

# 發明專利說明書

(本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※ 申請案號：95119484

※ 申請日期：95.6.2

※IPC 分類：B01J 37/16 B01J 23/42

## 一、發明名稱：(中文/英文)

薄膜燃料電池用鉑合金電化學觸媒之製備方法

## 二、申請人：(共 1 人)

姓名或名稱：(中文/英文) ID：02717206

行政院原子能委員會-核能研究所

代表人：(中文/英文) 林立夫

住居所或營業所地址：(中文/英文)

桃園縣龍潭鄉佳安村文化路 1000 號

國 籍：(中文/英文) 中華民國

## 三、發明人：(共 2 人)

姓 名：(中文/英文)

1. 鄭俊才 ID：R102701934

2. 簡俊清 ID：A102432814

國 籍：(中文/英文)

1. 中華民國

2. 中華民國

四、聲明事項：

主張專利法第二十二條第二項  第一款或  第二款規定之事實，其事實發生日期為： 年 月 日。

申請前已向下列國家（地區）申請專利：

【格式請依：受理國家（地區）、申請日、申請案號 順序註記】

有主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

無主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

主張專利法第二十九條第一項國內優先權：

【格式請依：申請日、申請案號 順序註記】

主張專利法第三十條生物材料：

須寄存生物材料者：

國內生物材料 【格式請依：寄存機構、日期、號碼 順序註記】

國外生物材料 【格式請依：寄存國家、機構、日期、號碼 順序註記】

不須寄存生物材料者：

所屬技術領域中具有通常知識者易於獲得時，不須寄存。

## 九、發明說明：

### 【發明所屬之技術領域】

本發明係提供一薄膜燃料電池用鉑合金電化學觸媒之製備方法，尤指以導電性碳黑為載體，利用經改良之乙二醇的化學還原反應將該鉑合金錯離子還原成具約 2-6 奈米直徑之鉑合金顆粒，附著在該導電性碳黑上，獲得一以碳黑粉末當載體之鉑合金電化學觸媒，其成份組成可以有效控制。

### 【先前技術】

目前尚在發展中之薄膜燃料電池，如直接甲醇燃料電池和質子交換膜燃料電池，係為利用質子交換膜(如美國杜邦公司所生產之 Nafion membrane)為固態電解質之電化學發電裝置。因薄膜燃料電池具有高能量密度、高電能轉換效率、構造簡單輕巧、供電時間長及攜帶方便之優點，可用來取代傳統之電化學電池，做為電動車、手提電腦、手機及其它電子產品之能源。

薄膜燃料電池一般以鉑為陰極觸媒用以促進氧氣或空氣之還原反應，而以鉑合金為陽極觸媒用以促進燃料(例如氫氣及甲醇水溶液)之氧化反應。使用鉑合金為陽極觸媒之目的乃在避免於低溫環境( $<100^{\circ}\text{C}$ )下操作由一氧化碳或其它甲醇氧化反應中間產物所造成之觸媒毒化現象，此乃薄膜燃料電池重要關鍵技術之

一。其中，二元之鉑鈦(Pt-Ru)合金乃是最被普遍試驗使用之陽極觸媒，而其他多元合金(例如 Pt-Ru-Rh 及 Pt-Ru-Rh-Ir)則為目前研究開發之重點，期能比二元之 Pt-Ru 合金有更佳觸媒效率及抗毒能力。觸媒之製作，除了顆粒大小適中及分散度良好外，其重點為鉑合金電化學觸媒必須有適當的組成，例如 Pt-Ru 具有 Pt: Ru=1:1 之原子數比，觸媒性能較佳。

一般而言，鉑合金電化學觸媒之製作，當今之工藝技術乃以具導電性之碳黑粉末(例如美國 Cabot 公司生產之 Vulcan XC72)為主要載體。主要除了價格便宜外，其質輕及顆粒小的特性，也有助於爾後電極或電極薄膜組合(Membrane Electrode Assembly, MEA)之製作。其典型之製備方法則詳述於諸多專利中。

但現在一般薄膜燃料電池使用之鉑合金電化學觸媒尚未臻於完善，仍無法完全符合於實際使用時之所需。故仍須繼續開發較優良之二元及多元鉑合金電化學觸媒，尤其是多元觸媒之組成須有效控制的最佳範圍，以進一步提升薄膜燃料電池之性能。另外，新電化學觸媒製備方法的開發，也有打破技術專利壟斷、降低觸媒成本的優點。

