

文章编号: 1000-324X(2006)04-0873-07

# 尖晶石型 $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ 电极材料的合成与电化学性能研究

阮艳莉, 唐致远, 彭庆文

(天津大学化工学院应用化学系, 天津 300072)

**摘要:** 分别采用三种方法合成了尖晶石型  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  电极材料. 考察了不同的工艺条件对目标材料性能的影响. 应用 XRD、SEM、LSD、CV、AC impedance 以及恒流充放电测试等手段对目标材料进行了结构表征和性能测试. 结果表明, 利用溶剂分散湿磨可以在较短的时间内得到纯相的  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ . 葡萄糖的加入能够提高  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  导电性, 使材料具有良好的嵌锂性能. 在 0.2C 倍率下进行充放电测试, 其可逆比容量超过  $160\text{mAh}\cdot\text{g}^{-1}$ , 44 次循环后, 容量没有明显衰减.  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}/\text{LiFePO}_4$  实验电池测试表明  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  是可选的锂离子负极材料.

**关键词:** 尖晶石型;  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ ; 电化学性能

**中图分类号:** TM912 **文献标识码:** A

## 1 引言

目前商业化的锂离子电池大多采用石墨等碳材料作为负极活性物质. 相对于金属锂而言, 碳材料在安全性能、循环性能等方面有了很大的改进. 但由于碳电极与金属锂的电极电位相近, 在电池过充电时, 仍可能会在碳电极表面析出金属锂而形成枝晶造成短路, 以及可能会在高温时热失控<sup>[1]</sup>. 为确保电池的安全性, 可以采用集成电路控制电池的充放电以及增加安全开关等, 但这必然会增加电池的成本和体积. 另外, 嵌锂碳材料的制备方法也较复杂, 因此在九十年代, 非碳负极材料的研究达到了高潮<sup>[2]</sup>. 其中, 具有尖晶石结构的  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  由于节能、环保以及高效等特点而成为研究的热点<sup>[3~6]</sup>.  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  相对于锂的电位为 1.55V, 理论容量  $175\text{mAh/g}$ . 在充放电时, 锂离子的嵌入和脱出对材料的结构几乎没有影响, 故有“零应变”的美称<sup>[3]</sup>.  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  在常温下的化学扩散系数为  $2\times 10^{-8}\text{cm}^2\cdot\text{s}^{-1}$ , 比碳负极材料中的扩散系数大一个数量级<sup>[6]</sup>. 这些特性使得  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  具有优良的循环性能和安全性能, 因此成为电动汽车及储能电池中理想的负极材料<sup>[7,8]</sup>.

$\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  本身属于绝缘材料, 导电性能很差. 近些年来的研究多集中于对其进行体相掺杂以提高电子导电能力, 但这种提高多以可逆循环容量的下降作为代价<sup>[9,10]</sup>. 最近, Huang 等<sup>[11]</sup> 利用  $\text{AgNO}_3$  合成了 Ag 微粒附着的  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  材料. 少量的 Ag 微粒分散在  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  颗粒之间, 有效地提高了  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  的导电性及倍率放电性能. 这为  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  的改性研究提供了一个方向. 本文以改性为目的, 探讨了合成过程中的工艺条件对  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  的结构、粒径及电化学性能的影响, 利用价廉、无毒的葡萄糖作为导电剂前驱物, 得到了具有良好

收稿日期: 2005-08-01, 收到修改稿日期: 2005-09-29

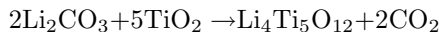
基金项目: 国家自然科学基金 (20273047)

作者简介: 阮艳莉 (1977-), 女, 博士研究生. 通讯联系人: 唐致远. E-mail: zytang@tju.edu.cn

嵌锂性能的高活性  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ , 并组装了  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}/\text{LiFePO}_4$  实验电池, 对其电化学性能进行了考察.

## 2 实验

### 2.1 $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ 材料的固相合成



实验中所用到的无水乙醇、葡萄糖以及上述反应物均为分析纯试剂.

