



(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 201226324 A1

(43)公開日：中華民國 101 (2012) 年 07 月 01 日

(21)申請案號：099144681

(22)申請日：中華民國 99 (2010) 年 12 月 20 日

(51)Int. Cl.：

C01G23/04 (2006.01)

C01D15/02 (2006.01)

H01M4/485 (2010.01)

H01M4/1391 (2010.01)

(71)申請人：財團法人工業技術研究院 (中華民國) INDUSTRIAL TECHNOLOGY RESEARCH INSTITUTE (TW)

新竹縣竹東鎮中興路 4 段 195 號

(72)發明人：柯冠宇 KO, KUAN YU (TW)；廖世傑 LIAO, SHIH CHIEH (TW)；鄭佳容 CHENG, CHIA JUNG (TW)；陳金銘 CHEN, JIN MING (TW)

(74)代理人：馮博生

申請實體審查：有 申請專利範圍項數：17 項 圖式數：9 共 28 頁

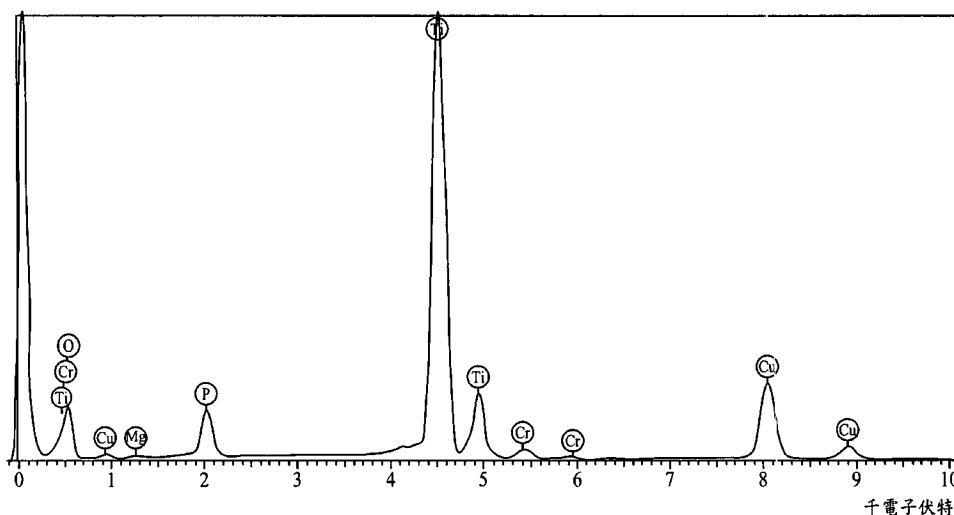
(54)名稱

摻雜磷之尖晶石結構鋰鈦氧化物材料及其製備方法

MATERIAL OF PHOSPHORUS-DOPED LITHIUM TITANIUM OXIDE WITH SPINEL STRUCTURE AND METHOD OF MANUFACTURING THE SAME

(57)摘要

一種摻雜磷之尖晶石結構鋰鈦氧化物材料被提出。摻雜磷之尖晶石結構鋰鈦氧化物材料包含複數個鋰鈦氧化物粒子，其中磷摻雜在粒子之部分表層或整個表層。表層之厚度可介於 1 至 10 奈米。磷亦可摻雜整個鋰鈦氧化物粒子。摻雜磷之尖晶石結構鋰鈦氧化物材料可為粉體，其中粉體顆粒可由複數個鋰鈦氧化物粒子所構成微米級多孔顆粒。



六、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明係關於一種鋰鈦氧化物材料及其製備方法。

【先前技術】

鋰離子電池(lithium-ion battery；LIB)為一種可充電電池。當鋰離子電池充電時，鋰離子從負極移向正極，而當鋰離子電池放電時，鋰離子則往回移動。

鋰離子電池內具有液態電解液，其包含溶劑及溶解於其中之鋰鹽類。鋰鹽類包括六氟磷鋰(LiPF_6)、過氯酸鋰(LiClO_4)與四氟硼酸鋰(LiBF_4)，而溶劑可包含乙烯碳酸(ethylene carbonate)、碳酸二甲酯(dimethyl carbonate)，以及碳酸二乙酯(diethyl carbonate)等。

傳統上，鋰離子電池的陰極(anode)多使用碳材。當鋰離子電池充電時，容易在碳材（尤其在0.4~0.9伏特）上形成固態電解液界面(solid electrolyte interface；SEI)。SEI的形成是不可逆反應。SEI會造成電池不可逆電容量(irreversible capacitance)高(約為30~55mAh/g)，容易產生自放電(self discharging)，以及在大電流充電時產生大量熱而影響安全。

以鋰鈦氧化物材料製作之陰極具良好的結構穩定性，循環壽命長，不易與電解液產生反應，同時能避免鋰沉積的現象發生。鋰鈦氧化物材料之尖晶石之三維晶體結構使鋰離子易於嵌出嵌入。由於以上之優點，因此鋰鈦氧化物材料適合作為大電流充放電的電極材料。

然而，根據研究，鋰鈦氧化物材料的導電度極差(約為 10^{-13} S/cm)，且其充放速率受限於材料內顆粒尺寸，所以需要進一步改良，以提高導電度。

【發明內容】

根據上述問題，本發明一實施例提出一種摻雜磷之鋰鈦氧化物材料。

本發明另在一實施例中提出一種摻雜磷之尖晶石結構鋰鈦氧化物材料之製備方法，其包含列步驟：混合複數個氧化物顆粒與含磷化合物與去離子水，以獲得一混合液，其中該些氧化物顆粒為鋰鈦氧化物顆粒，或該些氧化物顆粒為包含 $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ 、二氧化鈦和 Li_2TiO_3 等之混合顆粒；以攝氏60至90度間之一溫度，烘乾該混合液，以獲得一烘乾產物；以及在一第一燒結氣氛下，以溫度攝氏700至950度間之一溫度和1至10小時間之一時間，燒結該烘乾產物。

本發明又在一實施例中提出一種鋰鈦氧化物材料之製備方法，其包含列步驟：混合一鋰源、一鈦源與一含磷化合物之溶液，以獲得一漿料；將該漿料在攝氏100至300度間之一溫度下進行噴霧造粒，以製備複數個前驅物顆粒；在一燒結氣氛下，以攝氏400至700度間之一第一溫度，預燒該複數個前驅物顆粒0.5至2小時之間之一第一時間，以獲得一混合物；以及在該燒結氣氛下，以攝氏700至950度間之一第二溫度，燒結該混合物1至10小時之間之一第二時間。

在一實施例中，前述之製備方法更包含將一種或一種

[S]

以上摻雜金屬源混入該漿料中之步驟。

利用鋰鈦氧化物與含磷化合物混合後燒結所製備之鋰鈦氧化物材料所製作之電極可具有較佳之導電性、快速充放電性能及優異的循環性能。

【實施方式】

將鋰鈦氧化物與含磷化合物混合後燒結，形成具有鋰鈦氧化物與磷所組成之組合物(compound)之鋰鈦氧化物材料。鋰鈦氧化物與磷組成之組合物可為晶質或非晶質，其可提高鋰鈦氧化物材料的導電性。組合物可在部分的鋰鈦氧化物材料中形成，或者整個鋰鈦氧化物材料可為該組合物所組成。鋰鈦氧化物材料可包含複數個粒子，而磷分佈於粒子之表層，即形成表層摻雜。而在一實施例中，該組合物可形成於該些粒子之部分表層，或整個表層，其中表層之厚度可介於1至10奈米。在另一實施例中，該些粒子是由該組合物所形成，即形成完全摻雜。

