



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：TW 201107242 A1

(43)公開日：中華民國 100 (2011) 年 03 月 01 日

(21)申請案號：099115857

(22)申請日：中華民國 99 (2010) 年 05 月 18 日

(51)Int. Cl. : *C01G31/00 (2006.01)*

H01M4/131 (2010.01)

(30)優先權：2009/05/27 美國

61/181,319

(71)申請人：可諾可菲利普公司 (美國) CONOCOPHILLIPS COMPANY (US)

美國

(72)發明人：茅振華 MAO, ZHENHUA (US)；卡瑞爾 馬克W CAREL, MARK W. (US)

(74)代理人：陳長文

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：20 項 圖式數：2 共 23 頁

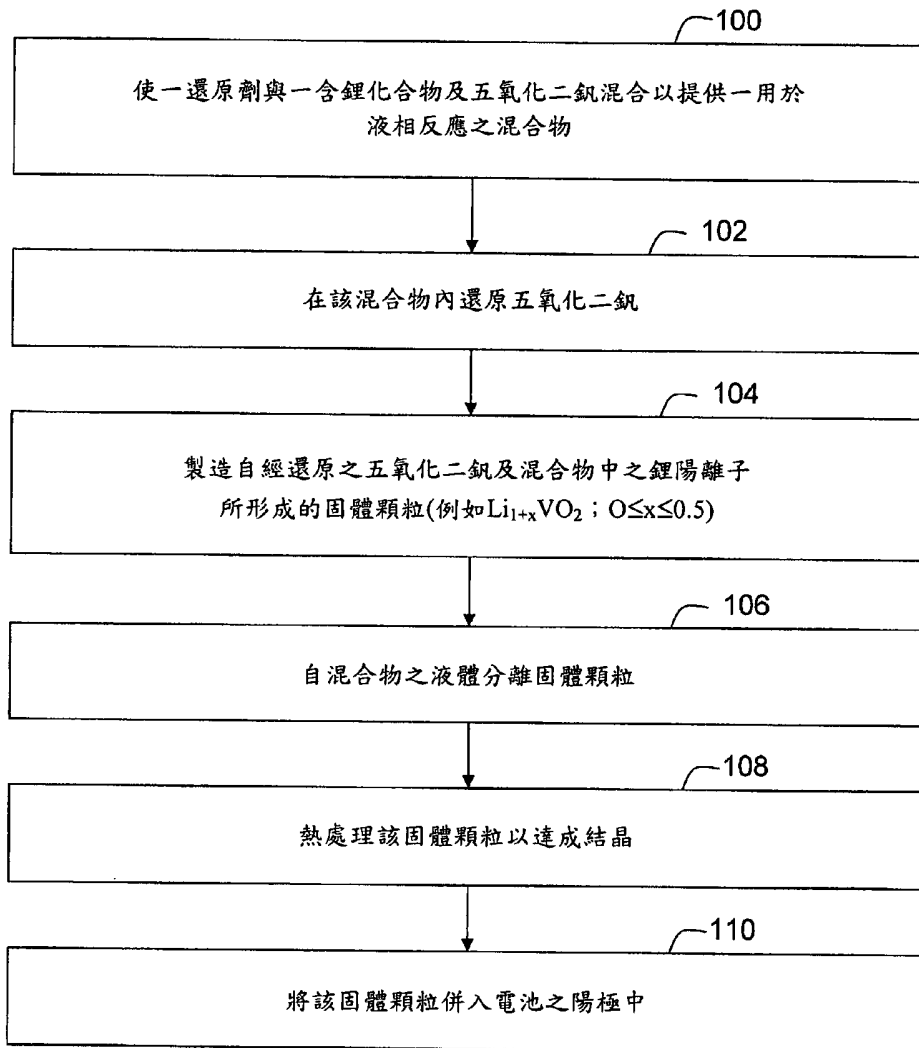
(54)名稱

製造鋰鈮氧化物粉末之方法及該粉末之用途

METHODS OF MAKING LITHIUM VANADIUM OXIDE POWDERS AND USES OF THE POWDERS

(57)摘要

本發明係關於一種製造鋰鈮氧化物粉末之方法。該鋰鈮氧化物粉末之應用包括使用作為鋰離子電池之陰極或陽極材料。液相反應及前驅物材料之鈮氧化態的還原有利於製造鋰鈮氧化物粉末。形成鋰鈮氧化物粉末之顆粒可進一步包含碳以提供導電性。





(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：TW 201107242 A1

(43)公開日：中華民國 100 (2011) 年 03 月 01 日

(21)申請案號：099115857

(22)申請日：中華民國 99 (2010) 年 05 月 18 日

(51)Int. Cl. : **C01G31/00 (2006.01)**

H01M4/131 (2010.01)

(30)優先權：2009/05/27 美國

61/181,319

(71)申請人：可諾可菲利普公司 (美國) CONOCOPHILLIPS COMPANY (US)

美國

(72)發明人：茅振華 MAO, ZHENHUA (US) ; 卡瑞爾 馬克W CAREL, MARK W. (US)