分别按照三种方法制备  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ . 方法一: 按上述反应式分别称取  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  和  $\text{TiO}_2$  (其中锂盐过量 8%, 弥补高温下的损失), 移至玛瑙研钵内研磨 1h. 待其混合均匀后将之分散于无水乙醇中, 搅拌均匀后于  $100^\circ\text{C}$  下干燥, 干燥后研磨 1h.  $800^\circ\text{C}$  下焙烧 12h, 随炉降温后研磨得到样品记为 Sample 1. 方法二: 未经无水乙醇分散步骤直接在研钵内研磨 2h, 然后在  $800^\circ\text{C}$  下分别焙烧 12、24 和 36h 的样品记为 Sample 2a, Sample 2b 和 Sample 2c. 方法三: 在反应物中加入适量葡萄糖, 按照方法一制得的样品记为 Sample 3.

### 2.2 $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ 材料的表征

XRD 表征在荷兰 PANalytical 公司 X'Pert PRO 自动 X 射线衍射仪上进行.  $\text{Co K}\alpha$  辐射 ( $\lambda=0.178901\text{nm}$ ), 40kV, 40mA. 扫描范围  $10^\circ < 2\theta < 100^\circ$ . SEM 测试在荷兰 Philips XL-30 环境扫描电子显微镜上进行. 加速电压 20kV. 采用英国 Malvern 仪器公司的 Mastersize 2000 激光粒度测试仪进行激光粒度分布 (LSD) 测试, 超声分散 5min, 水为分散剂.

### 2.3 $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ 材料的电化学性能测试

将自制的  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ 、乙炔黑和 60% 的聚四氟乙烯乳液 (PTFE) 按照质量比为 80:15:5 混合. 用无水乙醇做分散剂, 超声波振荡 15min, 使之混合均匀. 制成面积约  $1\text{cm}^2$ , 厚度  $\leq 200\mu\text{m}$  的圆片. 将该圆片压在集流体铝箔上 (压力 0.4MPa), 在真空干燥箱中于  $120^\circ\text{C}$  真空干燥 12h. 用金属锂片以及按照同样方法制备得到的  $\text{LiFePO}_4$  电极分别作为对电极, 进口聚丙烯微孔膜 (Celgard 2300) 作为隔膜, 以  $1\text{mol/L LiPF}_6$ /碳酸乙烯酯 (EC)+碳酸二乙酯 (DEC)+碳酸二甲酯 (DMC) (体积比 1:1:1) 的混合溶液为电解液. 在充氩气的手套箱中装成 2032 型  $\text{Li}/\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  及  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}/\text{LiFePO}_4$  实验电池. 在室温下用电池程控测试仪以一定倍率进行充放电循环测试, 电压范围分别为  $0.8\sim 2.5\text{V}$  及  $1.0\sim 2.6\text{V}$ .

$\text{Li}/\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  电池的 AC impedance 及 CV 测试均在电化学工作站 (CHI 660B, 上海辰华仪器公司) 上进行. 其中 AC impedance 测试频率范围为  $0.01\text{Hz}\sim 100\text{kHz}$ , CV 测试电压扫描范围为  $0\sim 3.2\text{V}$ .

## 3 结果和讨论

### 3.1 样品的 XRD 分析

图 1 为 Sample 1 及不同焙烧时间下 Sample 2 的 XRD 图谱. Sample 1 的 XRD 图与  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  标准谱图 (No. 01-072-0426, 即  $\text{Li}_{1.33}\text{Ti}_{1.66}\text{O}_4$ ) 十分吻合, 无任何杂质峰, 表明 Sample 1 为具有立方尖晶石结构的纯相  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ . 根据 XRD 衍射数据, 利用最小二乘法可知其晶格常数  $a=0.8364\text{nm}$ , 与 Kanamura 等<sup>[12]</sup> 报道的相同. 在 Sample 2a 的 XRD 图上可以看到,  $2\theta=32.032^\circ$  以及  $52.375^\circ$  处分别存在  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  和  $\text{TiO}_2$  的杂质峰. 进行物相分析后发现 Sample