前述之粒子可為奈米顆粒，其尺寸可介於10到300奈米。複數個奈米顆粒可構成一多孔微米顆粒，而鋰鈦氧化物材料可包含複數個多孔微粒子。在一實施例中，微米顆粒之尺寸可介於0.3至60微米。鋰鈦氧化物材料可具多孔結構，故具較大之反應表面。而且，以奈米顆粒所構成之鋰鈦氧化物材料所製作之電極中，鋰離子之擴散路徑可較短。

鋰鈦氧化物為顆粒狀，其並可具尖晶石結構(spinel structure)。鋰鈦氧化物顆粒是由一鋰源和一鈦源混合漿料經攝氏100至300度噴霧造粒，以及在空氣、鈍氣和還原氣

{ S }

等氣氛下，以攝氏400至700度燒結0.5至2小時而產生。鈍氣可為氫氣、氮氣或氬氣。還原氣體可為氫氣和氮氣之混合氣或氫氣和氮氣之混合氣，其中氫氣可佔該混合氣總體積1至10%。鋰源可為硝酸鋰、氫氧化鋰、醋酸鋰或草酸鋰。鈦源可為二氧化鈦，其粒徑可介於10至300奈米。鋰鈦氧化物顆粒可加以控制，而控制手段可包含控制燒結溫度、控制燒結時間，或者在混合漿料中添加可揮發之包覆鋰鈦氧化物材料。由於前述之控制手段為現有技術，因此不再於此贅述。

鋰鈦氧化物可為非缺氧鋰鈦氧化物，其可以化學式 $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ 表示。鋰鈦氧化物可為缺氧鋰鈦氧化物，其可以化學式 $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12-z}$ 表示，其中 z 大於0。鋰鈦氧化物可為無摻雜鋰鈦氧化物或為金屬摻雜鋰鈦氧化物。鋰鈦氧化物可摻雜一種或一種以上的金屬。在一實施例中，摻雜金屬分別為鎂和鉻，摻雜後之鋰鈦氧化物(substituted lithium titanium oxide)可以 $\text{Li}_{4-x}\text{Mg}_x\text{Cr}_y\text{O}_{12-z}$ 化學式表示，其中 $0 < x < 0.2$ ， $0 < y < 0.2$ ， $z < y - x$ 。摻雜兩金屬之鋰鈦氧化物可將混有鋰源、鈦源、鎂源和鉻源之混合漿料經攝氏100至300度噴霧造粒，以及在空氣、鈍氣和還原氣等氣氛下，以攝氏400至700度燒結0.5至2小時而產生而製成。

將鋰鈦氧化物顆粒進行磷摻雜處理，可使鋰鈦氧化物顆粒產生鋰鈦氧化物與磷組成之組合物。鋰鈦氧化物顆粒可混入含磷化合物之溶液內，經烘乾和燒結後使鋰鈦氧化物顆粒具有鋰鈦氧化物與磷組成之組合物。含磷化合物之

[S]

重量可為鋰鈦氧化物顆粒之重量之1%至20%。此外，將鋰源、鈦源、含磷化合物和溶劑混合，或將鋰源、鈦源、鎂源、鉻源和含磷化合物混合，形成混合漿料或混合粉體，混合粉體或經烘乾後之混合漿料燒結後形成由鋰鈦氧化物與磷組成之組合物所構成之顆粒。含磷化合物可為磷酸二氫銨 ($\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$)、偏磷酸銨 (NH_4PO_3)、磷酸氫二銨 ($(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$)和磷酸 (H_3PO_4)等。鋰鈦氧化物顆粒、含磷化合物與溶劑之混合液可於攝氏60至90度溫度下烘乾。烘乾產物可在鈍氣或還原氣為燒結氣氛下，以溫度攝氏700至950度持溫1至10小時。鈍氣可為氬氣、氮氣或氦氣，而還原氣體可為氬氣和氬氣之混合氣或氬氣和氮氣之混合氣，其中氬氣佔該混合氣總體積1至10%。完成燒結之產物包含複數個一次粒子，其中該一次粒子之粒徑可小於200奈米，而複數個一次粒子可構成多孔球狀二次粒子。

【實施例1】

將99.6克之硝酸鋰、140.3克之二氧化鈦、8.2克之醋酸鉻和3.8克之醋酸鎂溶於590克之去離子水，以獲得一混合液。混合液經16小時的球磨分散後，得到一漿料。利用噴霧造粒法，將漿料以溫度攝氏160度，瞬間乾燥製備成前驅物顆粒。接著，前驅物顆粒在 Ar/H_2 (體積比95:5)混合氣體的氣氛內，以攝氏650度預燒1小時，以得到包含 TiO_2 、 Li_2TiO_3 、 $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ 、鉻與鎂的混合物，其中鉻與鎂可是摻雜且固溶在 TiO_2 、 Li_2TiO_3 和 $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ 之中。然後，將預燒所得之混合物與磷酸二氫銨一同加入於去離子水中，混

[S]

合16小時，以獲得一混合料，其中磷酸二氫銨之添加量為預燒所得混合物重量的3%。混合料以攝氏80度烘乾，再以研鉢稍加研磨後，做第二階段燒結。第二階段燒結之溫度為攝氏750度，時間為2小時，燒結氣氛為Ar/H₂混合氣(體積比95：5)。第二階段燒結結束後，即可得表層摻雜之缺氧鋰鈦氧化物粉體。

表層摻雜之缺氧鋰鈦氧化物粉體係由多數個二次粒子所構成，如圖7所示。二次粒子之粒徑分佈約為0.3至60微米。各二次粒子係由複數個一次粒子所構成，其中該一次粒子之粒徑約為100奈米，如圖8所示。

圖1為實施例1之表層摻雜之缺氧鋰鈦氧化物顆粒之X光繞射分析圖。如圖1所顯示，該鋰鈦氧化物顆粒具有Li₄Ti₅O₁₂尖晶石結構。此顯示，經磷摻雜後，未改變原鋰鈦氧化物顆粒所具有之尖晶石結構。

圖2顯示表層摻雜之缺氧鋰鈦氧化物顆粒表層之EDS(Energy Dispersive X-ray Spectrometry)光譜圖。參照圖2所示，分析該鋰鈦氧化物顆粒表層的成分可發現，摻雜磷之缺氧鋰鈦氧化物顆粒表層中具有磷(P)成分。由於圖1的分析圖顯示磷化之鋰鈦氧化物顆粒仍具有Li₄Ti₅O₁₂尖晶石結構。因此可推測磷成功地摻雜於鋰鈦氧化物的表層，且未產生雜相，並與鋰鈦氧化物共組合成一組合物。

參照圖9所示，經量測，表層之厚度可介於1至10奈米(如圖中相對箭頭間之距離)。

將表層摻雜之缺氧鋰鈦氧化物顆粒、黏著劑(例如：聚

[S]

偏二氟乙烯(polyvinylidene fluoride))和溶劑(例如：甲基異吡咯酮(N-Methyl-2-pyrrolidone))混合，調製成漿料。然後，塗佈在鋁箔上，再裁切成圓形極片，以作為鈕扣型電池之陰極。鈕扣型電池之陽極則採用鋰金屬。鈕扣型電池之陽極與陰極以隔離膜分隔，其中填充電解質液。以固定電流進行充放電測試，在充放電速率為0.2C下，可測得終端電壓(final voltage)為1伏特與2.5伏特下的克電容量為165mAh/g，如圖3所示。若在充放電速率10C下，則可測得終端電壓(final voltage)為1伏特與2.5伏特下的克電容量為155 mAh/g，而若在充放電速率20C下，則可測得的克電容量為143mAh/g。