## 【發明內容】

本發明主要目的係在於提出一鉑合金電化學觸媒製備方法，得到一具高度顆粒大小一致性及高分散度之導電性碳黑承載之二元或多元鉑合金電化學觸媒，及可藉由該製備過程有效控制該鉑合金觸媒之組成，進而提升觸媒效能。

本發明係為一種薄膜燃料電池用鉑合金電化學觸媒之製備方法，以導電性碳黑為載體，製備二元及多元鉑合金電化學觸媒，其製備過程係將一經強酸(如濃硝酸)或強氧化劑(如臭氧、過錳酸鉀等)氧化處理之導電性碳黑粉末倒入一乙二醇溶液中，經超音波振盪及高速攪拌形成一乙二醇碳糊，另將一含氯鉑酸、氯化鈦及其他貴金屬鹽類之乙二醇溶液添加適量之亞硫酸鈉水溶液，再加入上述之乙二醇碳糊中，形成一反應溶液，並用氫氧化鈣或氫氧化鈉水溶液等鹼性水溶液調整該反應溶液之酸鹼值，接著高速攪拌使其混合形成一均勻之混合液，再利用微波加熱方式讓該混合液進行鉑合金之還原反應，而後再將反應完成之混合液過濾，分離出導電性碳黑並以去離子水洗淨，最後於烘箱中經由溫度大於攝氏 100 度之烘乾溫度烘乾，即得一導電性碳黑承載之鉑合金電化學觸媒。

**【實施方式】**

請參閱『第 1 圖』所示，係本發明之基本流程示意圖。如圖所示：本發明係為一種薄膜燃料電池用鉑合金電化學觸媒之製備方法，係以導電性碳黑當載體，製備二元及多元鉑合金電化學觸媒，其至少包含以下步驟：

步驟 11：將經強酸(硝酸及硫酸之混合液)氧化處理過之導電性碳黑粉末倒入一乙二醇溶液中，其中，該導電性碳黑粉表面具有許多交換基，例如-COOH，有利於金屬離子之交換吸附及觸媒晶核之形成，而該導電性碳黑係選自 Vulcan XC72、Vulcan XC72R、Black Pearl 2000 及其他碳材中擇其一。

步驟 12：將具導電性碳黑粉末之乙二醇溶液進行超音波振盪及高速攪拌形成一乙二醇碳糊，其中，該超音波振盪時間係介於 5 至 15 分鐘之間，而該攪拌時間係介於 20 至 40 分鐘之間。

步驟 13：將一含鉑之貴金屬鹽類(如：氯鉑酸( $H_2PtCl_6 \cdot 6H_2O$ ))及其他貴金屬鹽類(如：氯化鈦、氯化銻及其他貴金屬鹽類)之乙二醇溶液添加一添加劑再加入該乙二醇碳糊中，形成一反應溶液，其中，該添加劑係可為亞硫酸鈉水溶液。

步驟 14：可用鹼性水溶液調整反應溶液之酸鹼值

(pH 值)，其中，該鹼性水溶液係選自氫氧化鈣、氫氧化鈉、氫氧化鉀及氫氧化鎂中擇其一，而調整該反應溶液酸鹼值之範圍係介於 2.5 至 4.5 之間，該反應溶液之含水量係介於 0vol% 至 10vol% 之間。

步驟 15：將已調整酸鹼值之反應溶液進行高速攪拌形成一混合液，並將該混合液加熱，進行鉑合金離子之還原反應，其中，該攪拌時間係介於 25 分鐘至 35 分鐘之間，該加熱方式係可為微波加熱，其加熱溫度係介於攝氏 110 度至 150 度之間，其加熱時間係介於 30 分鐘至 3 小時之間；該加熱方式係可為電熱板加熱或其他傳統熱傳導加熱方式，其加熱溫度係介於攝氏 110 度至 150 度之間，其加熱時間係介於 30 分鐘至 5 小時之間，該加熱方式使用微波加熱，具有加熱均勻及升溫快速之功效，係可縮短鉑合金觸媒之還原反應時間，並可使該鉑合金觸媒可均勻生成及良好分散。

上述所提鉑合金離子之還原反應之起始鉑金屬原料係可選自氯化鉑、氯鉑酸、硝酸鉑及其他鉑鹽中擇其一，該鉑合金離子之還原反應之起始合金成份原料係可選自氯化鈳鹽、氯化鈹鹽、氯化銻鹽及氯化鐵鹽中擇其一，並以乙二醇作為主要分散劑及還原劑，另以亞硫酸鈉鹽作為輔助分散劑及還原劑，該主要還原劑於低酸鹼值(酸性環境)反應情況下可提高還原能力、縮短反應時間及促進金屬離子之錯合及分散以利

