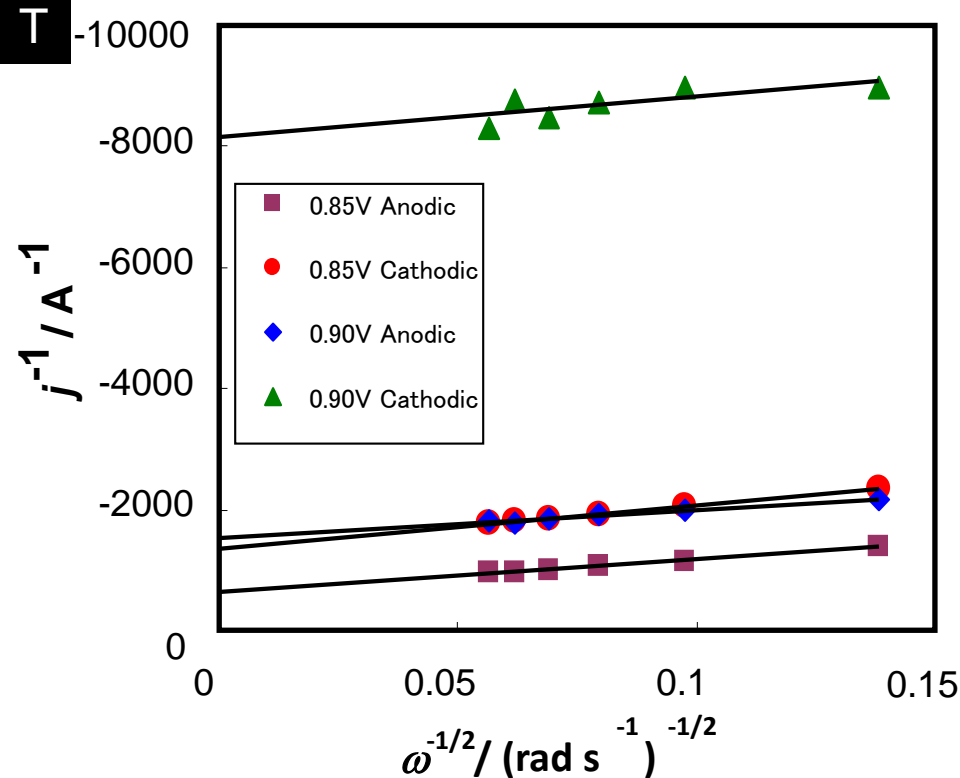


Fig.3 Koutecky-Levich プロット  
(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)

- 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:  $j^{-1} / \text{A}^{-1}$  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 $\mu\text{L}$ 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 $\text{O}_2$ 雰囲気での測定結果から同じ走査速度で測定した $\text{N}_2$ 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。

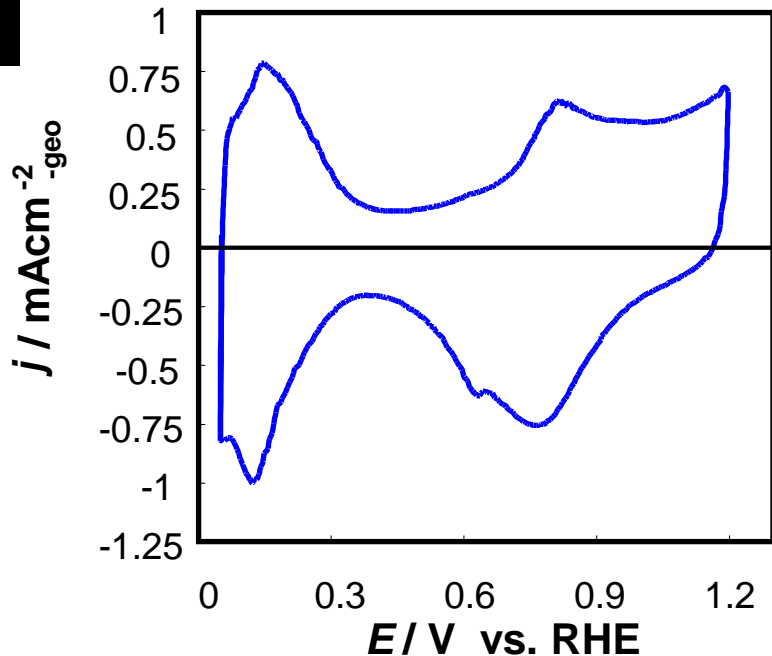


Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

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 ( $\text{HClO}_4$ )、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**  $\text{mV s}^{-1}$
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