2a 主要对应于锂钛复合氧化物  $\text{Li}_{1.2}\text{Ti}_{1.8}\text{O}_4$  (即  $\text{Li}_{(1.33-0.13)}\text{Ti}_{(1.67+0.13)}\text{O}_4$ , No. 01-072-0427). 说明按照方法二在 12h 内不足以使反应完全进行. 随着焙烧时间的增加, 不难发现  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  特征峰强度逐渐增大,  $2\theta = 52.375^\circ$  处的  $\text{TiO}_2$  杂质峰逐渐减弱, 直至消失. Sample 2c 为纯相  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ , 晶格常数  $a = 0.8364\text{nm}$ . 与 Sample 1 相比, 其晶格常数稍大, 由此可推知其晶体尺寸较大, 这与长时间焙烧有关. 固相反应是复相反应, 反应物固体的表面积和其间的接触面积是影响反应速率的主要因素. 从图 1 可知, 经过溶剂分散, 可以使反应物颗粒之间充分均匀接触, 提高原料的反应性, 在较短的时间内合成具有尖晶石结构的纯净的  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ .

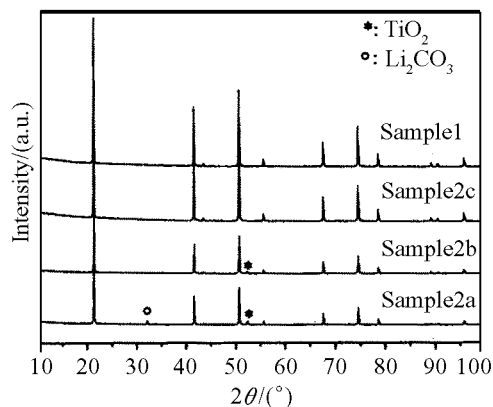


图 1 不同样品的 XRD 图谱

Fig. 1 XRD patterns of samples

图 2 考察了葡萄糖的加入对目标化合物结构的影响. 从图中可以看出, Sample 1 与 Sample 3 的吸收峰位均相同, 峰形尖锐且强度较高. 与标准谱图对照后认为两者均为尖晶石型  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ . 由于葡萄糖的加入量不大, 故在 Sample 3 晶粒表面包覆的碳量很少, 因此在 XRD 图上观测不到晶态或无定形态碳的衍射峰, 这说明碳的加入并没有影响到  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  结构, 这与 Huang 等得到的 Ag 与  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  共存的 XRD 结果不同<sup>[11]</sup>.

### 3.2 样品的形貌及粒径分析

SEM 分析表明样品一次粒子的尺寸约为  $1\sim 2\mu\text{m}$  (图略). 许多一次粒子团聚在一起成为较大的颗粒, 进行测试以及制作电极时所采用的超声分散均无法将其分开. 因此, 采用 LSD 测试二次粒子的分布具有更为重要的意义. 图 3 及表 1 为 Sample 1、Sample 2c 以及 Sample 3 的激光粒度分布测试结果. 从粒径分布曲线图中可以看出这三种样品的粒径基本呈正态分布. 其中, Sample 3 具有最小的粒径分布. 这是因为葡萄糖热分解产生的碳微粒在 Sample 3 晶粒生长过程中起到了成核剂的作用, 在一定程度上缓解了焙烧过程中晶粒的团聚现象. 有机溶剂分散湿磨使得 Sample 1 也具有较为均匀粒径分布. Sample 2c 的粒