(74)代理人：陳長文

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：20 項 圖式數：2 共 23 頁

(54)名稱

製造鋰鈮氧化物粉末之方法及該粉末之用途

METHODS OF MAKING LITHIUM VANADIUM OXIDE POWDERS AND USES OF THE POWDERS

(57)摘要

本發明係關於一種製造鋰鈮氧化物粉末之方法。該鋰鈮氧化物粉末之應用包括使用作為鋰離子電池之陰極或陽極材料。液相反應及前驅物材料之鈮氧化態的還原有利於製造鋰鈮氧化物粉末。形成鋰鈮氧化物粉末之顆粒可進一步包含碳以提供導電性。

六、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明之實施例係關於鋰鈮氧化物材料。

【先前技術】

對於電池之需求取決於電池的預期應用。舉例而言，用於電驅動汽車中的電池需要足以滿足消費者需求之長生命週期、低成本、高重力密度及高體積密度。用於該等電池構造之材料決定滿足所需要求的能力。

先前的陽極材料包括含碳顆粒，諸如石墨粉末。然而，石墨粉末之密度限制使用該石墨粉末所生成的電極之容量。此外，在放電期間與有機電解質之非所欲反應會造成火災或爆炸。

其他所建議的材料可表現能夠達到比所替代的含碳材料更佳的能量及功率密度及安全性之特性。然而，用於合成此等所建議材料之各種方法依賴於諸如固態反應或氫還原方法之技術，其會造成問題。在該等方法中，用於結合前驅物及達到最終產物之所需粒度的混合及研磨步驟會造就與該等方法相關之製備成本增加及亦會造成不完全反應及不一致的粒度。此外，對於在最終產物內之元素特定氧化態的需求可能會限制在方法中基於價格選擇前驅物材料之能力。

因此，存在對於製備顆粒(諸如適用作電池陽極材料之鋰鈮氧化物粉末)之改良方法的需求。

【發明內容】

在一實施例中，一種製備鋰陽極電池粉末之方法包括製備一包含一還原劑、五氧化二釩(V_2O_5)及來自鋰鹽之鋰離子之液體混合物。該方法進一步包括藉由使該混合物經受容許經還原劑還原五氧化二釩以沉澱鋰釩氧化物顆粒之條件，來形成鋰釩氧化物。該等顆粒具有定義為 $Li_{1+x}VO_2$ 的式，其中x為0至0.5之數。

根據一實施例，一種製備鋰陽極電池粉末之方法包括製備一包含一還原劑、五氧化二釩及來自鋰鹽之鋰離子之液體混合物。此外，該方法包括在不存在氧置換性陰離子化合物下，藉由使該混合物經受容許經還原劑還原五氧化二釩以沉澱鋰釩氧化物顆粒之條件，來形成鋰釩氧化物。自該混合物之液體分離顆粒可提供鋰陽極電池粉末。

對於一實施例，一種製備鋰陽極電池粉末之方法包括製備一包含N-甲基-吡咯啉酮、五氧化二釩及來自碳酸鋰及氫氧化鋰之至少一者的鋰離子之液體混合物。此外，該方法包括藉由加熱該混合物以致N-甲基-吡咯啉酮將釩氧化態自5+還原成更低的氧化態以沉澱具有式 $Li_{1+x}VO_2$ 之鋰釩氧化物顆粒(其中x為0至0.5之數)，來形成鋰釩氧化物，及在形成期間該混合物中鋰對釩之莫耳比為1.5至1。該等顆粒係經併入電池的陽極。

【實施方式】

本發明及其另外的優勢可經由結合附圖參考以下描述而獲得最佳理解。

本發明之實施例係關於一種製造鋰釩氧化物粉末之方

法。鋰釩氧化物粉末之應用包括使用作為鋰離子電池之陰極或陽極材料。液相反應及前驅物材料之釩氧化態的還原有利於製造鋰釩氧化物粉末。形成鋰釩氧化物粉末之顆粒可進一步包含碳以提供導電性。

如文中所用，以下術語具有其在技藝中之常見意義及意欲特定包括以下定義：

容量(mAh/g)：可在一特定的電極電位窗中自每單位重量的既定電極材料儲存及釋放的電荷量。

庫倫效率(Coulombic Efficiency)(%)：自電極材料釋放的電荷量對用於使電極充電至放電之前的狀態之電荷量之比。

「殘碳形成材料」(CRFM)係任何當在惰性氛圍中於600°C的碳化溫度或甚至更高的溫度下熱分解時，形成一為實質上碳之殘餘物的材料。「實質上碳」如文中所用，係指該材料係至少95重量%碳。

「碳化」係一種將含碳化合物轉化成一種特徵為「實質上碳」之材料之過程。

用於製備鋰陽極電池粉末之方法中的前驅物包括一釩源及一鋰源。由鋰釩氧化物之顆粒界定之所得產物之合成係經由液相反應而發生。文中進一步所述之還原劑在周圍條件下可呈液態及亦對鋰源起溶劑的作用。