控制奈米鉑合金顆粒之生成。

步驟 16：過濾反應完成之混合液，分離出該導電性碳黑，並以去離子水洗淨。

步驟 17：利用烘箱烘乾，即得一具高度顆粒大小一致性及高分散度之以導電性碳黑當載體之鉑合金電化學觸媒，其中，該烘箱溫度係介於攝氏 100 度至 110 度之間，而以導電性碳黑當載體之鉑合金電化學觸媒之鉑合金含量係介於 5wt% 至 80wt%。

請參閱『第 2 圖』所示，係本發明導電性碳黑之界達電位曲線示意圖。如圖所示：上述於步驟 14 中調整反應溶液之酸鹼值，其主要目的在於調整該導電性碳黑表面之界達電位至等電位點 (Isoelectric Point, IEP) 附近，圖中包含一導電性碳黑於無觸媒承載下之第一界達電位曲線 2 及一導電性碳黑於觸媒承載下之第二界達電位曲線 3，於界達電位為零之等電位點，所有金屬離子或錯離子於該導電性碳黑表面之吸附能力相當，因此可控制二元及多元鉑合金電化學觸媒之成份組成，即控制該反應溶液之金屬離子濃度組成就可獲致所要之鉑合金觸媒之組成，另控制該反應溶液之含水量係可避免該鉑合金觸媒顆粒集結長大，使該鉑合金觸媒顆粒粒徑之大小係控制介於 2~6nm 之間，係可使該觸媒使用於薄膜燃料電池時具較佳之效能。

該以導電性碳黑當載體之鉑合金電化學觸媒係可

為直接甲醇燃料電池或質子交換膜燃料電池所使用之陽極觸媒。以下詳細說明本發明之實施例：

[實施例一]製備一以導電性碳黑為載體之二元鉑合金電化學觸媒(Pt-Ru/C)

本實施例係為製備一 40wt%Pt(鉑)-20wt%Ru(鈦)/C(導電性碳)，其原子數比為 Pt：Ru=1：1，該製備過程係包含以下步驟：

步驟 11：將 0.471 克經強酸氧化處理之導電性碳黑粉末(Cabot Vulcan XC72)加入一 35 毫升之乙二醇溶液。

步驟 12：將具導電性碳黑粉末之乙二醇溶液進行超音波振盪 10 分鐘，再以高速攪拌機攪拌 30 分鐘，形成一乙二醇碳糊。

步驟 13：將 1.264 克氯鉑酸及 0.506 克氯化鈦溶於一 10 毫升乙二醇溶液中，並加入 1 毫升 1M 之亞硫酸鈉氫水溶液，且加入該乙二醇碳糊中，形成一反應溶液。

步驟 14：以 2N 之氫氧化鈣水溶液調整反應溶液之酸鹼值為 2.5 至 4.5 之間，並維持酸鹼值於此範圍。

步驟 15：將上述已調整酸鹼值之反應溶液進行高速攪拌 30 分鐘後，以微波加熱至攝氏 120 度讓該混合

液進行鉑合金之還原反應，其反應時間約 30 分鐘。

步驟 16：過濾反應完成之混合液，分離出該導電性碳黑並以去離子水洗淨。

步驟 17：利用烘箱於攝氏 105 度下烘乾 2 小時，即得一以導電性碳黑當載體之二元鉑合金電化學觸媒。

然而利用一感應耦合電漿光譜儀分析於第一實施例過濾反應完成之混合液之溶液及洗滌導電性碳黑之溶液中所殘留之金屬離子量，推算出金屬還原效率為大於 95%，而以導電性碳黑當載體之二元鉑合金電化學觸媒之組成為 Pt: Ru=1: 0.93，接近理想值。

而本實施例所製備之以導電性碳黑當載體之二元鉑合金觸媒用穿透式電子顯微鏡拍攝觀察顯示，該觸媒之顆粒粒徑約為 2nm 至 5nm，而平均粒徑約為 3.4nm，係為一理想之薄膜燃料電池之陽極觸媒粒徑。