【比較例1】

將99.6克之硝酸鋰、140.3克之二氧化鈦、8.2克之醋酸鉻和3.8克之醋酸鎂溶於590克之去離子水，以獲得一混合液。混合液經16小時的球磨分散後，得到一漿料。接著，利用噴霧造粒法，將漿料以乾燥溫度攝氏160度，瞬間乾燥製備成前驅物顆粒。接著，前驅物顆粒在Ar/H₂(體積比95：5)混合氣體的氣氛下，經攝氏650度、1小時的預燒，以得到包含鉻與鎂之缺氧鋰鈦氧化物顆粒，其中鉻與鎂可能是摻雜且固溶在缺氧鋰鈦氧化物之中。

缺氧的鋰鈦氧化物顆粒、黏著劑(例如：聚偏二氟乙烯(polyvinylidene fluoride))和溶劑(例如：甲基異吡咯酮(N-Methyl-2-pyrrolidone))混合，調製成漿料。然後，塗佈在鋁箔上，再裁切成圓形極片，以作為鈕扣型電池之陰極

{S}

。鈕扣型電池之陽極則採用鋰金屬。鈕扣型電池之陽極與陰極以隔離膜分隔，其中填充電解質液。以固定電流進行充放電測試，在充放電速率0.2C下，可測得終端電壓(final voltage)為0.8伏特與2.5伏特下的克電容量約為164mAh/g，如圖5所示。若在充放電速率10C下，則可測得的克電容量為148mAh/g；在充放電速率20C下，則可測得的克電容量為80mAh/g。

比較實施例1與比較例1，以表層摻雜之鋰鈦氧化物顆粒所製成之陰極，在較快充放電速率下可使電池具有較大的克電容量。

再者，比較圖4與圖6所示，在以6C充放電速率的循環壽命測試，以實施例1之表層摻雜之鋰鈦氧化物顆粒所製成之陰極可減緩電池經循環充放電後，其克電容量之衰減。圖4實施例之克電容量從第一次的159.1 mAh/g衰減至第350次的152.2 mAh/g，而相較地，圖6比較例之克電容量從第一次的154.4 mAh/g僅經144次的循環充放電後，已經衰減至138.6 mAh/g。

【實施例2】

將159.3克之硝酸鋰、224.5克之二氧化鈦、13.1克之醋酸鉻、以及6.2克之醋酸鎂溶於900克去離子水。混合液經12小時的球磨分散後得到漿料。以乾燥溫度攝氏160度，瞬間乾燥製備成前驅物顆粒。前驅物顆粒在空氣中，以攝氏650度預燒1小時，以得到包含 TiO_2 、 Li_2TiO_3 、 $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ 、鉻與鎂的混合物，其中鉻與鎂可能是摻雜且固溶在 TiO_2 、

[S]

Li_2TiO_3 和 $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ 之中。將預燒所得之混合物與磷酸二氫銨一同加入去離子水，並充分混合12小時，獲得一混合料，其中磷酸二氫銨之添加量為預燒所得混合物重量的3%。混合料以攝氏80度將烘乾，再以研鉢稍加研磨後做第二階段燒結，其中第二階段燒結溫度為攝氏800度、時間2小時，燒結氣氛為空氣。第二階段燒結結束後，可得表層摻雜之之鋰鈦氧顆粒。以同實施例1之測試方法測試，其實驗結果如表1所示。

表 1

	實施例 1	實施例 2	實施例 3	實施例 4	實施例 5	比較例 1
充電速率 0.2C	165mAh/g	151mAh/g	164mAh/g	145mAh/g	166mAh/g	164mAh/g
充電速率 10C	155mAh/g	138mAh/g	145mAh/g	122mAh/g	142mAh/g	148mAh/g
充電速率 20C	142mAh/g	122mAh/g	132mAh/g	102mAh/g	112mAh/g	80mA/g

【實施例 3】

將59.7克之硝酸鋰、84.3克之二氧化鈦、4.9克之醋酸鉻、2.3克之醋酸鎂和3.03克磷酸二氫銨溶於333克去離子水。然後將混合液球磨15小時，以得到漿料。該漿料以噴霧造粒法瞬間乾燥製備前驅物顆粒，其中乾燥溫度為攝氏160度。之後，前驅物顆粒在保護氣氛為 Ar/H_2 (體積比95:5)內，以攝氏650度、1小時的預燒，以得到包含 TiO_2 、 Li_2TiO_3 、 $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ 、鉻與鎂的混合物，其中鉻與鎂可能是摻雜且固溶在 TiO_2 、 Li_2TiO_3 和 $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ 之中。混合物在保護氣氛

為Ar/H₂(體積比95:5)內，再經第二階段燒結，其中第二階段之燒結溫度為攝氏750度，時間為2小時。第二階段燒結結束後，即可得完全摻雜之缺氧鋰鈦氧顆粒。以同實施例1之測試方法測試，其實驗結果如表1所示。

【實施例4】

將291.6克之硝酸鋰及414.1克之二氧化鈦溶於1866.7克去離子水。混合液經16小時的球磨分散後，得到漿料。漿料以噴霧造粒法瞬間乾燥，以製備前驅物顆粒，其中乾燥溫度為攝氏170度。前驅物顆粒在空氣中，以攝氏650度預燒1小時，以得到TiO₂、Li₂TiO₃及Li₄Ti₅O₁₂的混合物。混合物與磷酸一同加入去離子水混合16小時，其中磷酸之添加量為預燒所得混合物重量的5%。混合料以攝氏80度烘乾，再以研鉢稍加研磨後，在空氣氛圍內做第二階段燒結，其中第二階段燒結溫度攝氏750度，燒結時間為2小時。第二階段燒結結束後，即可得表層摻雜之鋰鈦氧顆粒。以同實施例1之測試方法測試，其實驗結果如表1所示。

【實施例5】

將120.9克之硝酸鋰、169.3克之二氧化鈦、9.9克之醋酸鉻和2.3克之醋酸鎂混入333克之去離子水。然後將混合液球磨16小時，以得到漿料。漿料以噴霧造粒法瞬間乾燥，以製備前驅物顆粒，其中乾燥溫度為攝氏165度。之後，前驅物顆粒在空氣中以攝氏650度、時間1小時預燒。預燒後得到包含TiO₂、Li₂TiO₃、Li₄Ti₅O₁₂、鉻與鎂的混合物，其中鉻與鎂可摻雜且固溶在TiO₂、Li₂TiO₃和Li₄Ti₅O₁₂之中

[S]

。將預燒所得之混合物與磷酸加入去離子水，並混合16小時，其中磷酸之添加量為預燒所得混合物重量的5%。混合料以攝氏80度烘乾，接著再以研鉢稍加研磨後，在空氣中從事第二階段燒結，其中第二階段燒結溫度攝氏750度、時間2小時。第二階段燒結結束後，即可得表層摻雜鋰鈦氧顆粒。以同實施例1之測試方法測試，其實驗結果如表1所示。

本揭露之技術內容及技術特點已揭示如上，然而熟悉本項技術之人士仍可能基於本揭露之教示及揭示而作種種不背離本揭露精神之替換及修飾。因此，本揭露之保護範圍應不限於實施範例所揭示者，而應包括各種不背離本揭露之替換及修飾，並為以下之申請專利範圍所涵蓋。