在某些實施例中，該前驅物包括作為釩源之五氧化二釩(V_2O_5)粉末及作為鋰源之鋰鹽(諸如碳酸鋰(Li_2CO_3)或氫氧化鋰($LiOH$))。在結合前驅物之前，可在一球磨機中將五

氧化二釩研磨成一所需粒度，諸如小於30微米，小於15微米，小於8微米或小於5微米的平均粒度。使該等前驅物之混合物經受容許在不存在氧置換性陰離子化合物下及在來自溶解於混合物中之鋰源的鋰離子存在下經還原劑還原五氧化二釩，從而沉澱鋰釩氧化物的條件。

該等方法不需要使用包含特定陰離子之不同化合物以產生併入該等特定陰離子之產物。經還原之五氧化二釩因此與鋰離子結合，而不進一步與諸如磷酸根離子之陰離子反應。該等方法因此僅依賴於釩之還原，而沒有五氧化二釩的溶解，來提供元素釩離子。

所選溶劑溶解至少某些前驅物，其在所需反應溫度下係穩定的，及不溶解所得產物。示範性溶劑包括水及極性有機化合物，諸如NMP(C_5H_9NO 、N-甲基-吡咯啉酮、N-甲基-2-吡咯啉酮、或1-甲基-2-吡咯啉酮)、碳酸伸乙酯及碳酸伸丙酯。適宜溶劑之其他實例包括醇、酸、腓、胺、醯胺、喹啉、吡咯啉酮及該等溶劑之組合。若該溶劑亦被用作還原劑，則該溶劑可與釩源之前驅物反應。對於某些實施例，溶劑還原劑因此包括液體有機化合物，諸如醇、烴、及碳水化合物。

在將前驅物及還原劑混合得到液體混合物之後，在攪拌混合物的同時將該混合物在惰性氛圍(諸如氮氣、氬氣、氫氣、一氧化碳及/或二氧化碳氣體)中加熱。在壓力低於3500千帕斯卡(kilopascal)時，將溫度控制在50°C至400°C之間，或200°C至300°C之間。加熱迫使前驅物與還原劑反

應，並形成可能具有所需化學計量組成之鋰鈮氧化物。

隨著前驅物經混合及加熱，還原劑引起五氧化二鈮自正五氧化態(V^{5+})還原成正三或更低的氧化態(V^{3+})。雖然五氧化二鈮並未溶解以與經溶解的鋰源形成一真溶液，但五氧化二鈮會失去氧原子給還原劑及在加熱期間與鋰離子結合。由於加熱及隨後的反應，鋰鈮氧化物之固體顆粒會自溶液沉澱出。在某些實施例中，所形成的鋰鈮氧化物具有定義為 $Li_{1+x}VO_2$ 的式，其中x為0至0.5或約0.2的數字。在形成鋰鈮氧化物顆粒期間，混合物中鋰對鈮之莫耳比可控制在1.5至1。

在某些實施例中，前驅物進一步包括CRFM。該CRFM對固體顆粒提供導電性，及可經引入以用於在固體顆粒形成期間或繼形成鋰鈮氧化物之後，諸如在鋰鈮氧化物沉澱後之任何時間於塗佈製程中施用時與固體顆粒合併。含碳鋰鈮氧化物係指文中所述併入該CRFM的鋰鈮氧化物之顆粒。

在無限制的情況下，CRFM之實例包括石油瀝青及化學加工瀝青、煤焦油瀝青、來自紙漿工業之木質素、及酚醛樹脂或其組合。該CRFM可包括諸如丙烯腈及聚丙烯腈、丙烯酸系化合物、乙烯基化合物、纖維素化合物及碳水化合物材料(諸如糖)之有機化合物的組合。對於某些實施例，該CRFM包括NMP之反應產物。藉由加熱該混合物，在還原劑經氧化時亦因此形成CRFM及該CRFM變得較不溶於混合物中及在加熱時不揮發，從而沉澱於固體顆粒之

上及/或之中。

溶劑的存在可防止固體顆粒生長及結塊。因此，控制混合物中固體顆粒之濃度可達到所需粒度並控制或限制固體顆粒的結塊。對於某些實施例，混合物中總固體含量可在5重量%至70重量%之間。假定理論生產率會隨著固體含量的增加而增加，則固體含量可在溶液-懸浮液的10重量%至70重量%之間，或高於20重量%。

自混合物之液體分離固體顆粒提供一鬆散乾燥的粉末。可使用任何用於固液分離之習知方法，諸如離心分離或過濾，來自混合物之液體分離鋰鈮氧化物。視前驅物品質及雜質的量而定，可藉由蒸發液體來達成分離。在某些實施例中，在除去水及副產物的過程後，可使提供溶劑之該液體再循環，以用於與新的前驅物結合。

該固液分離可防止或至少限制污染物、雜質或與鋰鈮氧化物一起存在的非所需材料之量。特定言之，非所需材料仍然保持溶於自鋰鈮氧化物的固體顆粒分離之液體中。在一固態反應中，污染物、雜質或非所需材料(包括彼等含於該等前驅物中或作為反應之副產物形成者)更可能被攜帶入最終產物中。