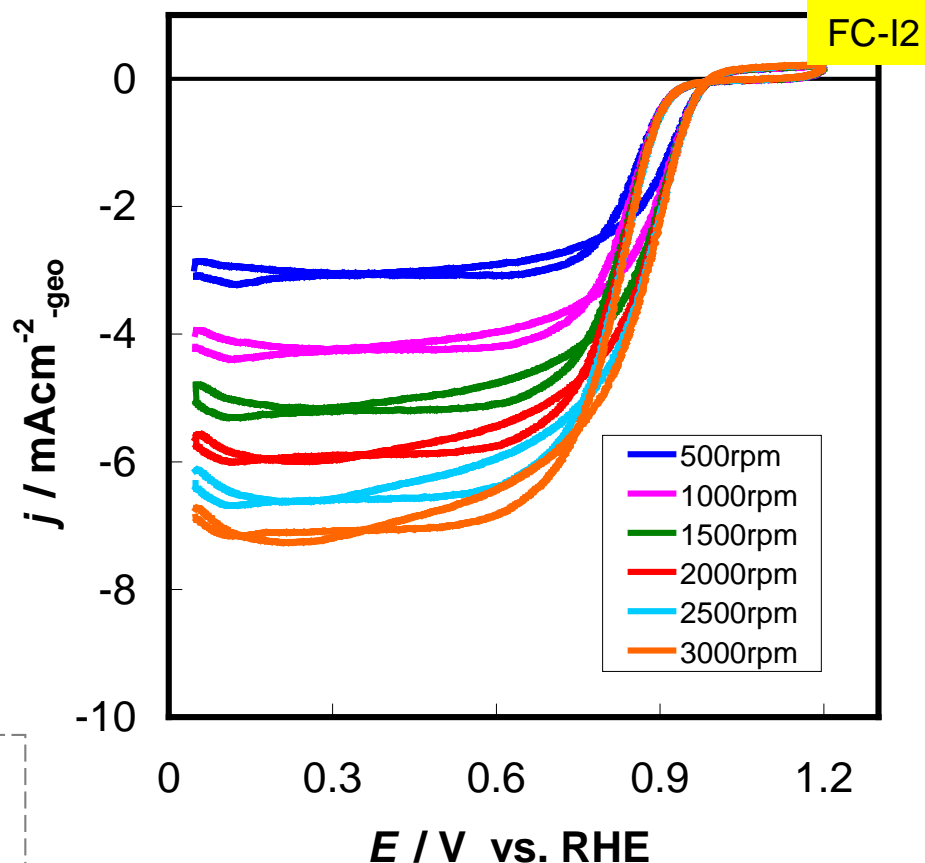


Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

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**  $\text{mV s}^{-1}$

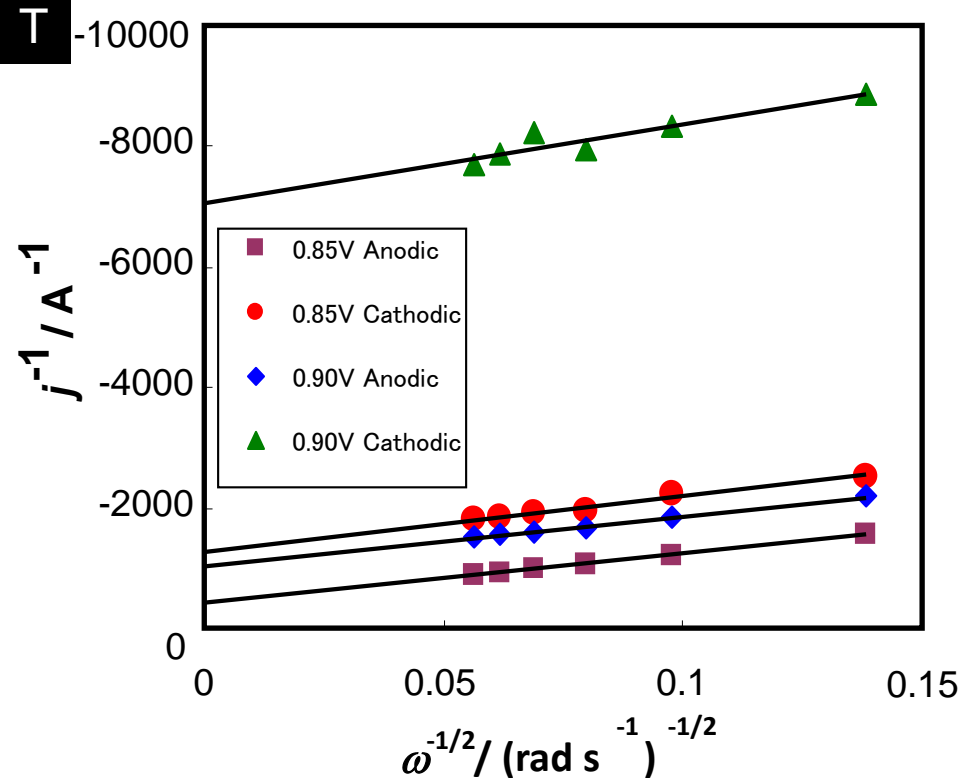


Fig.3 Koutecky-Levich プロット  
(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)

- 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:  $j^{-1}/\text{A}^{-1}$  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18.59mg 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 $\mu\text{L}$ 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 $\text{O}_2$ 雰囲気での測定結果から同じ走査速度で測定した $\text{N}_2$ 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。

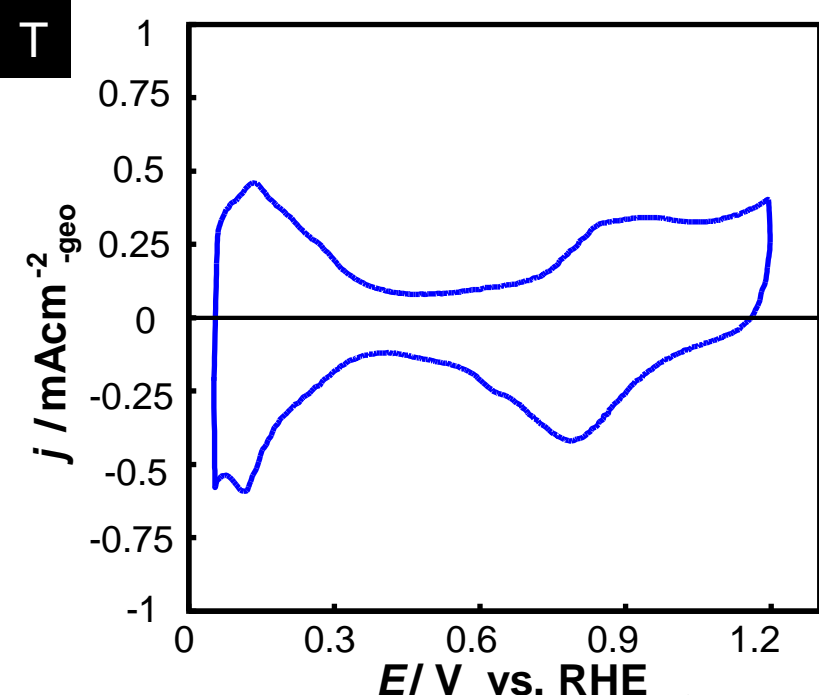


Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

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 ( $\text{HClO}_4$ )、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**  $\text{mV s}^{-1}$
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