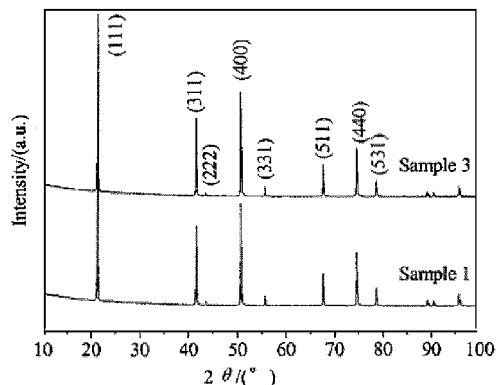


图 2 葡萄糖对产物结构的影响

Fig. 2 Influence of glucose on the sample structure

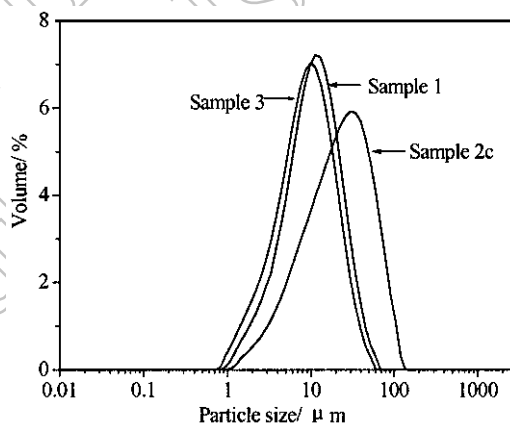


图 3 各样品的粒径分布曲线

Fig. 3 Particle size distribution of samples

径分布范围较大,从表 1 的分析结果可知,其表面积平均粒径及体积平均粒径均远大于另外两种样品.除了采用方法二无法提高原料的反应性之外,长时间的焙烧也会使得粒径偏大.这与 XRD 测试结果吻合.

表 1 各样品的激光粒度分布

Table 1 Laser particle-size distribution of the samples

Sample	Particle size of $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ , $D/\mu\text{m}$			Surface weighted mean, $D$	Volume weighted mean, $D$	Uniformity
	$D(0.1)$	$D(0.5)$	$D(0.9)$			
1	3.237	10.010	24.808	6.802	12.422	0.672
2c	5.094	21.014	58.025	11.642	26.970	0.782
3	2.950	9.620	24.320	6.397	12.043	0.693

### 3.3 样品的电化学性能测试

#### 3.3.1 $\text{Li}/\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ 电池的充放电循环测试

将上述各样品以金属锂片为对电极组装  $\text{Li}/\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  实验电池,  $0.2\text{C}$  倍率恒流充放电,考察其电化学性能,结果如图 4 所示.可以看出,各产物在  $1.55\text{V}$  左右均存在电压平台,充放电结束时有明显的电压突变.初始几次循环中容量衰减较快,五次后基本达到稳定.其中, Sample 3 的性能最为优良,其首次放电比容量为  $217.6\text{mAh/g}$ ,充放电效率为  $92\%$ ;第五次循环后,放电容量稳定在  $170.5\text{mAh/g}$ ,第五次循环的充放电效率为  $99.5\%$ .循环 44 次后, Sample 3 的可逆放电比容量仍保持在  $166.4\text{mAh/g}$ . Sample 1 较 Sample 3 性能略有下降,其首放容量为  $198.8\text{mAh/g}$ ,循环 44 次后,容量保持为第五次放电容量的  $87\%$ .在利用方法二制备的样品中,具有纯净的尖晶石结构使得 Sample 2c 的性能相对较好.但 25 次循环后,其

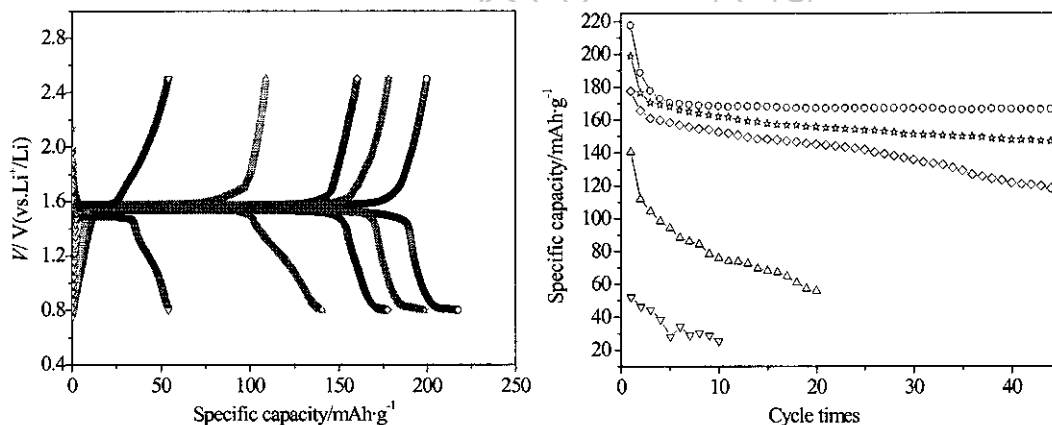


图 4 各样品的首次充放电曲线及循环性能

Fig. 4 Initial charge-discharge curves and cycling performance of samples

☆—Sample 1; ▽—Sample 2a; △—Sample 2b; ◇—Sample 2c; ○—Sample 3

容量衰减加速.这是由于 Sample 2c 粒径较大(或团聚严重),锂离子在其中无法进行有效脱嵌而导致的. Sample 2b 首次放电比容量可达  $140.5\text{mAh/g}$ ,但容量衰减较为严重.而 Sample 2a 的首放容量仅为  $54.1\text{mAh/g}$ ,电压平台较低,约为  $1.49\text{V}$ .根据 XRD 衍射数据,其结构中