[實施例二]製備一以導電性碳黑為載體之多元鉑合金電化學觸媒

本實施例係為製備一 40wt%Pt(鉑)-20wt%Ru(鈦)-5wt%Rh(銻)/C(導電性碳黑)；其原子數比為 Pt: Ru: Rh= 1: 1: 0.125，該製備過程係包含以下步驟：

步驟 11：將 0.232 克經強酸氧化處理之導電性碳

黑粉末(Cabot Vulcan XC72)加入一 20 毫升之乙二醇溶液。

步驟 12：將上述混合液經超音波振盪 10 分鐘，再以高速攪拌 30 分鐘至成一乙二醇碳糊。

步驟 13：另將 0.60 克氯鉑酸、0.25 克氯化鈦及 0.10 克氯化銻溶於一 8 毫升乙二醇中，並加入 1 毫升 10%之亞硫酸鈉氫水溶液，且加入該乙二醇碳糊中，形成一反應溶液。

步驟 14：以 4N 之氫氧化鈣水溶液調整反應溶液之酸鹼值為介於 2.5 至 4.5 之間，並維持酸鹼值於此範圍。

步驟 15：經高速攪拌 30 分鐘後，以微波加熱至攝氏 130 度讓該混合液進行鉑合金之還原反應，其反應時間約 30 分鐘。

步驟 16：過濾反應完成之混合液，分離出該導電性碳黑並以去離子水洗淨。

步驟 17：利用烘箱於攝氏 105 度下烘乾二小時，即得一以導電性碳黑當載體之多元鉑合金電化學觸媒。

然而利用一感應耦合電漿光譜儀分析該過濾反應完成之混合液之溶液及洗滌導電性碳黑之溶液中所殘留之金屬離子量，推算出金屬還原效率為大於 98%，

而所得以導電性碳黑當載體之多元鉑合金電化學觸媒之組成為 Pt: Ru: Rh=1: 0.94: 0.124，亦非常接近理想值，較第一實施例之反應溫度高及反應時間長，可使還原反應更加完全。

而本實施例所製備之以導電性碳黑當載體之多元鉑合金電化學觸媒用穿透式電子顯微鏡拍攝觀察顯示，其顆粒粒徑大致分佈於 2 nm 至 6nm，而平均粒徑約 3.7nm，亦為一理想之薄膜燃料電池之陽極觸媒粒徑。

[實施例三]將碳黑粉末承載之多元鉑合金電化學觸媒應用於直接甲醇燃料電池

本實施例係將第二實施例所製備之導電性碳黑粉末承載之多元鉑合金電化學觸媒，於攝氏 40 度下應用於直接甲醇燃料電池之陽極觸媒，該陽極係以第二實施例所製備之觸媒混以適量之 5wt% 之 Nafion 溶液再塗布於經防濕處理過之碳布上，其承載量為  $4\text{mg}/\text{cm}^2$ ，另該陰極觸媒係為一商用 Pt Black/C 之氣體滲透電極，其承載量亦為  $4\text{mg}/\text{cm}^2$ 。該兩電極與一質子交換膜(Nafion 117)經熱壓形成一薄膜電極組合，再用兩片石墨面板組合成一單槽直接甲醇燃料電池。

請參閱『第 3 圖』所示，係為本發明應用於直接甲醇燃料電池之陽極觸媒之工作曲線示意圖。如圖所

示：係將本發明第二實施例所製備之以導電性碳黑承載之多元鉑合金電化學觸媒與一以碳黑承載之商用 Pt-Ru/C 分別為直接甲醇燃料電池之陽極觸媒於攝氏 40 度下進行比較。圖中包含一以本發明所製備之觸媒為陽極觸媒之第一曲線 4 及一以商用 Pt-Ru/C 為陽極觸媒之第二曲線 5，由二曲線分佈可知本發明所製備之導電性碳黑承載之多元鉑合金電化學觸媒表現遠比以商用之 Pt-Ru/C 為佳，證明本發明所製備之多元鉑合金電化學觸媒適合作為直接甲醇燃料電池和質子交換膜燃料電池所使用之陽極觸媒。

綜上所述，本發明薄膜燃料電池用鉑合金電化學觸媒之製備方法可獲得一具高度顆粒大小一致性及高分散度之以導電性碳黑承載之鉑合金電化學觸媒，並可藉由該製備過程控制該鉑合金觸媒之組成，進一步提升薄膜燃料電池之性能。利用本發明之鉑合金電化學觸媒所製備之燃料電池將更經濟實用、更符合使用者之所須，確已符合發明專利申請之要件，爰依法提出專利申請。