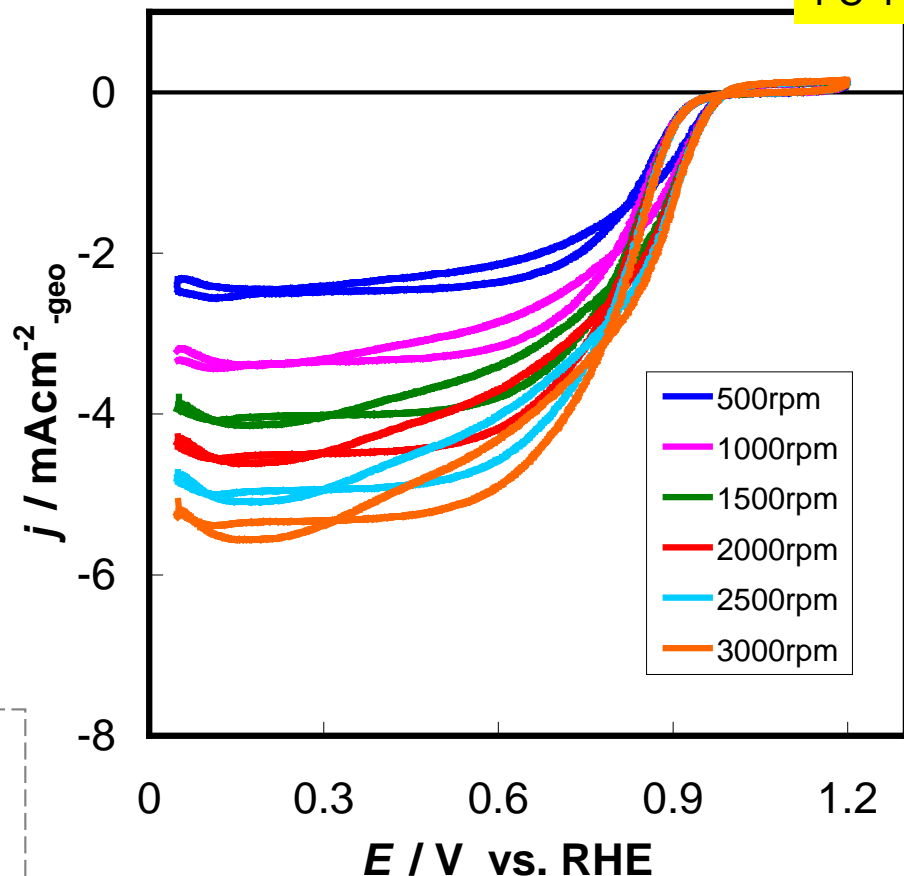


Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

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**  $\text{mV s}^{-1}$

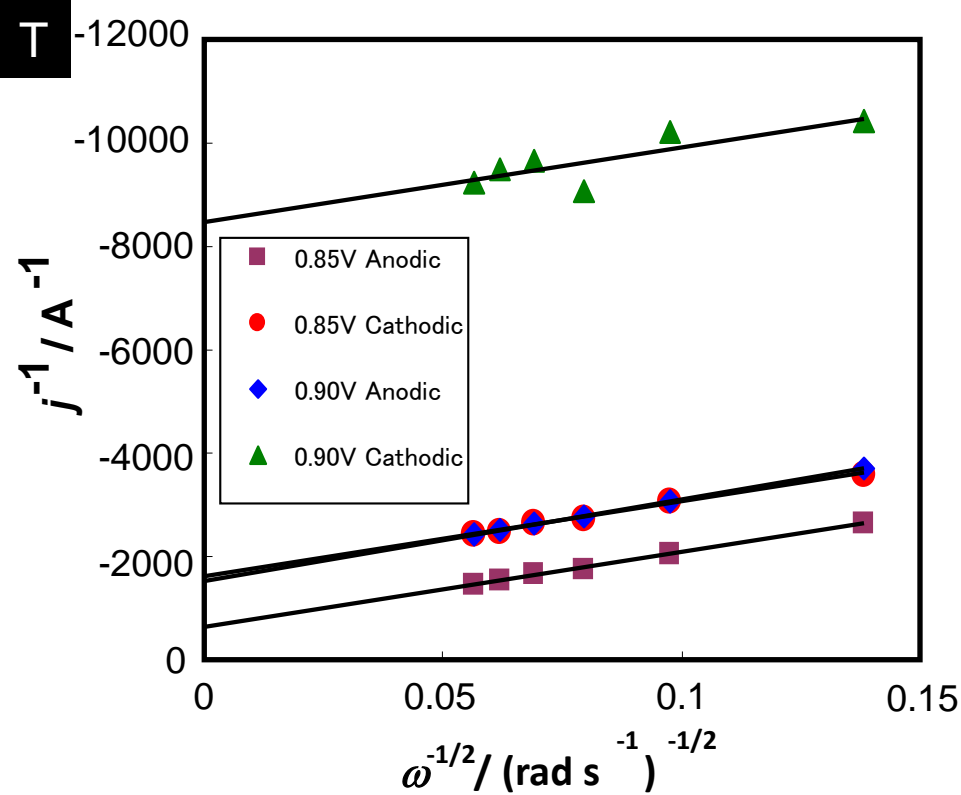


Fig.3 Koutecky-Levich プロット  
(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)

- 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:  $j^{-1} / \text{A}^{-1}$  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 $\mu\text{L}$ 