含有的大量杂质以及其他结构的锂钛复合氧化物 ( $\text{Li}_{1.2}\text{Ti}_{1.8}\text{O}_4$ ) 可能是导致其电压下降、容量减小的主要原因。

### 3.3.2 $\text{Li}/\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ 电池的交流阻抗测试

利用交流阻抗定性地考察了各样品充放电过程中的阻抗特性, 如图 5 所示. 在交流阻抗复数平面图上, 高频区出现的压缩半圆代表了电荷转移过程的阻抗,  $R_{\text{ct}}$ ; 而在低频区出现的斜线代表了锂离子扩散至宿主晶格过程中所引起的 Warburg 阻抗. 可以明显看出, 在相同的实验条件下, 由于葡萄糖的加入, Sample 3 的电荷转移阻抗 ( $R_{\text{ct}} \sim 80\Omega$ ) 远小于 Sample 1 的电荷转移阻抗 ( $R_{\text{ct}} \sim 150\Omega$ ). 对  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  而言, 较差的电子传导率是限制其电极动力学的主要因素. 葡萄糖分解的碳微粒在  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  颗粒之间起到了成核剂和导电剂的作用, 最终使得  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  颗粒之间及颗粒内部的导电率得到提高, 从而克服了电荷转移过程中的动力学限制. 从图中还可以看出, 同样是纯相  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  材料, Sample 2c 的电荷传递阻抗 ( $R_{\text{ct}} \sim 200\Omega$ ) 大于 Sample 1. 这可能是由两者的粒径不同而导致的 (见图 3). 较小的活性颗粒可以减小锂离子的扩散路径而提高功率, 使得动力学速度加快, 同时也能提高材料的利用率, 使  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  活性颗粒的嵌锂深度得到提高, 最终改善材料的电化学性能. (见图 4).

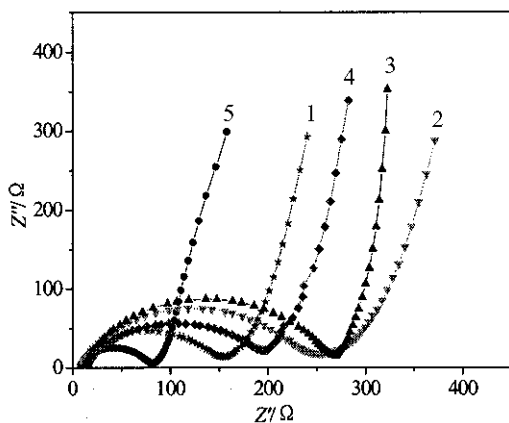


图 5 各样品的交流阻抗图比较

Fig. 5 Comparison of the impedance spectra of the samples

1—Sample 1; 2—Sample 2a; 3—Sample 2b;

4—Sample 2c; 5—Sample 3

### 3.3.3 $\text{Li}/\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ 电池的循环伏安测试

图 6 是由 Sample 3 所制得的  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  电极的循环伏安曲线, 其测量条件为室温, 扫速  $1\text{mV/s}$ , 扫描电压区间  $0 \sim 3.2\text{V}$ . 从图中可以看出, 每次循环在  $1.5\text{V}$  附近都存在一对强的氧化还原峰, 分别对应着  $\text{Li}^+$  在其中的脱出和嵌入过程. 当负扫至  $0.7\text{V}$  后, 扫描曲线变得较为复杂. 其中, 在  $0.532\text{V}$  处出现了一个小的还原峰, 这与图 4 在  $0.8\text{V}$  处出现的短小的放电平台相对应. 这可能与深度放电时电解液发生还原分解及表面膜的形成有关<sup>[13]</sup>. 从图中还可以看出, 4 次循环扫描后, 曲线的重现性很好, 阳极峰与阴极峰面积基本相等, 表明 Sample 3 具有良好的循环性能.