【圖式簡單說明】

圖1為本發明一實施例之表層磷摻雜之缺氧鋰鈦氧化物顆粒之X光繞射分析圖；

圖2顯示本發明一實施例之表層磷摻雜之缺氧鋰鈦氧化物顆粒表層之EDS光譜圖；

圖3顯示本發明一實施例之充、放電測試圖；

圖4顯示本發明一實施例之克電容量與循環次數間之關係圖；

圖5顯示一比較例之充、放電測試圖；

圖6顯示一比較例之克電容量與循環次數間之關係圖；

圖7顯示本發明一實施例之表層摻雜之缺氧鋰鈦氧化物粉體；

{S}

圖8顯示圖7之缺氧鋰鈦氧化物粉體中之顆粒；及

圖9顯示缺氧鋰鈦氧化物顆粒摻雜磷之表層。

【主要元件符號說明】

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： 99144681

C01G 23/04 (2006.01)

※申請日期： 99.12.20

※IPC 分類：

C01D 15/02 (2006.01)
H01M 4/85 (2006.01)

一、發明名稱：(中文/英文)

4/13P1 (2006.01)

摻雜磷之尖晶石結構鋰鈦氧化物材料及其製備方法

MATERIAL OF PHOSPHORUS-DOPED LITHIUM TITANIUM OXIDE
WITH SPINEL STRUCTURE AND METHOD OF MANUFACTURING
THE SAME

二、中文發明摘要：

一種摻雜磷之尖晶石結構鋰鈦氧化物材料被提出。摻雜磷之尖晶石結構鋰鈦氧化物材料包含複數個鋰鈦氧化物粒子，其中磷摻雜在粒子之部分表層或整個表層。表層之厚度可介於1至10奈米。磷亦可摻雜整個鋰鈦氧化物粒子。摻雜磷之尖晶石結構鋰鈦氧化物材料可為粉體，其中粉體顆粒可由複數個鋰鈦氧化物粒子所構成微米級多孔顆粒。

三、英文發明摘要：

A material of phosphorus-doped lithium titanium oxide with spinel structure is proposed. The material includes a plurality of lithium titanium oxide particles, wherein a portion of or the entire of the surface layer of the lithium titanium oxide particle is doped with phosphorus. The surface layer is from 1 to 10 nanometers in thickness. Alternatively, the entire lithium titanium oxide particle can be doped with phosphorus. The material can be powder having a plurality of micro-scale particles each constituted by a plurality of the lithium titanium oxide particles.

七、申請專利範圍：

1. 一種摻雜磷之尖晶石結構鋰鈦氧化物材料。
2. 根據請求項1所述之鋰鈦氧化物材料，包含複數個一次粒子，其中磷分佈於該些一次粒子之部分表層或整個表層，其中該表層之厚度介於1至10奈米；或者磷分佈於整個該一次粒子。
3. 根據請求項1所述之鋰鈦氧化物材料，其中該鋰鈦氧化物為缺氧或非缺氧鋰鈦氧化物，及該鋰鈦氧化物為金屬摻雜或無摻雜鋰鈦氧化物。
4. 根據請求項1所述之鋰鈦氧化物材料，包含複數個微米顆粒，該微米顆粒包含複數個該一次粒子，其中該微米顆粒之尺寸為0.3至60微米，而該一次粒子之尺寸為10到300奈米。
5. 根據請求項1所述之鋰鈦氧化物材料，其中該鋰鈦氧化物包含 $\text{Li}_{4-x}\text{Mg}_x\text{Cr}_y\text{O}_{12-z}$ ， $0 < x < 0.2$ ， $0 < y < 0.2$ ， $z < y - x$ 。
6. 一種摻雜磷之尖晶石結構鋰鈦氧化物材料之製備方法，其包含下列步驟：

混合複數個氧化物顆粒與含磷化合物與去離子水，以獲得一混合液，其中該些氧化物顆粒為鋰鈦氧化物顆粒，或該些氧化物顆粒為包含 $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ 、二氧化鈦和 Li_2TiO_3 之混合顆粒；

以攝氏60至90度間之一溫度，烘乾該混合液，以獲得一烘乾產物；以及

在一第一燒結氣氛下，以溫度攝氏700至950度間之一

溫度和時間1至10小時間之一時間，燒結該烘乾產物。

7. 根據請求項6所述之製備方法，其中該含磷化合物為磷酸二氫銨、偏磷酸銨、磷酸氫二銨或磷酸。
8. 根據請求項6所述之製備方法，其中該第一燒結氣氛為空氣、氫氣、氮氣、氬氣、氫氣和氬氣之混合氣或氫氣和氮氣之混合氣。
9. 根據請求項6所述之製備方法，其更包含下列步驟：

混合一鋰源、一鈦源及去離子水，以獲得一漿料；

將該漿料在攝氏100至300度間之一溫度下進行噴霧造粒，以製備複數個前驅物顆粒；以及

在一第二燒結氣氛下，以攝氏400至700度間之一溫度，燒結該複數個前驅物顆粒0.5至2小時之間之一時間，以獲得該氧化物顆粒。
10. 根據請求項9所述之製備方法，其中該鋰源為硝酸鋰、氫氧化鋰、醋酸鋰或草酸鋰，該鈦源為二氧化鈦。
11. 根據請求項9所述之製備方法，其中該第二燒結氣氛為空氣、氫氣、氮氣、氬氣、氫氣和氬氣之混合氣或氫氣和氮氣之混合氣。
12. 根據請求項9所述之製備方法，其更包含將一個或一個以上摻雜金屬來源混入該漿料中之步驟。
13. 根據請求項12所述之製備方法，其中該鋰源為硝酸鋰、氫氧化鋰、醋酸鋰或草酸鋰，該鈦源為二氧化鈦。
14. 根據請求項12所述之製備方法，其中該第二燒結氣氛為空氣、氫氣、氮氣、氬氣、氫氣和氬氣之混合氣或氫氣