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 $\text{O}_2$ 雰囲気での測定結果から同じ走査速度で測定した $\text{N}_2$ 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。

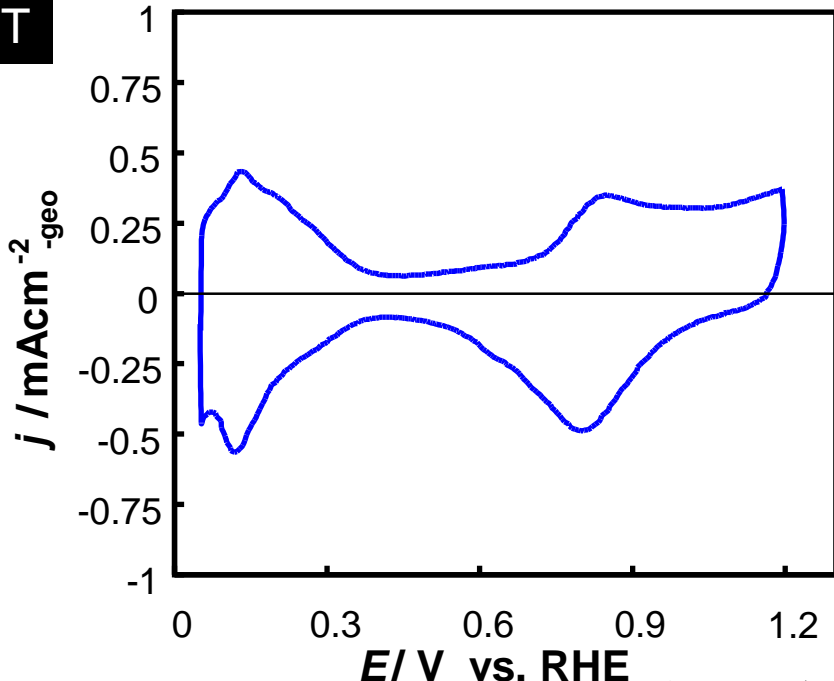


Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

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 ( $\text{HClO}_4$ )、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**  $\text{mV s}^{-1}$
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