### 3.3.4 $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}/\text{LiFePO}_4$ 电池的充放电性能测试

$\text{LiFePO}_4$  具有优良的循环性能和良好的热稳定性, 作为锂离子电池正极材料, 近年来受

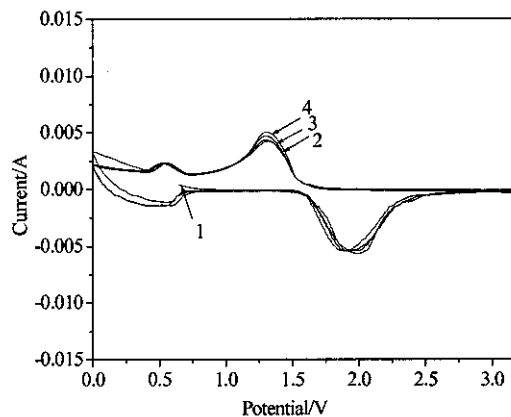


图 6 Sample 3 的循环伏安曲线

Fig. 6 Cyclic voltammogram curves of sample 3

到了广泛关注<sup>[14]</sup>. 本实验中选用自制  $\text{LiFePO}_4$  作为正极活性物质, 其典型充放电性能测试见图 7.

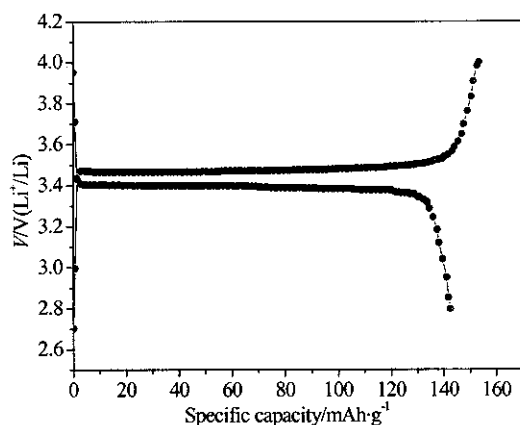


图 7  $\text{Li}/\text{LiFePO}_4$  电池的充放电曲线

Fig. 7 Charge-discharge curves of  $\text{Li}/\text{LiFePO}_4$

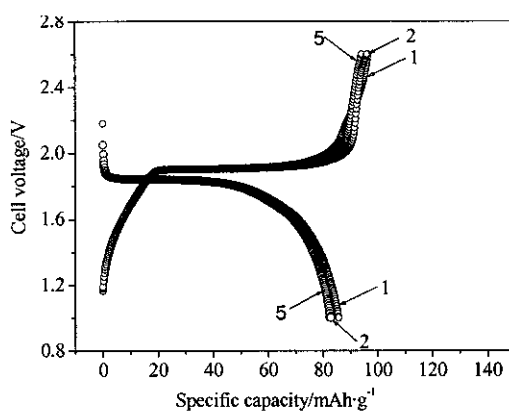


图 8  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}/\text{LiFePO}_4$  体系的充放电曲线

Fig. 8 Charge-discharge curves of

$\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}/\text{LiFePO}_4$

以 Sample 3 为负极活性物质, 上述  $\text{LiFePO}_4$  材料作为正极活性物质, 共同构成  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}/\text{LiFePO}_4$  实验电池. 图 8 为该电池体系的首次、第二次及第五次充放电容量变化曲线. 从图中可以看出, 该体系的充放电曲线存在明显的电压平台, 其中放电平台在 1.85V 处. 这取决于该体系中正负极材料的嵌锂电位.  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}/\text{LiFePO}_4$  电池体系的首次放电容量为 85.7mAh/g, 充放电效率为 88.5%, 五次循环后, 放电容量为 82.3mAh/g. 该体系具有较高的容量及稳定的循环性能, 而且充放电结束时存在电压突变, 便于电池容量的检测, 因此认为  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  是一种可选的锂离子电池负极材料.