含碳鋰鈮氧化物在固液分離後可能不具有所需的結晶度。在惰性氛圍中之熱處理將含碳鋰鈮氧化物粉末之溫度升高至300°C以上。對於某些實施例，熱處理的溫度係高於900°C，高於1000°C或在950°C至1250°C之間。該加熱提供形成所需的結晶結構及使若存在之CRFM碳化之條件。

此外，使式 $\text{Li}_{1+x}\text{VO}_2$ 中 x 達到0至0.5之間可能出現在加熱之後，其藉由碳的存在可實現鋰鈮氧化物之還原。當 x 為0或以下或大於0.5時，不會隨著鋰鈮氧化物之加熱而形成結晶結構。

將石墨或碳黑引入該等顆粒中可提供一種用於產生充足導電性，以使該粉末在電池中起作用之方法。對於某些實施例，可將如美國專利第7,323,120號中所述之碳塗層施用至該粉末以提供導電性。本質上，此額外的塗佈製程包括在將該粉末懸浮於一CRFM的溶液中時，使用選擇性沉澱方法將該塗層施加至粉末上。隨後將具有CRFM塗層之鋰鈮氧化物加熱(例如在 500°C 至 1000°C 之間，在 600°C 至 900°C 之間，在 700°C 至 900°C 之間)，以將CRFM轉化成碳及牢固地將碳塗層結合至鋰鈮氧化物之顆粒。該塗佈導致在含碳鋰鈮氧化物之上及/或其中之碳量高於0.5 wt%及高至約10 wt%，在0.5 wt%至約5 wt%之間，或在1 wt%至3 wt%之間。甚至在無該塗層的情況下，文中所述的技術亦可使碳含量達到0.5 wt%至10 wt%之間，0.5 wt%至5 wt%之間，及1 wt%至3 wt%之間。

圖1顯示描述根據一實施例製備鋰陽極電池粉末的文中所述方法之方法流程圖。在混合步驟100中所製備之液體混合物包括一還原劑(諸如NMP)、來自一鋰鹽之鋰離子及五氧化二鈮。在鈮還原步驟102中使該混合物經受用於五氧化二鈮還原之條件，可使該還原劑於該混合物內將鈮氧化態自5+還原至3+或更低。沉澱步驟104藉由使該混合物

經受容許使自經還原的五氧化二釩與鋰離子結合所形成之鋰釩氧化物顆粒沉澱的條件，來形成鋰釩氧化物。在收集步驟106中，在該混合物中自液體分離固體來單離該等顆粒。在處理步驟108中，加熱該等顆粒以達成該等顆粒之結晶。此外，電池組裝步驟110包括將該等顆粒併入電池之陽極中。

圖2闡釋一種製備鋰陽極電池粉末(其包括經併入粉末顆粒中之碳)之方法的方法流程圖。在混合步驟200中所製備的液體混合物包括一還原劑、鋰離子及五氧化二釩。在釩還原步驟202中，該混合物所經受之條件容許該還原劑在該混合物內將釩氧化態自5+還原成更低值。沉澱步驟204藉此在該混合物經受容許沉澱鋰釩氧化物顆粒之條件時形成鋰釩氧化物。

在碳結合步驟206中，有不同的方法可將碳併入該等顆粒中。在某些實施例中，碳結合步驟206可包括對於藉由其他方法所製造之鋰釩氧化物粉末之碳塗佈施用，諸如在利用 V_2O_3 作為釩前驅物製造粉末時。此外，電池組裝步驟208包括將該等顆粒併入電池之陽極中。碳結合步驟206的時機取決於用於將該碳併入該等顆粒中之方法及藉此可於電池組裝步驟208之前的任何時間進行。

舉例而言，若在混合步驟200中將CRFM添加至該混合物中，則碳結合步驟206可與沉澱步驟204一起發生。此外，可在沉澱步驟204之後藉由添加瀝青溶液至(例如)該混合物中而將CRFM添加至該混合物，以致藉由使該混合物經受

允許瀝青沉澱之條件，該瀝青在形成之後塗佈該等顆粒。在某些實施例中，該CRFM之沉澱係經由在自該混合物分離該等顆粒之後，但在加熱該等顆粒以使該等顆粒結晶及/或該CRFM碳化之前，利用經該等顆粒製備之懸浮液而發生。對於某些實施例，該等顆粒在藉由文中所述用於沉澱該CRFM之技術塗佈之前已經熱處理而結晶。

此外，如文中所述，CRFM可在碳結合步驟206中藉由與五價釩的NMP氧化還原反應而提供。NMP之氧化產生水及在沉澱步驟204之後保留於溶液中之產碳材料，及若藉由蒸發將鋰釩氧化物顆粒自混合物中之液體分離時，其不會蒸發。由於分離係藉由蒸發完成，因此此等產碳材料塗佈該鋰釩氧化物，而使鋰釩氧化物顆粒維持一殘餘層的產碳化合物。在某些實施例中，藉由在蒸發之前過濾來調節自該混合物分離之液體量可有助於控制在該等顆粒上的塗佈量。