惟以上所述者，僅為本發明之實施例而已，當不能以此限定本發明實施之範圍；故凡依本發明申請專利範圍及發明說明書內容所作之簡單的等效變化與修飾，皆應仍屬本發明專利涵蓋之範圍內。

**【圖式簡單說明】**

第 1 圖，係本發明之基本流程示意圖。

第 2 圖，係本發明導電性碳黑之界達電位曲線示意圖。

第 3 圖，係本發明應用於直接甲醇燃料電池之陽極觸媒之工作曲線示意圖。

**【主要元件符號說明】**

步驟：11~17

第一界達電位曲線 2

第二界達電位曲線 3

第一曲線 4

第二曲線 5

### 五、中文發明摘要：

本發明為關於薄膜燃料電池用鉑合金電化學觸媒之製備方法，以改良式多醇還原方法製備以導電性碳黑當承載之二元及多元鉑合金電化學觸媒，其製備過程乃利用經強酸氧化處理過之導電性碳黑當載體，在乙二醇溶液中添加適量之添加劑並調整反應溶液於適當之酸鹼值範圍，對鉑及其他貴金屬離子於適當溫度下進行化學還原反應，將鉑合金組成之金屬錯離子還原成具約2-6奈米直徑之鉑合金顆粒並附著在導電性碳黑上，獲得具高度顆粒大小一致性、高分散度及可有效控制觸媒組成之導電性碳黑承載之鉑合金電化學觸媒。主要應用於薄膜燃料電池作為陽極觸媒。

### 六、英文發明摘要：

十、申請專利範圍：

1. 一種薄膜燃料電池用鉑合金電化學觸媒之製備方法，利用導電性碳黑為載體，製備二元及多元鉑合金電化學觸媒，其至少包含以下步驟：

(a)將一經強酸氧化處理過之導電性碳黑粉末倒入一乙二醇溶液中；

(b)將具導電性碳黑粉末之乙二醇溶液進行超音波振盪及攪拌形成一乙二醇碳糊；

(c)將一含鉑之貴金屬鹽類與其他貴金屬鹽類之乙二醇溶液添加一添加劑，再加入該乙二醇碳糊中，形成一反應溶液；

(d)利用一鹼性水溶液調整反應溶液之酸鹼值；

(e)將已調整酸鹼值之反應溶液進行攪拌形成一混合液，並將該混合液加熱，進行鉑合金觸媒之還原反應；

(f)過濾反應完成之混合液，分離出該導電性碳黑並以去離子水洗淨；以及

(g)利用烘箱烘乾，即得一以導電性碳黑當載體之鉑合金電化學觸媒。

2. 依據申請專利範圍第 1 項所述之薄膜燃料電池用鉑合金電化學觸媒之製備方法，其中，該導電性碳黑係選自 Vulcan XC72、Vulcan XC72R、Black Pearl 2000 及其他碳材中擇其一。