## 4 结论

1. 采用三种方法分别合成了具有尖晶石结构的  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ . XRD 及 LSD 测试结果表明, 利用溶剂分散可以提高固相反应速率, 在较短的时间内合成具有较小的晶胞参数及较小粒径的目标化合物.

2. AC impedance、CV 及充放电测试表明葡萄糖分解的碳微粒能够显著提高  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  的电化学性能. 该样品的首次放电比容量高达 217.6mAh/g, 充放电效率为 92%; 五次循环后, 放电容量稳定在 170.5mAh/g, 第五次循环的充放电效率达 99.5%, 44 次循环之后, 容量未见明显衰减.

3.  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}/\text{LiPF}_6/\text{LiFePO}_4$  体系的首次放电容量为 85.7mAh/g, 充放电效率为 88.5%, 五次循环后, 放电容量为 82.3mAh/g. 该电池体系循环性能较好, 因此  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  可选作锂离子电池负极材料.

## 参考文献

- [1] 陈 方, 梁海潮, 李仁贵, 等 (CHEN Fang, *et al*). 无机材料学报 (Journal of Inorganic Materials), 2005, **20**(3): 537-543.

- [2] Garnier S, Bohnke C, Bohnke O, *et al.* *Solid State Ionics*, 1996, **83**: 323–332.
- [3] Ohzuku T, Ueda A, Yamamoto N. *J. Electrochem. Soc.*, 1995, **142(5)**: 1431–1435.
- [4] Scharner S, Weppner W, Schmid B P. *J. Electrochem. Soc.*, 1999, **146(3)**: 857–861.
- [5] Kavan L, Gratzel M. *Electrochem. and Solid-State Lett.*, 2002, **5(2)**: A39–A42.
- [6] Zaghib K, Simoneau M, Armand M, *et al.* *J. Power Sources*, 1999, **81–82**: 300–305.
- [7] Mastatodhi M, Staoshi U, Eriko Y, *et al.* *J. Power Sources*, 2001, **101**: 53–59.
- [8] Aurelien D P, Alexis L, Patrice S. *J. Power Sources*, 2004, **125**: 95–102.
- [9] Tsutomu O, Koji T, Naoki M, *et al.* *J. Electrochem. Soc.*, 2000, **147(10)**: 3592–3597.
- [10] Chen C H, Vaughey J T, Jansen A N, *et al.* *J. Electrochem. Soc.*, 2001, **148(1)**: 102–104.
- [11] Huang S H, Wen Z Y, Zhu X J, *et al.* *Electrochem. Commun.*, 2004, **6**: 1093–1097.
- [12] Kanamura K, Umegaki T, Naito H, *et al.* *J. Appl. Electrochem.*, 2001, **31**: 73–78.
- [13] 杨小燕, 华寿南, 张树永. 电化学, 2000, **6(3)**: 350–356.
- [14] Wang G X, Bewlav S L, Konstantinov, K, *et al.* *Electrochimica Acta*, 2004, **50(2–3)**: 441–445.

## Synthesis and Electrochemical Performance of Spinel $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ Electrode Material

RUAN Yan-Li, TANG Zhi-Yuan, PENG Qing-Wen

(Department of Applied Chemistry, School of Chemical Engineering and Technology, Tianjin University, Tianjin 300072, China)

**Abstract:** Spinel lithium titanium composite oxides ( $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ ) were synthesized by three methods. The effects of the synthesis conditions on the properties of as-synthesized cathode materials were investigated. The crystal structure and the electrochemical performance were characterized by XRD, SEM, LSD, CV, AC impedance and galvanostatically charge-discharge experiments. The results demonstrated that pure  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  powders could be prepared in short time by using organic solvent. Glucose was added to improve the conductivity of  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ , and the powders showed a good lithiation performance. The reversible capacity of the material, more than  $160\text{mAh}\cdot\text{g}^{-1}$ , was delivered at room temperature and  $0.2\text{C}$  rate, and the charge-discharge efficiency was almost 100%. After 44 cycles, there was no obvious capacity fade. The charge and discharge results of  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}/\text{LiFePO}_4$  indicated that  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  was a good candidate material of negative electrode for lithium-ion battery.

**Key words** spinel;  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ ; electrochemical performance