實例

實例1：

用31.3克的 V_2O_5 粉末(99.2%，Alfa Chemical)、18.1克的水合氫氧化鋰($LiOH \cdot H_2O$ ，98%)及90克的N-甲基-吡咯啉酮(NMP)製備一混合物。將該混合物在一塑膠瓶中搖動約10分鐘。隨後，將該混合物轉移至一不鏽鋼壓力容器中，並在連續攪拌該混合物的同時將其在 $250^\circ C$ 下加熱3小時。之後，連續用氮氣沖洗該容器直至混合物中之液體完全蒸發。將熱移除並將該容器冷卻至室溫。所得乾燥粉末重

34.6克。

將該粉末轉移至一熔爐中，及隨後將其在1150°C下於氮氣氛圍中加熱3小時。隨後將熔爐冷卻至室溫。自該熔爐回收該粉末。該粉末之總重量為30.6克。如文中進一步所述，繼而評估該粉末作為鋰離子電池中之活性陽極材料之電化學特性。

實例2：

為評估碳塗層之電位，將14.7克於實例1中製造的粉末塗佈約5%的瀝青。特定言之，首先將該粉末分散於100 ml的二甲苯中，以形成一經加熱至140°C之分散液。同時將8克的石油瀝青溶於等量的二甲苯中，以形成一經加熱至90°C之瀝青溶液。將該瀝青溶液傾入分散液中並在140°C下連續加熱10分鐘。移除加熱。將溶液冷卻至室溫。將所得固體顆粒藉由過濾分離。一旦分離，則該等顆粒提供重15.52克的粉末，產生5.3%的瀝青塗佈量。

將粉末轉移至熔爐中並依照以下順序在氮氣中加熱：以1°C/分鐘加熱至250°C，維持4小時；以1°C/分鐘加熱至300°C，維持8小時；以5°C/分鐘加熱至1100°C，維持1小時；及隨後以5°C/分鐘冷卻至室溫。所得粉末重15.2克。隨後分析該粉末的碳含量。藉由在60°C下將2克粉末溶於50 ml的15 wt%酸性水溶液(7 wt% HCl，5 wt% HNO₃，及3% H₂SO₄)中來製備一混合物。藉由過濾分離酸不溶性殘餘固體，用去離子水徹底沖洗，並在100°C下於真空中乾燥超過2小時。由於此固體主要包含元素碳，因此可藉由

在空氣中於850°C下燃燒而獲得該固體之灰份含量。藉此測得實例2中所製造之粉末包含5.0%的碳。

電化學評估-將實例1及2中所製造之粉末作為鋰離子電池之陽極材料來評估。將該粉末加工成電極及隨後將其於鈕扣電池中進行測試。

電極製備-將粉末(於實例1或實例2中製造)與石墨粉末、乙炔碳黑粉末及聚二氟亞乙烯(PVDF)溶液(以N-甲基吡咯啉酮作為溶劑)混合，以製造一漿液。將該漿液澆鑄於10微米厚銅箔片上。將所得經漿液塗佈之薄膜在熱板上乾燥。所製造之膜包含2%碳黑、46.5%石墨、5% PVDF、及46.5%的各種鋰鈮氧化物粉末。將該膜裁切成5 cm的長條並經由一液壓滾壓機壓製。將該膜之厚度或質量負荷控制為約6 mg/cm²。

電化學測試-自如所述而製備之膜衝壓出直徑為1.41 cm的圓板，並將其具有鋰金屬作為負極的標準鈕扣電池(大小CR2025)中用作正極。用於鈕扣電池中的分離物係一玻璃氈(Watman®玻璃微纖維過濾器，GF/B)，及電解質為在溶劑(40%碳酸仲乙酯、30%碳酸甲酯、及30%碳酸二乙酯)之混合物中的1 M LiPF₆。測試方案如下。在0.5 mA (~50 mA/g)的恒定電流下將該電池充電直至電池電壓達到0.0伏特，並進一步在0.0伏特下充電一小時或直至電流降至0.03 mA以下為止。隨後將電池在0.5 mA的恒定電流下放電直至該電池電壓達到2.0伏特。重複進行充電/放電循環以測定在循環期間的材料穩定性。功率容量係經由基於

在放電期間所通過電荷的計算來指示，而庫倫效率係基於放電容量對充電容量之比來計算。所有測試皆係使用一電化學試驗台(Arbin Model BT-2043)來進行。所有試驗皆係在室溫($\sim 22^{\circ}\text{C}$)下進行。

相對於在充電期間造成電壓增加之陰極材料，具有實例1粉末之電池的電池電壓隨著充電而降低。該等充電/放電循環藉此證實該粉末作為陽極材料之適宜性。此外，鋰鈮氧化物之粉末因此提供與該等陰極材料為鋰鈮磷酸鹽不同的電化學特性。