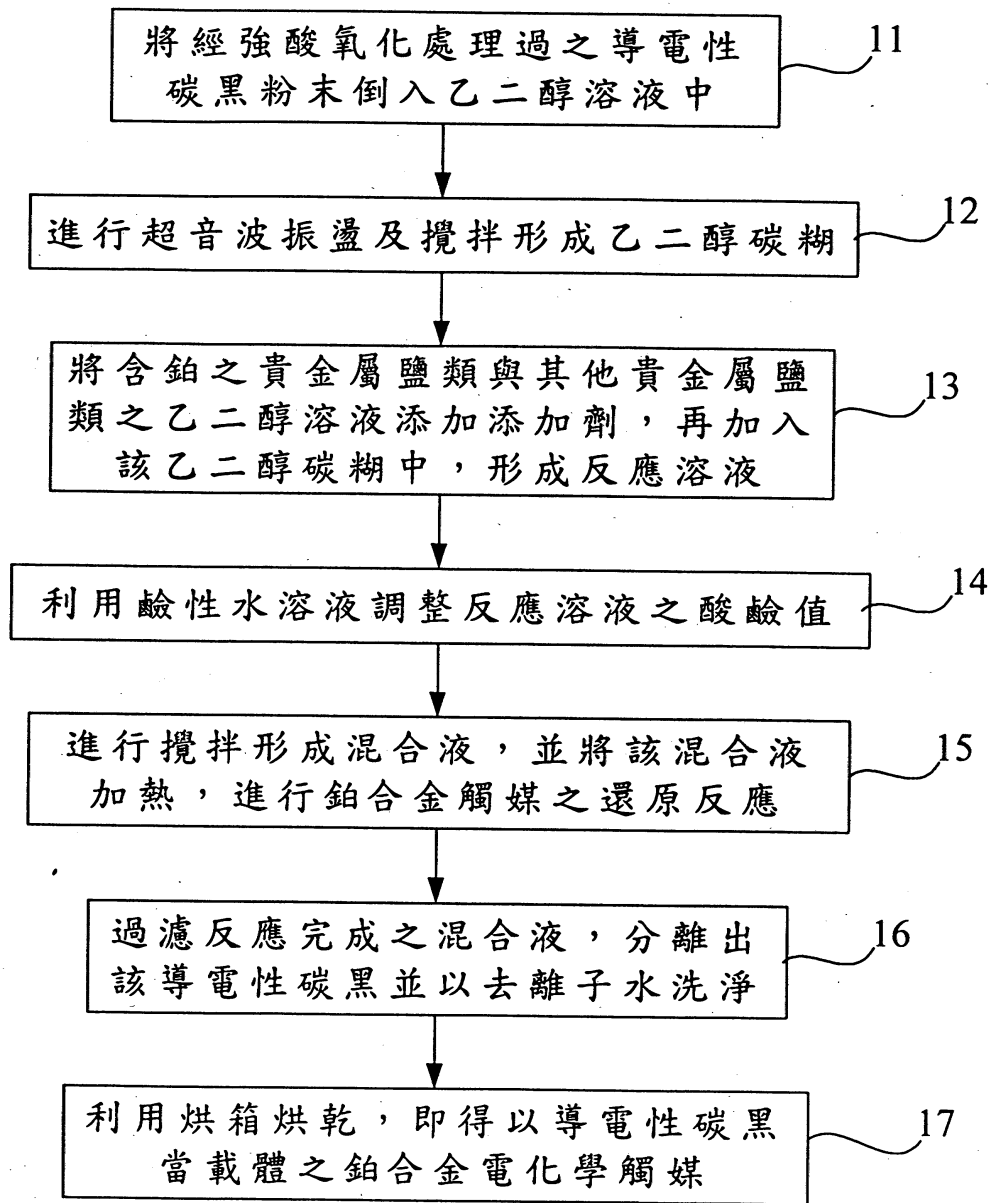
3. 依據申請專利範圍第 1 項所述之薄膜燃料電池用鉑合金電化學觸媒之製備方法，其中，該步驟(b)之超音波振盪時間係介於 5 至 15 分鐘之間。
4. 依據申請專利範圍第 1 項所述之薄膜燃料電池用鉑合金電化學觸媒之製備方法，其中，該步驟(b)之攪拌時間係介於 20 至 40 分鐘之間。
5. 依據申請專利範圍第 1 項所述之薄膜燃料電池用鉑合金電化學觸媒之製備方法，其中，該含鉑之貴金屬鹽類係為氯鉑酸。
6. 依據申請專利範圍第 1 項所述之薄膜燃料電池用鉑合金電化學觸媒之製備方法，其中，該貴金屬鹽類係為氯化鈦、氯化銻及其他貴金屬鹽類。
7. 依據申請專利範圍第 1 項所述之薄膜燃料電池用鉑合金電化學觸媒之製備方法，其中，該添加劑係為亞硫酸鈉水溶液。
8. 依據申請專利範圍第 1 項所述之薄膜燃料電池用鉑合金電化學觸媒之製備方法，其中，該步驟(d)之鹼性水溶液係選自氫氧化鈣、氫氧化鈉、氫氧化鉀及氫氧化鎂中擇其一。
9. 依據申請專利範圍第 1 項所述之薄膜燃料電池用鉑合金電化學觸媒之製備方法，其中，該步驟(d)之調整反應溶液酸鹼值之範圍係介於 2.5 至 4.5 之間。