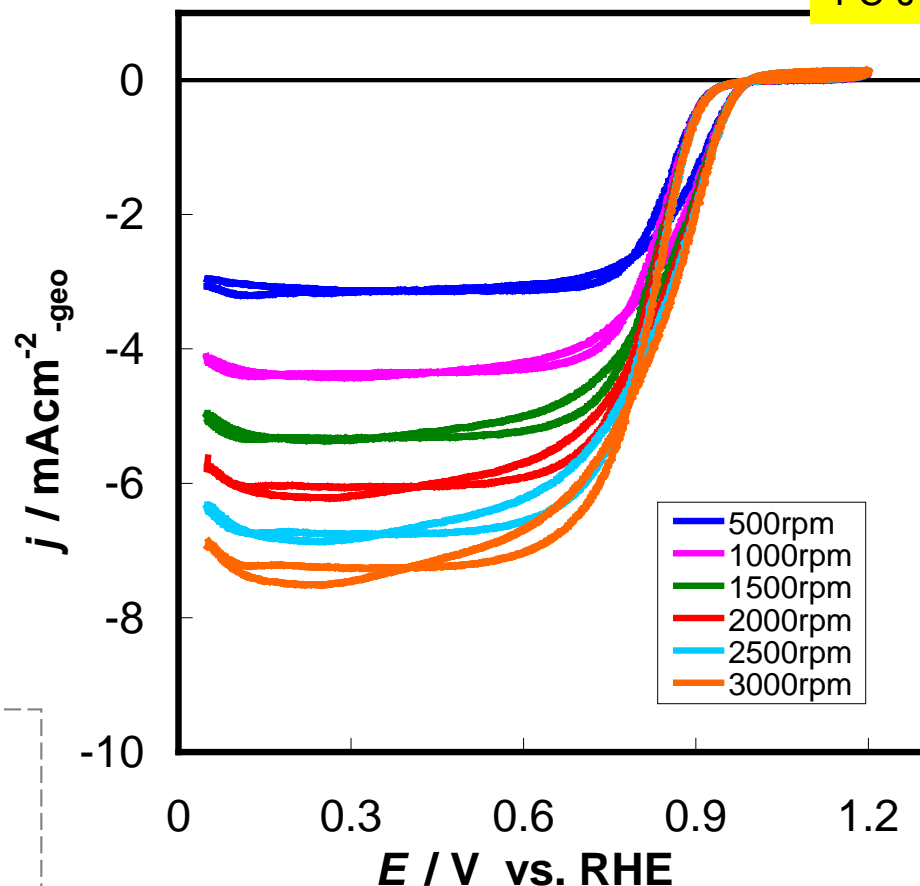


Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

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**  $\text{mV s}^{-1}$



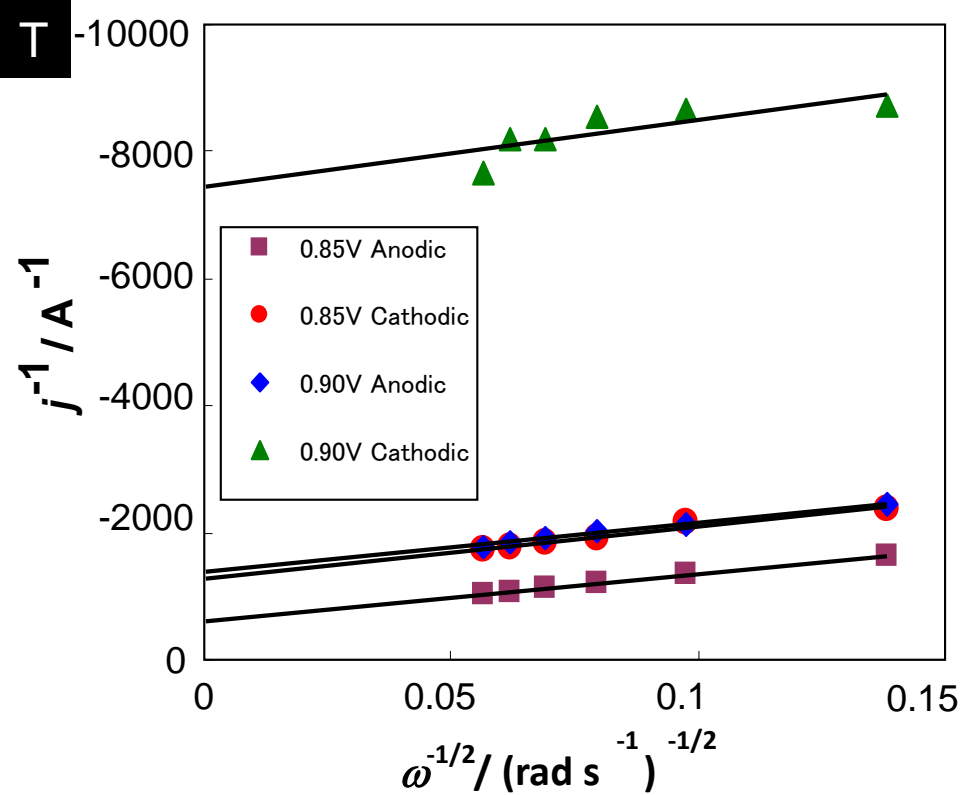


Fig.3 Koutecky-Levich プロット  
(電位 0.85 V 及び 0.90 V vs. RHEにおける値)

- 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;  $-382 \text{ A g}^{-1}\text{-Pt}$ ,  $-8.66 \times 10^{-4} \text{ A cm}^{-2}\text{-Pt}$   
 @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;  $-31.5 \text{ A g}^{-1}\text{-Pt}$ ,  $-7.14 \times 10^{-5} \text{ A cm}^{-2}\text{-Pt}$
- 縦軸:  $j^{-1}/\text{A}^{-1}$  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18.57mg 秤量
- 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
- 5wt%Nafion 100 $\mu\text{L}$ 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 $\text{O}_2$ 雰囲気での測定結果から同じ走査速度で測定した $\text{N}_2$ 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 μg cm<sup>-2</sup>** ), イオノマー担持量( **364 μL cm<sup>-2</sup>** )
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:  
( **O<sub>2</sub>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:

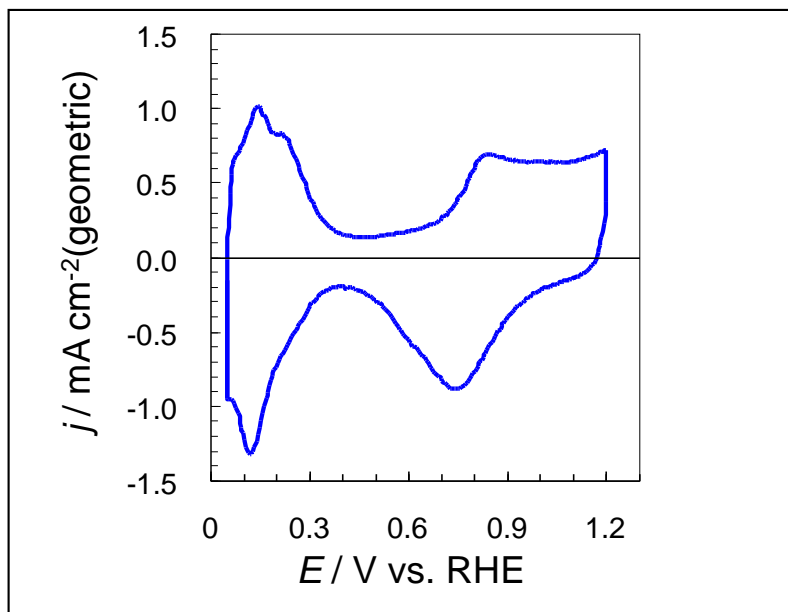


Fig.1 Pt/C 電極のサイクリックボルタモグラム

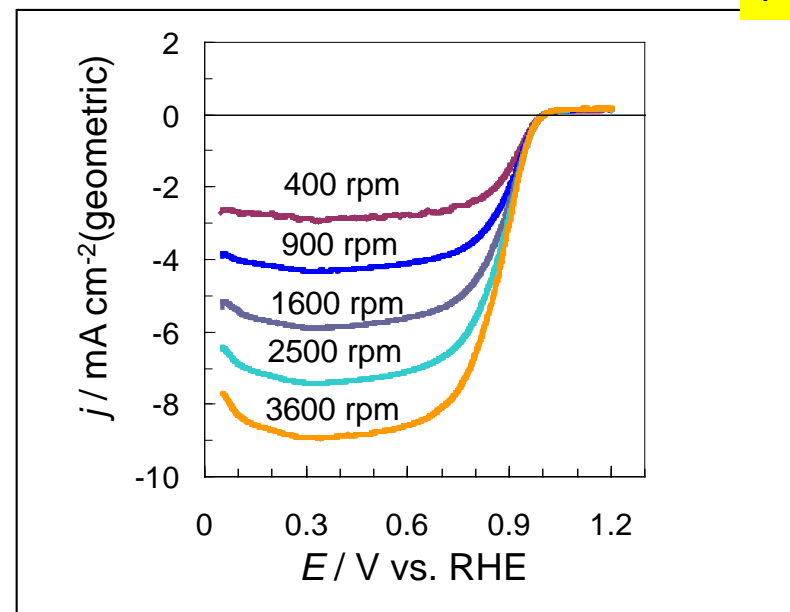
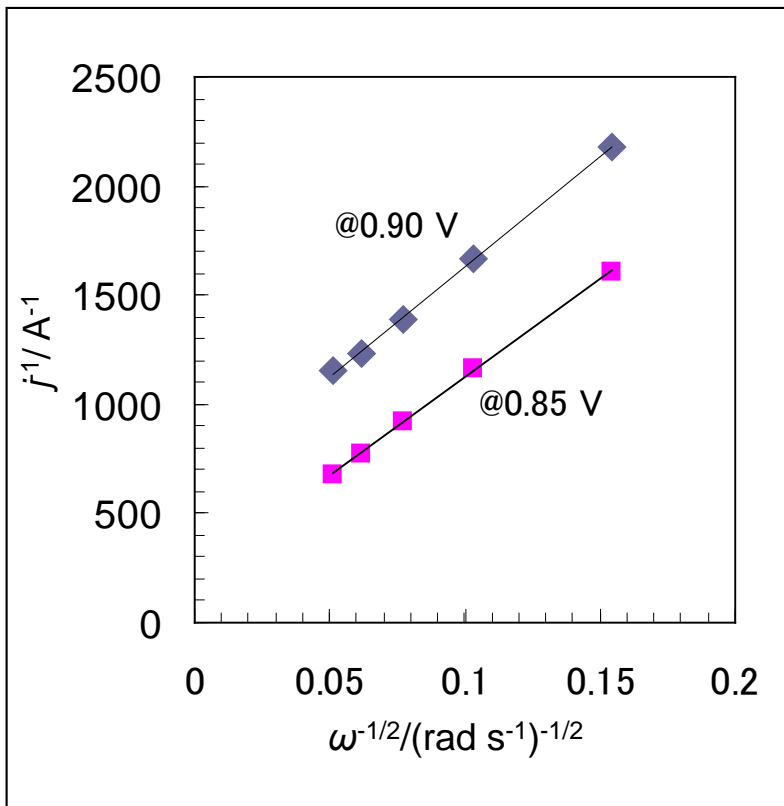


Fig.2 RDE-ORR 対流ボルタモグラム

- 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) :  $89 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ -(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 ( $\text{HClO}_4$ )、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:  $50 \text{ mV s}^{-1}$
- 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:  $10 \text{ mV s}^{-1}$



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<sup>-1</sup>-Pt, 1.157 mA cm<sup>-2</sup>-Pt  
 @0.90 V ; 335.3 A g<sup>-1</sup>-Pt, 0.377 mA cm<sup>-2</sup>-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:  $j^1/\text{A}^{-1}$  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( )