用實例1之粉末所製造的電極之比容量在第一循環中為約250 mAh/g，但到第十循環時增加至約300 mAh/g。比容量係基於鋰鈮氧化物與石墨粉末二者之總重量來計算。假定石墨粉末之比容量為305 mAh/g，則可基於佔總重量46%的石墨粉末來測定源自實例1的鋰鈮氧化物之比容量的部份。因此，經計算實例1的鋰鈮氧化物之比容量在第一循環中為204 mAh/g及在第十循環中為296 mAh/g。儘管實例1之粉末的比容量與若單獨利用石墨粉末時大約相同，但相較於不含鋰鈮氧化物之石墨電極之約1.4 g/cc，用實例1之粉末所製造的電極之密度經測量為2.2 g/cc。因此，用實例1之粉末所製造的電極之體積比容量比石墨電極高57%。

用實例2之粉末所製造的電極之總比容量在十個循環之後為340 mAh/g。實例2之粉末之計算得的比容量為370 mAh/g。因此，具有碳塗層之實例2之粉末相對於缺乏該碳

塗層之實例1之粉末提供更佳的比容量性能。

就以上所述而言，如文中所述而合成之鋰鈇氧化物粉末在用作Li-離子電池之陽極材料時可得到理想的電化學特性。製備鋰鈇氧化物粉末的簡單性使粉末可經濟地生產。此外，使用廉價的鈇前驅物進一步有利於使粉末之製造更加經濟。

已揭示及闡釋本發明之較佳實施例。然而，本發明意欲如以下申請專利範圍中之定義一樣廣泛。熟悉此項技術者能夠研究較佳實施例及識別出非完全如文中所述之實施本發明的其他方式。本發明者意欲本發明之變體及等效物係涵蓋於以下申請專利範圍之範疇內，及闡述、摘要及圖示並不用於限制本發明之範疇。

【圖式簡單說明】

圖1係闡釋一種根據一實施例製備鋰陽極電池粉末之方法的流程圖；及

圖2係闡釋一種根據一實施例製備鋰陽極電池粉末之方法的流程圖，該方法包括將碳併入粉末顆粒中。

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： 99115857

※申請日： 99.5.18

※IPC 分類：

ColG 3/0 (2006.01)

一、發明名稱：(中文/英文)

HolM 4/31 (2010.01)

製造鋰鈮氧化物粉末之方法及該粉末之用途

METHODS OF MAKING LITHIUM VANADIUM OXIDE POWDERS
AND USES OF THE POWDERS

二、中文發明摘要：

本發明係關於一種製造鋰鈮氧化物粉末之方法。該鋰鈮氧化物粉末之應用包括使用作為鋰離子電池之陰極或陽極材料。液相反應及前驅物材料之鈮氧化態的還原有利於製造鋰鈮氧化物粉末。形成鋰鈮氧化物粉末之顆粒可進一步包含碳以提供導電性。

三、英文發明摘要：

Methods relate to making lithium vanadium oxide powders. Applications for the lithium vanadium oxide powders include use as a negative electrode or anode material for lithium ion batteries. Liquid phase reactions and reduction in vanadium oxidation state of precursor material facilitate in the making of the lithium vanadium oxide powders. Particles forming the lithium vanadium oxide powders may further contain carbon to provide electrical conductivity.

七、申請專利範圍：

1. 一種方法，其包括以下步驟：

製備一包括一還原劑、五氧化二釩(V_2O_5)及來自一鋰鹽之鋰離子之液體混合物；及

藉由使該混合物經受容許經該還原劑還原五氧化二釩，以沉澱鋰釩氧化物顆粒之條件來形成鋰釩氧化物，其中該等顆粒具有定義為 $Li_{1+x}VO_2$ 的式，其中x為0至0.5之數。

2. 如請求項1之方法，其中形成該等顆粒包括在形成該等顆粒的同時加熱該混合物，該混合物中鋰對釩之莫耳比為1.5至1。
3. 如請求項1之方法，其中該鋰鹽包括碳酸鋰(Li_2CO_3)及氫氧化鋰($LiOH$)之至少一者。
4. 如請求項1之方法，其中該還原劑為N-甲基-吡咯啉酮。
5. 如請求項1之方法，其中該鋰鹽包括碳酸鋰(Li_2CO_3)及氫氧化鋰($LiOH$)之至少一者及該還原劑為N-甲基-吡咯啉酮。
6. 如請求項1之方法，其進一步包括藉由在 $1000^{\circ}C$ 以上的溫度下加熱該等顆粒來使該等顆粒結晶。
7. 如請求項1之方法，其中x為0.2。
8. 如請求項1之方法，其中該還原劑係一有機化合物。
9. 如請求項1之方法，其中該混合物進一步包括一殘碳形成材料。
10. 如請求項1之方法，其進一步包括：