10. 依據申請專利範圍第 1 項所述之薄膜燃料電池用鉑合金電化學觸媒之製備方法，其中，該步驟(d)之反應溶液之含水量係介於 0vol%至 10vol%之間。
11. 依據申請專利範圍第 1 項所述之薄膜燃料電池用鉑合金電化學觸媒之製備方法，其中，該步驟(e)之攪拌時間係介於 25 分鐘至 35 分鐘之間。
12. 依據申請專利範圍第 1 項所述之薄膜燃料電池用鉑合金電化學觸媒之製備方法，其中，該步驟(e)之加熱方式係可為微波加熱。
13. 依據申請專利範圍第 1 項所述之薄膜燃料電池用鉑合金電化學觸媒之製備方法，其中，該步驟(e)之加熱方式係可為電熱板加熱或其他傳統熱傳導加熱方式。
14. 依據申請專利範圍第 1 項所述之薄膜燃料電池用鉑合金電化學觸媒之製備方法，其中，該步驟(g)之烘箱溫度係介於攝氏 100 度至 110 度間。
15. 依據申請專利範圍第 1 項所述之薄膜燃料電池用鉑合金電化學觸媒之製備方法，其中，該以導電性碳黑當載體之白金合金電化學觸媒可為直接甲醇燃料電池所使用之陽極觸媒。
16. 依據申請專利範圍第 1 項所述之薄膜燃料電池用鉑合金電化學觸媒之製備方法，其中，該以導電性碳