和氮氣之混合氣。

15. 根據請求項6所述之製備方法，其中該含磷化合物之重量為該複數個鋰鈦氧化物顆粒之重量之1%至20%。

16. 一種鋰鈦氧化物材料之製備方法，其包含下列步驟：

混合一鋰源、一鈦源、一含磷化合物與去離子水，以獲得一漿料；

將該漿料在攝氏 100 至 300 度間之一溫度下進行噴霧造粒，以製備複數個前驅物顆粒；

在一燒結氣氛下，以攝氏 400 至 700 度間之一第一溫度，預燒該複數個前驅物顆粒 0.5 至 2 小時之間之一第一時間，以獲得一混合物；以及

在該燒結氣氛下，以攝氏 700 至 950 度間之一第二溫度，燒結該混合物 1 至 10 小時之間之一第二時間。

17. 根據請求項16所述之製備方法，其更包含將一個或一個以上摻雜金屬來源混入該漿料中之步驟。

八、圖式：

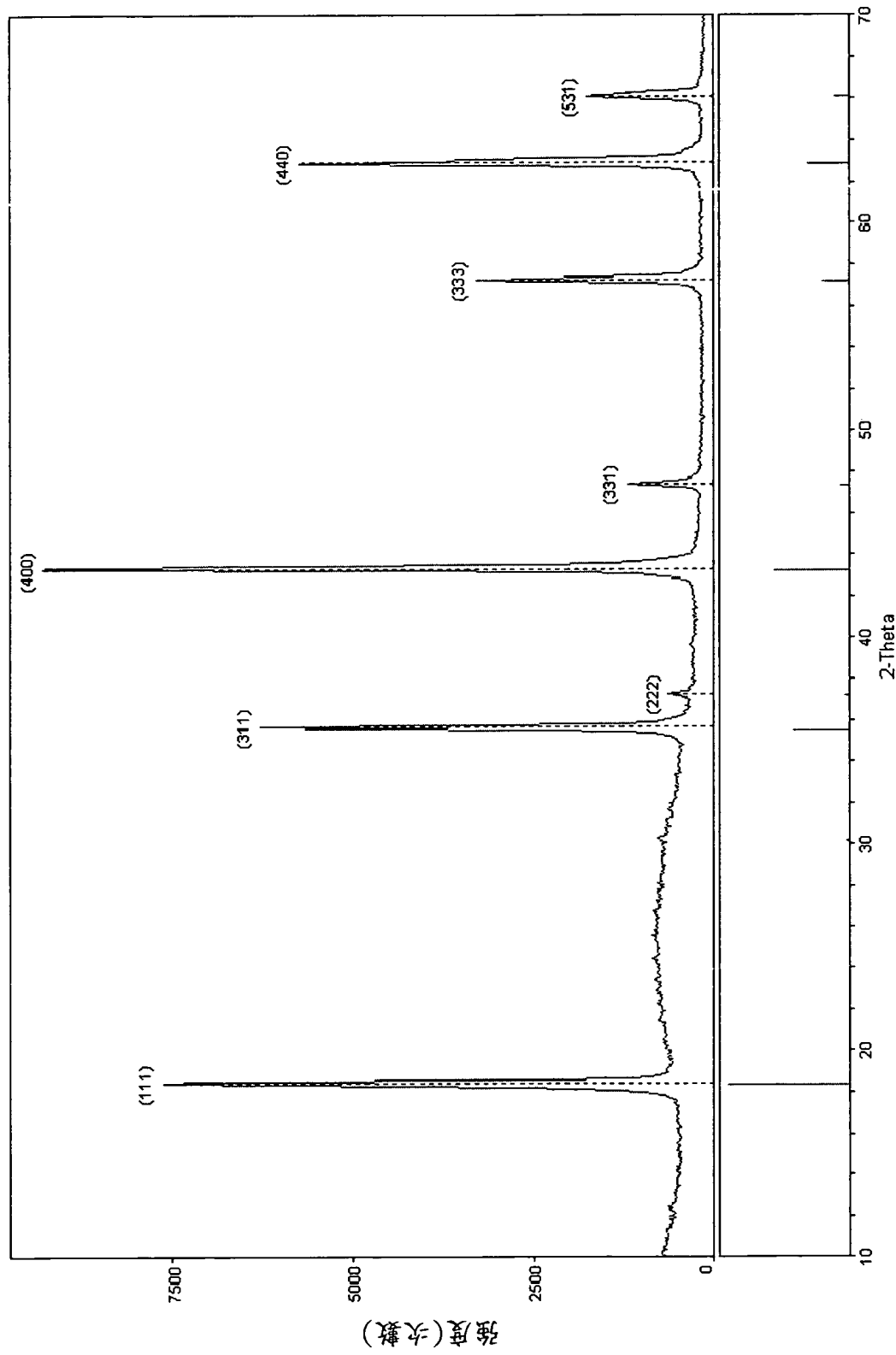


圖 1

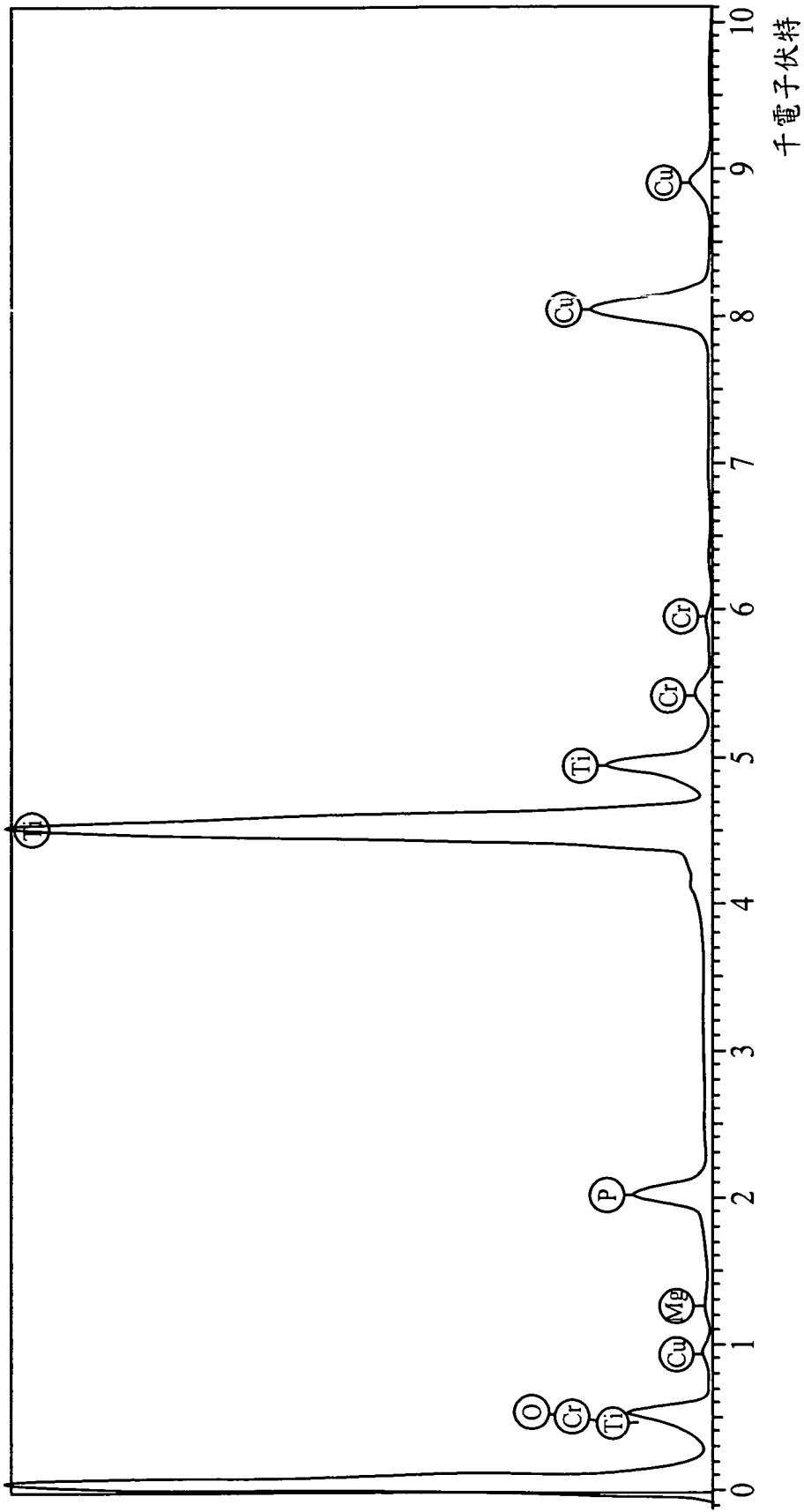


圖 2

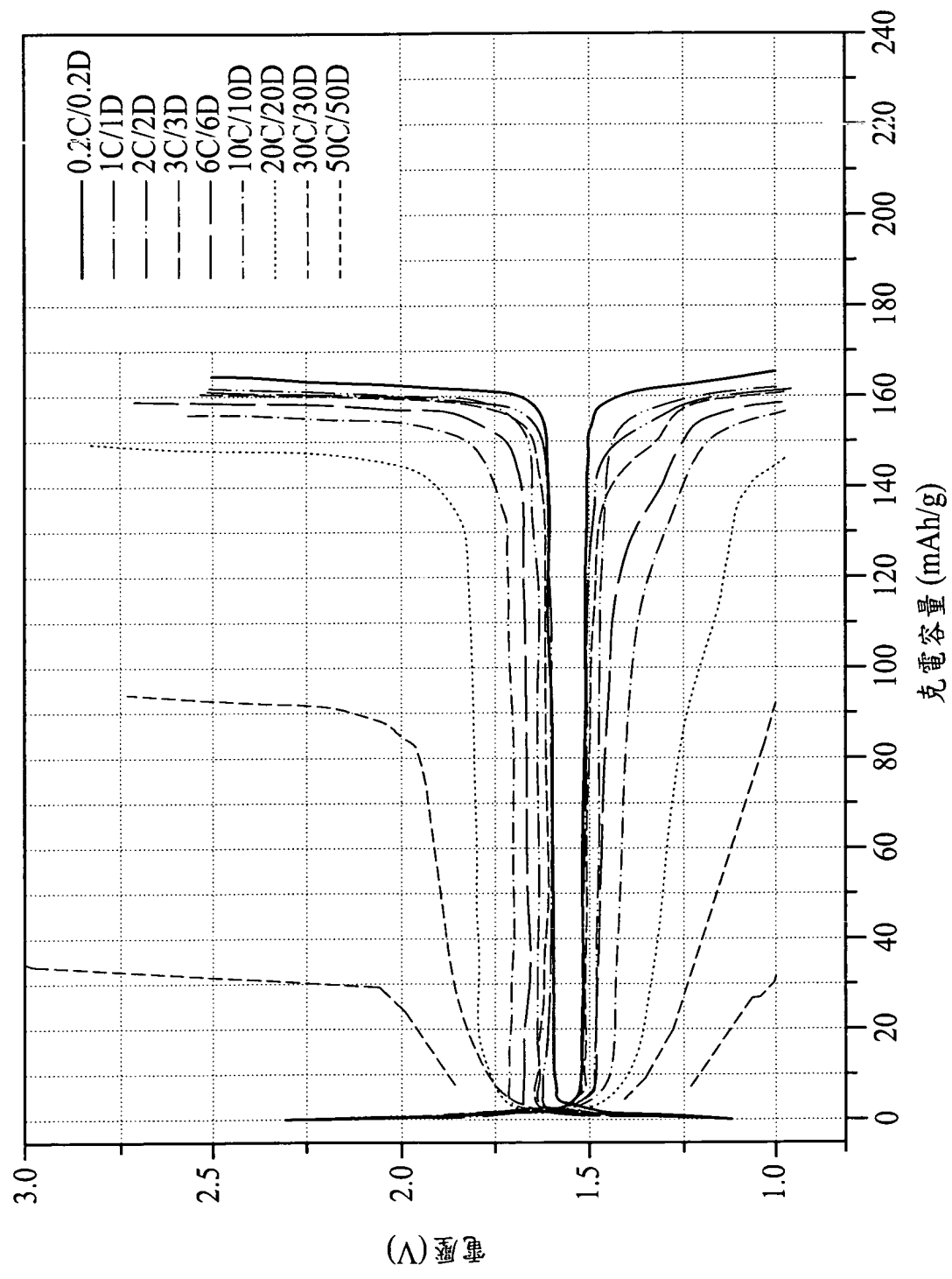


圖 3

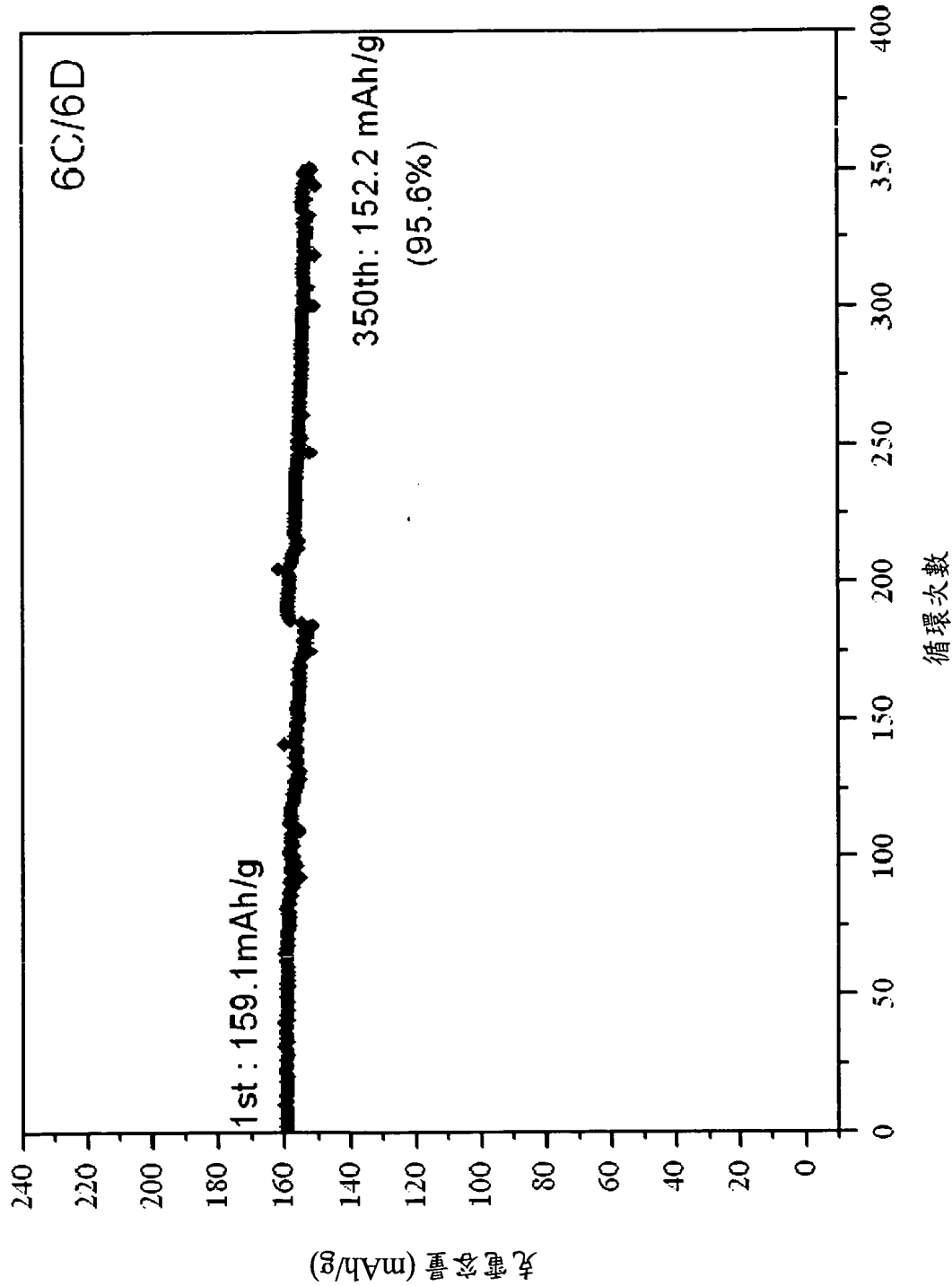


圖 4

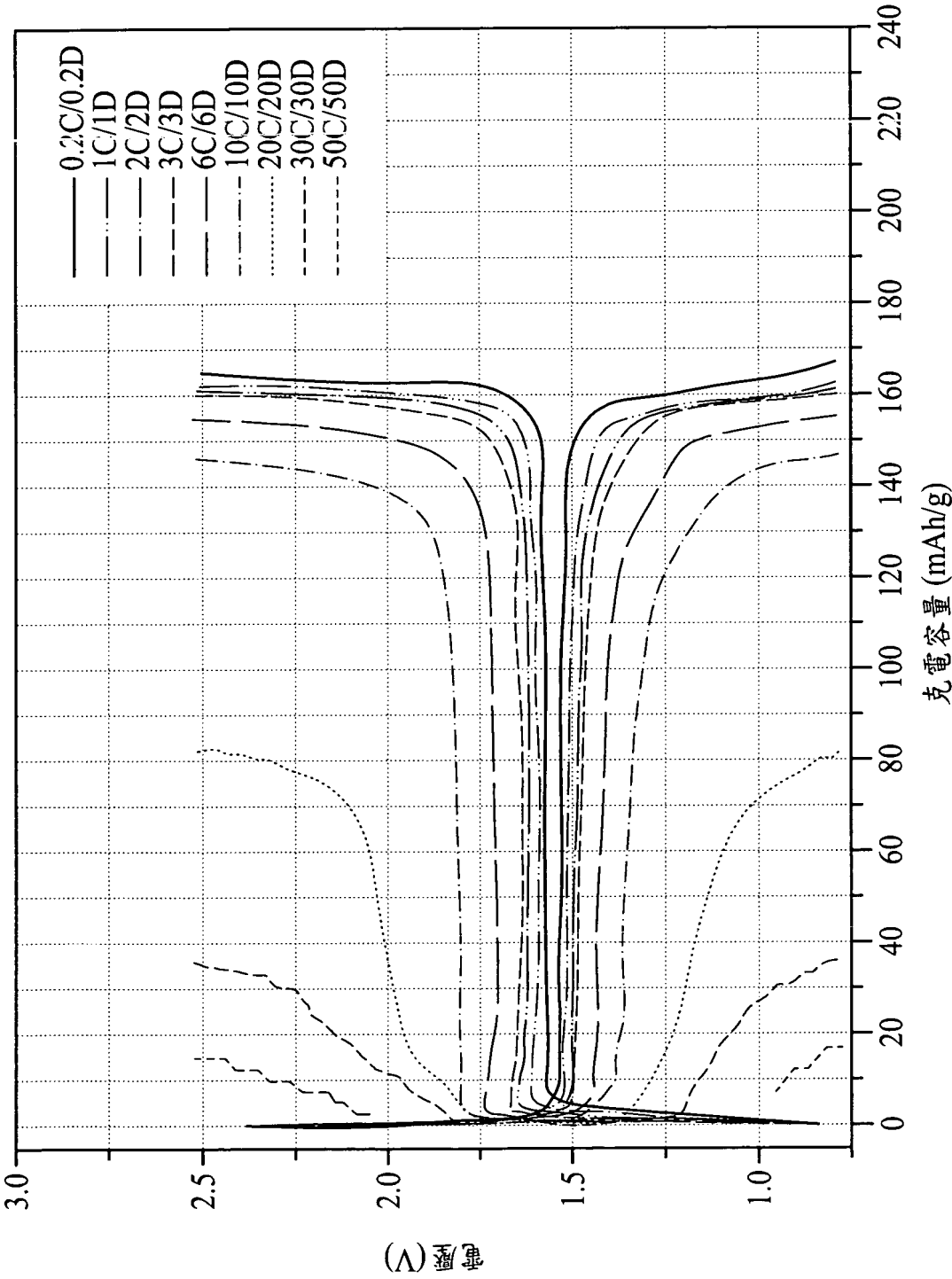