用一殘碳形成材料塗佈該等顆粒；及

在惰性環境中加熱該等經塗佈之顆粒，其中該加熱係在足以使殘碳形成材料碳化的溫度下進行。

11. 如請求項1之方法，其進一步包括：

在自該混合物蒸發液體之後使殘留在該等顆粒上之為N-甲基-吡咯啉酮之該還原劑氧化，以形成一在顆粒的1至10重量百分比之間的塗層；及

在惰性環境中於一足以使該等顆粒上之塗層碳化之溫度下加熱該塗層。

12. 一種方法，其包括以下步驟：

製備一包括一還原劑、五氧化二釩(V_2O_5)及來自一鋰鹽之鋰離子之液體混合物；

藉由在不存在氧置換性陰離子化合物下，使該混合物經受允許該還原劑還原五氧化二釩，以沉澱鋰釩氧化物顆粒之條件，來形成鋰釩氧化物；及

自該混合物之液體分離該等顆粒。

13. 如請求項12之方法，其中該等顆粒具有定義為 $Li_{1+x}VO_2$ 之式，其中x為0至0.5之數。

14. 如請求項12之方法，其中在形成期間，該混合物中鋰對釩之莫耳比為1.5至1。

15. 如請求項12之方法，其中形成該鋰釩氧化物係藉由在惰性氛圍中加熱該混合物來進行。

16. 如請求項12之方法，其中自該液體分離該等顆粒係藉由自該等顆粒蒸發液體來完成。

17. 如請求項12之方法，其中自該等液體分離該等顆粒係藉由一機械液體萃取及隨後藉由蒸發來完成。

18. 一種方法，其包括以下步驟：

製備一包括N-甲基-吡咯啉酮、五氧化二釩(V_2O_5)及來自碳酸鋰(Li_2CO_3)及氫氧化鋰($LiOH$)之至少一者之鋰離子之液體混合物；

藉由加熱該混合物，以致N-甲基-吡咯啉酮將釩氧化態自5+還原成更低的氧化態以沉澱鋰釩氧化物顆粒，而形成鋰釩氧化物，其中在該加熱期間，該混合物中鋰對釩之莫耳比為1.5至1及該等顆粒具有式 $Li_{1+x}VO_2$ ，其中x為0至0.5之數；及

將該等顆粒併入電池的陽極中。

19. 如請求項18之方法，其中該混合物進一步包括石油瀝青及化學加工瀝青、煤焦油瀝青、來自紙漿工業之木質素、及酚醛樹脂中之至少一者。

20. 如請求項18之方法，其進一步包括加熱自該混合物移除的顆粒，以使作為該等顆粒之一部份且包括石油瀝青及化學加工瀝青、煤焦油瀝青、來自紙漿工業之木質素、及酚醛樹脂之至少一者之一材料碳化。