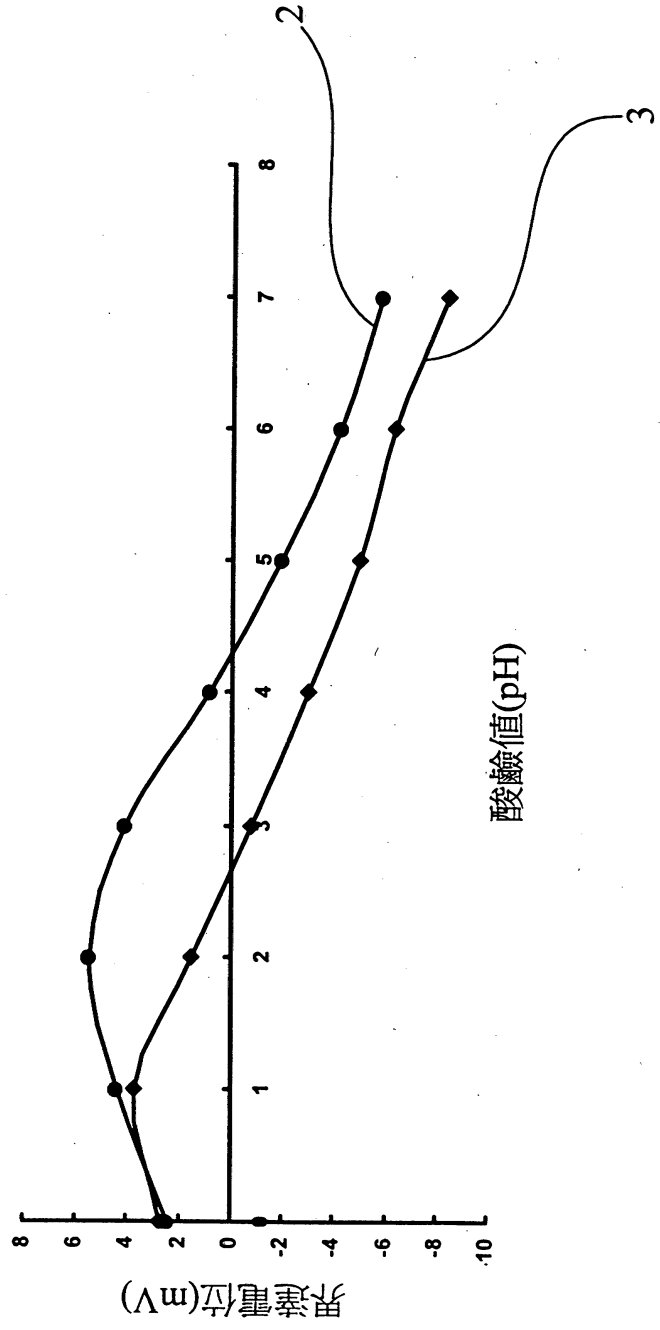
黑當載體之鉑合金電化學觸媒為質子交換膜型燃料電池所使用之陽極觸媒。

17. 依據申請專利範圍第 1 項所述之薄膜燃料電池用鉑合金電化學觸媒之製備方法，其中，該以導電性碳黑當載體之鉑合金電化學觸媒之鉑合金含量係介於 5wt% 至 80wt% 之間。
18. 依據申請專利範圍第 1 項所述之薄膜燃料電池用鉑合金電化學觸媒之製備方法，其中，該鉑合金觸媒之還原反應之起始鉑金屬原料係選自氯化鉑、氯鉑酸、硝酸鉑及其他鉑鹽中擇其一。
19. 依據申請專利範圍第 1 項所述之薄膜燃料電池用鉑合金電化學觸媒之製備方法，其中，該鉑合金觸媒之還原反應之起始合金成份原料係選自氯化鈥鹽、氯化鈹鹽、氯化銻鹽及氯化鐵鹽中擇其一。
20. 依據申請專利範圍第 1 項所述之薄膜燃料電池用鉑合金電化學觸媒之製備方法，其中，該鉑合金觸媒之還原反應之主要分散劑及還原劑係以乙二醇。
21. 依據申請專利範圍第 1 項所述之薄膜燃料電池用鉑合金電化學觸媒之製備方法，其中，該鉑合金觸媒之還原反應係可以亞硫酸鈉鹽作為輔助分散劑及還原劑。

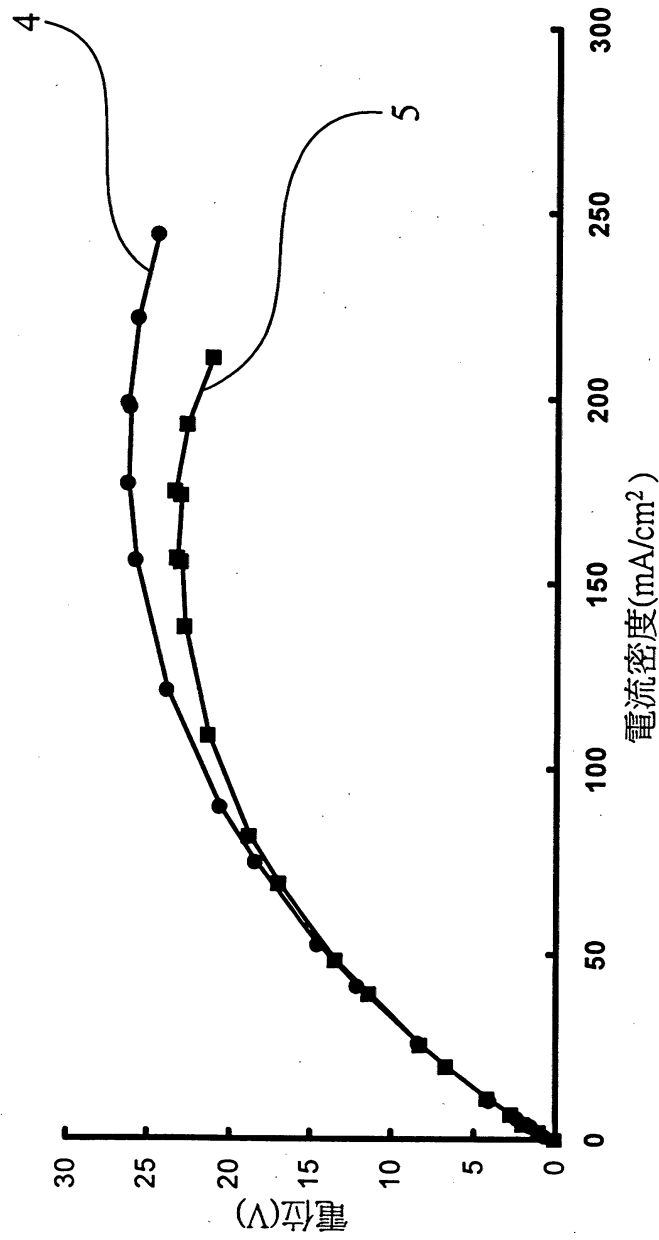
22. 依據申請專利範圍第 12 項所述之薄膜燃料電池用鉑合金電化學觸媒之製備方法，其中，該加熱溫度係介於攝氏 110 度至 150 度之間。
23. 依據申請專利範圍第 12 項所述之薄膜燃料電池用鉑合金電化學觸媒之製備方法，其中，該加熱時間係介於 30 分鐘至 3 小時之間。
24. 依據申請專利範圍第 13 項所述之薄膜燃料電池用鉑合金電化學觸媒之製備方法，其中，該加熱溫度係介於攝氏 110 度至 150 度之間。
25. 依據申請專利範圍第 13 項所述之薄膜燃料電池用鉑合金電化學觸媒之製備方法，其中，該加熱時間係介於 30 分鐘至 5 小時之間。



第1圖



第2圖



第3圖

七、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第( 1 )圖。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

步驟：11~17

八、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：