圖 5

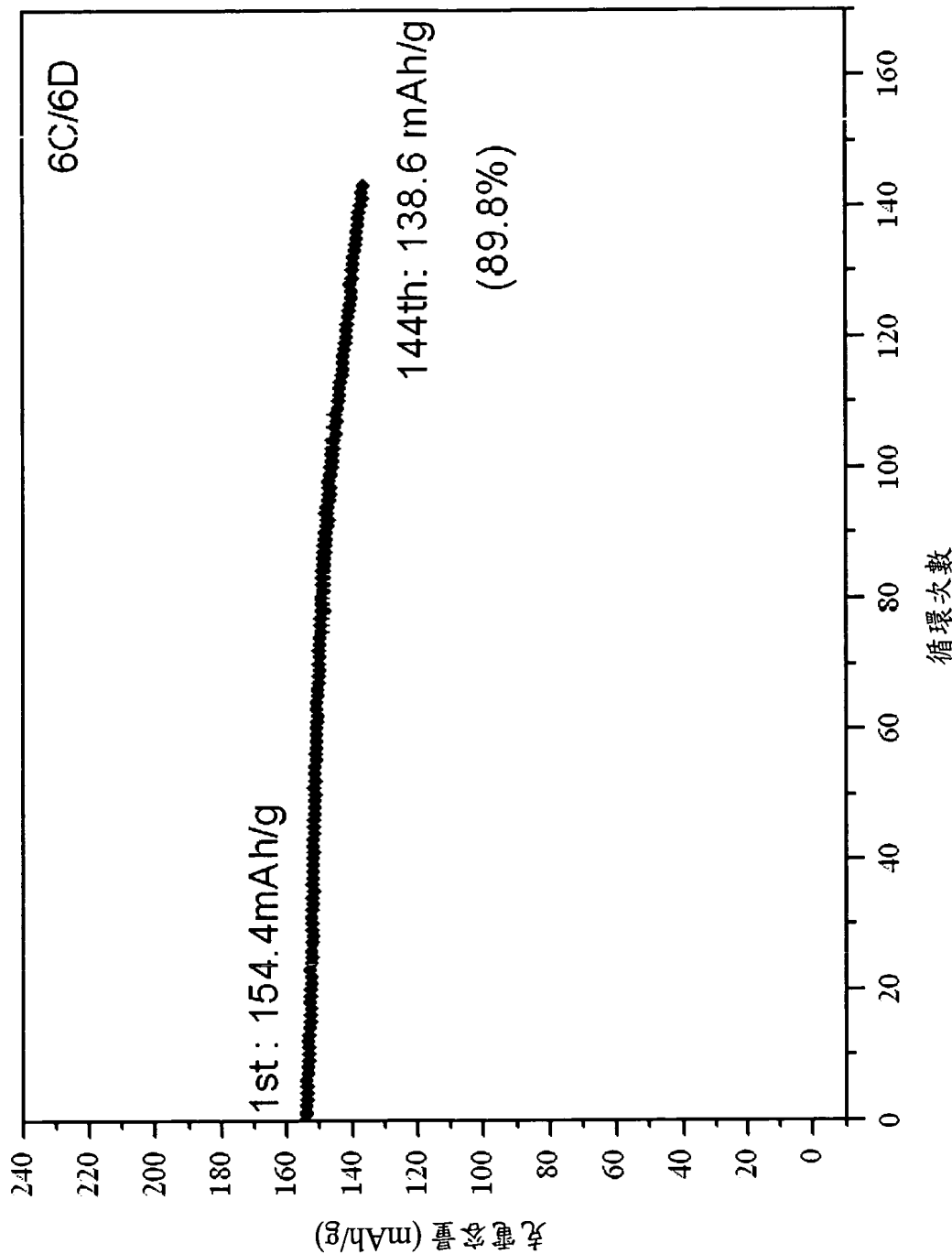


圖 6

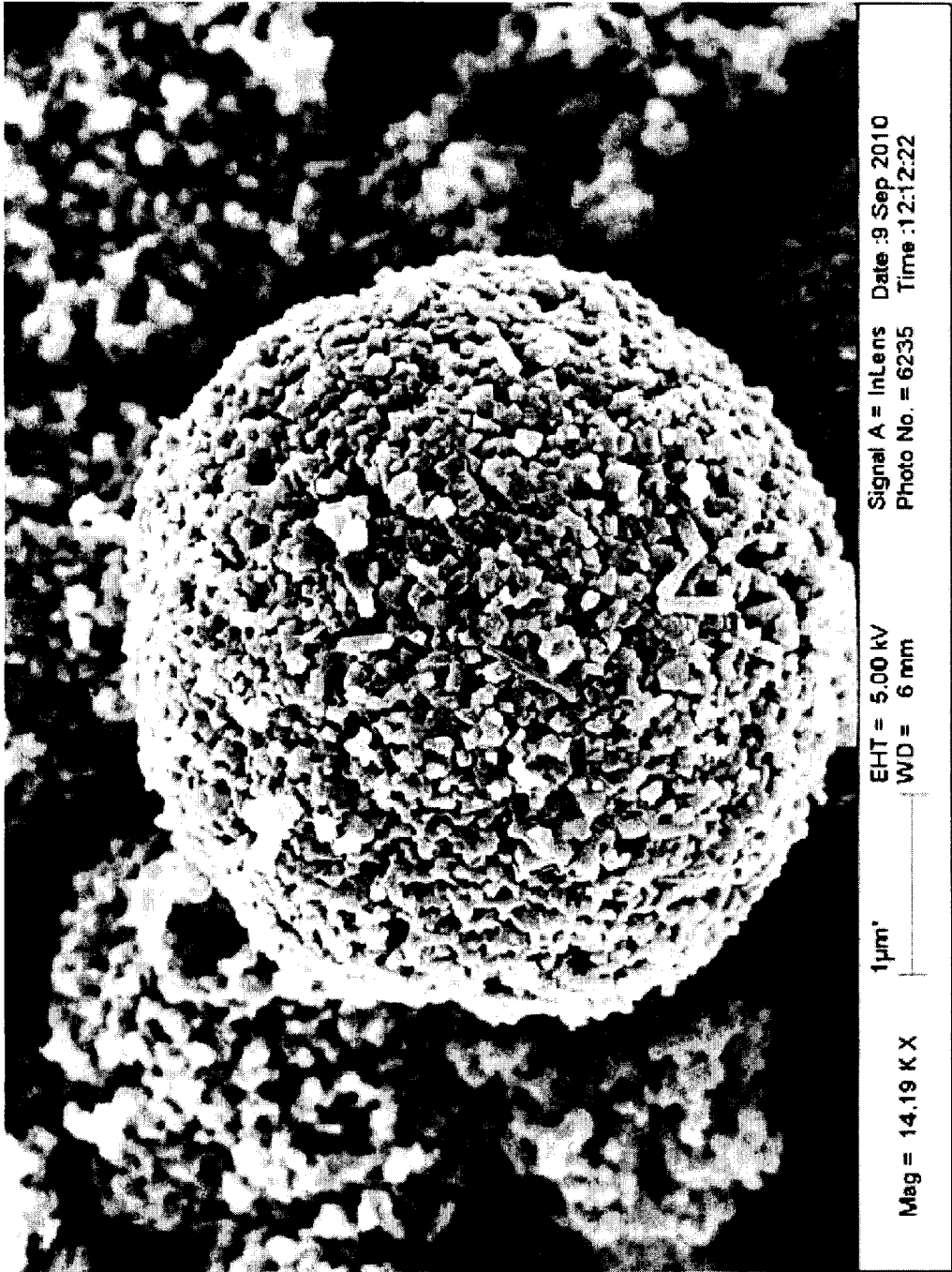


圖 7



Mag = 30.00 K X	100nm	EHT = 5.00 kV WD = 6 mm	Signal A = InLens Photo No. = 6234	Date : 9 Sep 2010 Time : 12:12:03
-----------------	-------	----------------------------	