八、圖式：

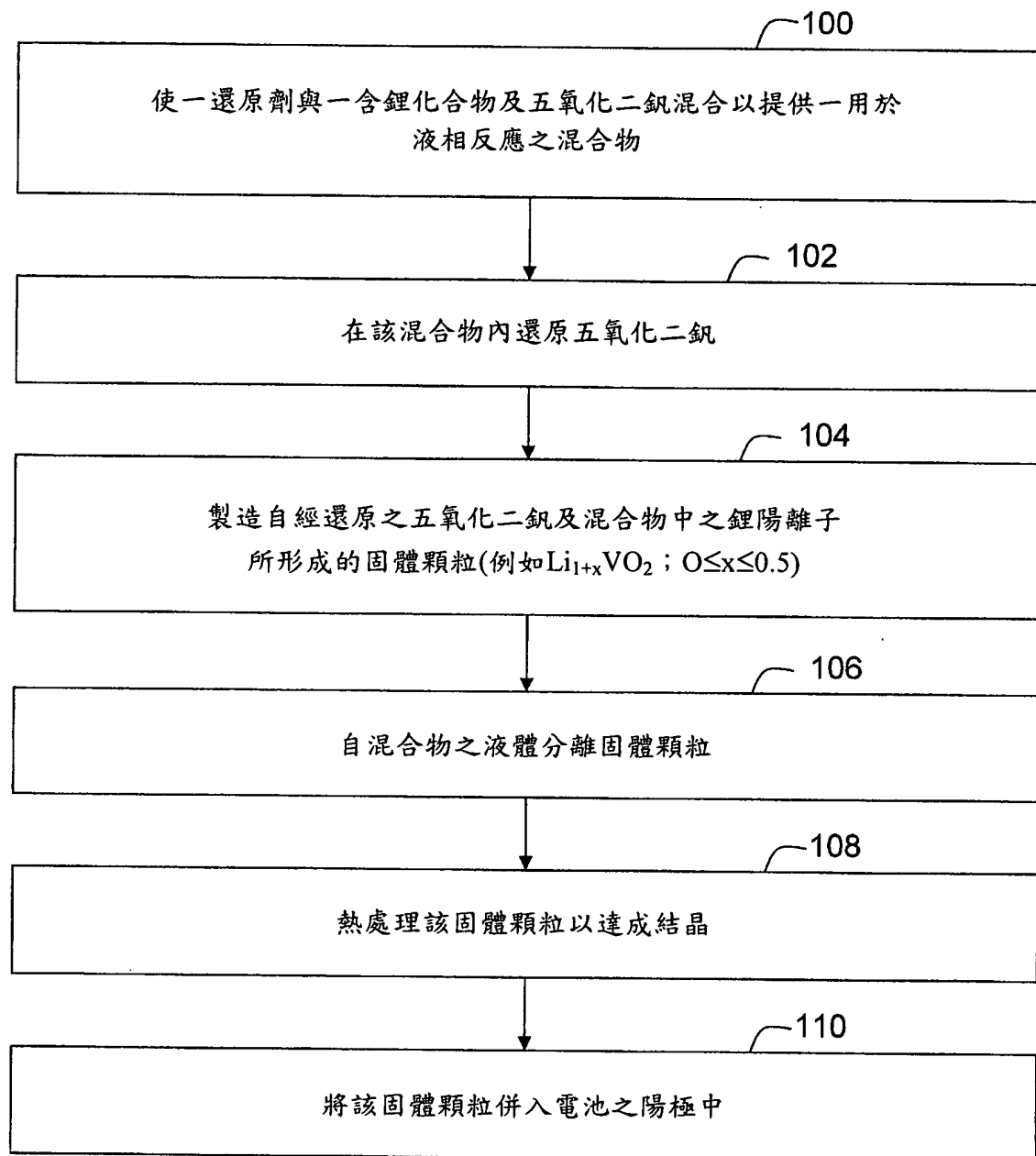


圖 1

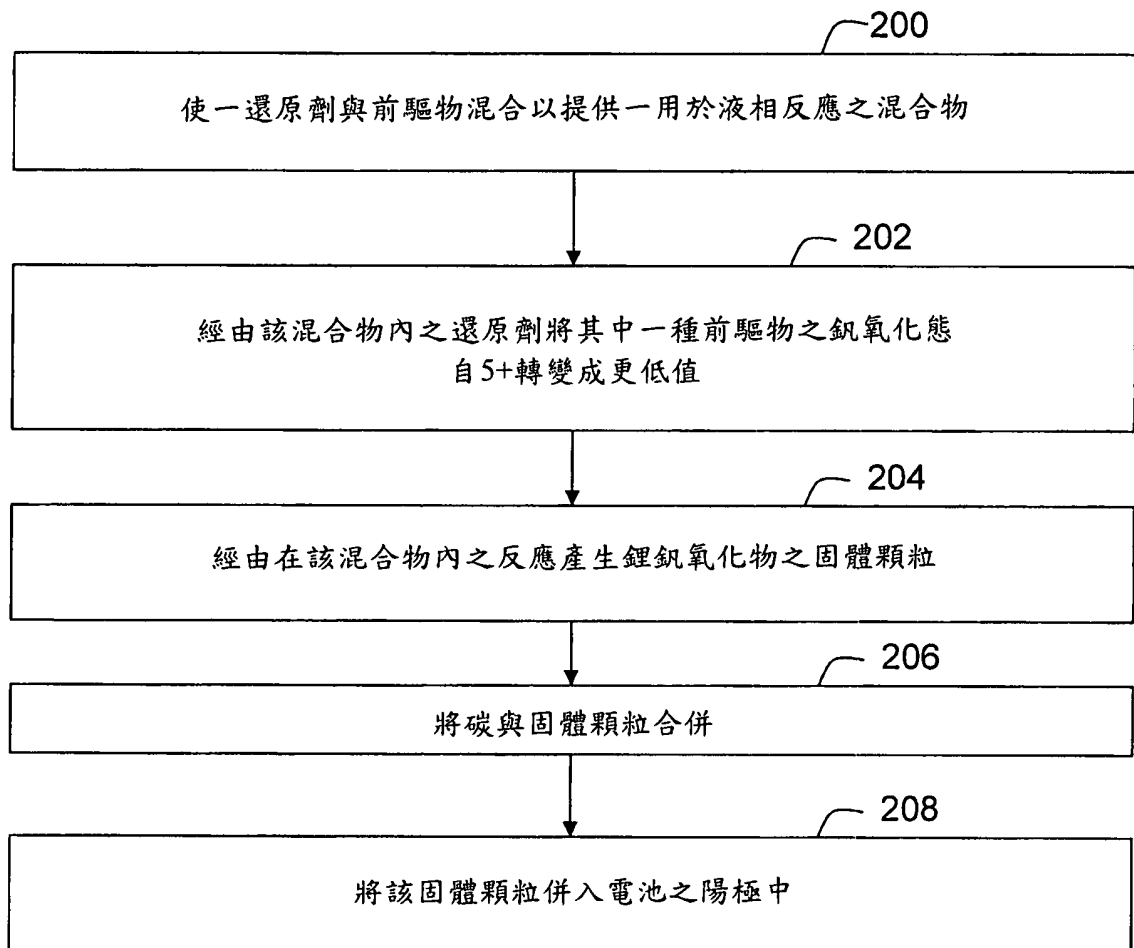


圖 2

四、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：

(無元件符號說明)

五、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

(無)