---------------------------------------	--------------------------------------

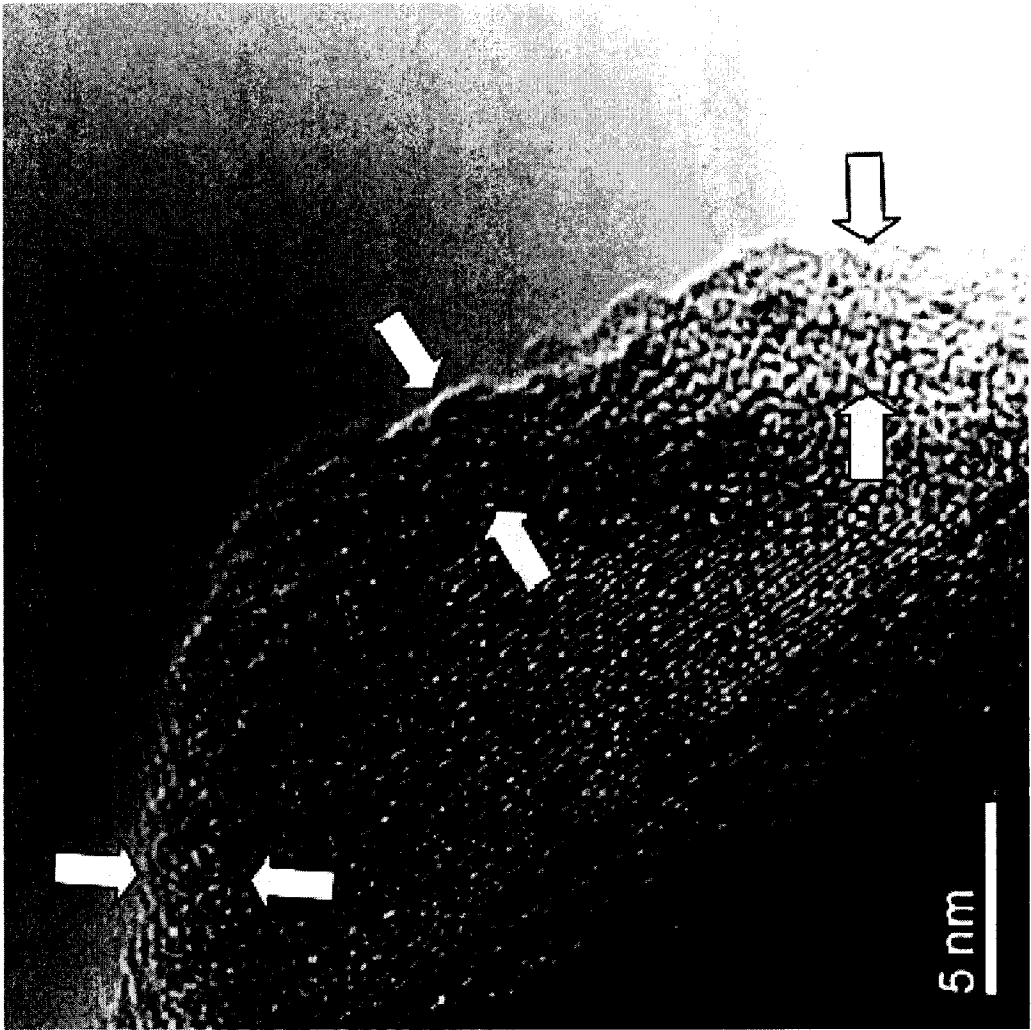


圖 9

四、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第(2)圖。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

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)