

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3726013号

(P3726013)

(45) 発行日 平成17年12月14日(2005.12.14)

(24) 登録日 平成17年9月30日(2005.9.30)

(51) Int.Cl.⁷

F I

H O 1 M 10/40

H O 1 M 10/40

Z

H O 1 M 4/62

H O 1 M 10/40

A

H O 1 M 4/62

Z

請求項の数 6 (全 10 頁)

(21) 出願番号 特願2000-229174 (P2000-229174)
 (22) 出願日 平成12年7月28日(2000.7.28)
 (65) 公開番号 特開2001-57209 (P2001-57209A)
 (43) 公開日 平成13年2月27日(2001.2.27)
 審査請求日 平成15年12月15日(2003.12.15)
 (31) 優先権主張番号 09/366497
 (32) 優先日 平成11年8月3日(1999.8.3)
 (33) 優先権主張国 米国(US)

前置審査

(73) 特許権者 000005968
 三菱化学株式会社
 東京都港区芝五丁目3番8号
 (74) 代理人 100097928
 弁理士 岡田 数彦
 (72) 発明者 デニス ジー フォーター
 アメリカ合衆国 マサチューセッツ州 O
 1720 アクトン アーリントンストリ
 ート 359
 (72) 発明者 エリック エス コルブ
 アメリカ合衆国 マサチューセッツ州 O
 1720 アクトン テンネイ シーアイ
 アール 6

審査官 青木 千歌子

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 低速サイクル工程による電池の調整方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

炭素質活物質およびリチウムポリシリケート結着剤を含む第1電極と、第2電極と、電解質とを有する電池を製造する工程と；前記電池をサイクル作動させて、第1電極と電解質間の界面付近に不働態化層を形成する工程とから成る電池の調整方法であって、0.01～1mV／秒の範囲の速度で電池を充電および放電させることにより前記サイクル作動を行うことを特徴とする電池の調整方法。

【請求項2】

前記サイクル作動が、0～3ボルトの範囲の電位差を印加および除去する工程を含む請求項1に記載の方法。

【請求項3】

前記電池の製造工程が、プロピレンカーボネートに溶解させた塩を含む電解質を調製する工程を含む請求項1又は2に記載の方法。

【請求項4】

前記電池の製造工程が、グラファイト及びリチウムポリシリケート結着剤から成る第1電極を作製する工程を含む請求項1～3の何れかに記載の方法。

【請求項5】

前記電池の製造工程が、リチウム源から成る第2電極を作製する工程を含む請求項1～4の何れかに記載の方法。

【請求項6】

10

20

炭素質活物質および結着剤を含む第1電極と、第2電極と、電解質とを有する電池をサイクル作動させて、前記第1電極と前記電解質との界面付近に不働体化層を形成させる、不働体化層を有する電池の製造方法において、前記結着剤がリチウムポリシリケートを含み、且つ前記電解質がプロピレンカーボネートを含み、0.01～1mV/秒の範囲の速度で電池を充電および放電させることにより前記サイクル作動を行うことを特徴とする電池の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は電池の調整方法に関し、詳しくは、添加物または電解質共溶媒を必要としなくてもよい電池を調整する方法に関する。 10

【0002】

【従来の技術】

従来の電池は、定常使用前に、制御下に電池を数回サイクル作動（即ち、充電・放電）させることによる調整を行っている。電池の調整中に、固体電解質界面（SEI）又は不働体化（passivating）層が炭素電極と電解質との界面付近に形成される。不働体化層は、添加剤または共溶媒等の電解質成分が、還元または分解を含む1つ以上の化学的变化を受けた際に形成される。安定した不働体化層が形成された後、電池は、安定かつ確実にサイクル作動または通常作動を行うことができる。 20

【0003】

不働体化層は、電池の作動中に有用な作用を示すが、不働体化層形成に使用する従来法は、欠点を有する。先ず、従来の添加剤および／または共溶媒が、高価であり、電池製造に要する全体コストを増加させる。更に、添加剤または共溶媒を従来の電解質に含有させたことにより、電池の電気化学的性能に悪影響を及ぼす。特に、添加剤および／または共溶媒は、分解して電解質を汚染し易いため、電池のサイクル工程を非効率としてしまう。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の課題は、添加剤および／または共溶媒を有しなくても、不働体化層を効率よく形成できる電池の調整方法を提供することである。 30

【0005】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは上記目的を達成すべく鋭意検討した結果、特定の材料やサイクル速度でサイクル作動させることにより上記課題が解決できることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0006】

本発明は上記の知見に基づき完成されたものであり、その第1の要旨は、炭素質活物質およびリチウムポリシリケート結着剤を含む第1電極と、第2電極と、電解質とを有する電池を製造する工程と；前記電池をサイクル作動させて、第1電極と電解質間の界面付近に不働態化層を形成する工程とから成る電池の調整方法であって、0.01～1mV/秒の範囲の速度で電池を充電および放電させることにより前記サイクル作動を行うことを特徴とする電池の調整方法に存する。 40

【0008】

本発明の第2の要旨は、前記サイクル作動が、0～3ボルトの範囲の電位差を印加および除去する工程を含む第1の要旨に記載の方法に存する。

【0009】

本発明の第3の要旨は、前記電池の製造工程が、プロピレンカーボネートに溶解させた塩を含む電解質を調製する工程を含む第1又は第2の要旨に記載の方法に存する。

【0010】

本発明の第4の要旨は、前記電池の製造工程が、グラファイト及びリチウムポリシリケート結着剤から成る第1電極を作製する工程を含む第1～3の要旨の何れかに記載の方法 50

に存する。

【0011】

本発明の第5の要旨は、前記電池の製造工程が、リチウム源から成る第2電極を作製する工程を含む第1～4の要旨の何れかに記載の方法に存する。

【0012】

本発明の第6の要旨は、炭素質活物質および結着剤を含む第1電極と、第2電極と、電解質とを有する電池をサイクル作動させて、前記第1電極と前記電解質との界面付近に不働体化層を形成させる、不働体化層を有する電池の製造方法において、前記結着剤がリチウムポリシリケートを含み、且つ前記電解質がプロピレンカーボネートを含み、 $0.01 \sim 1 \text{ mV} / \text{秒}$ の範囲の速度で電池を充電および放電させることにより前記サイクル作動を行うことを特徴とする電池の製造方法に存する。

10

【0015】

【発明の実施の態様】

以下本発明を詳細に説明する。本発明は様々な実施態様が可能であるため、本発明は以下の実施態様や説明に限定されない。

【0016】

従来の電池の調整方法においては、電池を添加剤または電解質共溶媒と関連させ、次いで電池を、約0ボルト～5ボルトの電圧範囲で約 $10 \text{ mV} / \text{秒}$ の速度でサイクル作動させている。上述したように、この種の従来法には、添加剤および共溶媒の使用が、非常に高価であり、サイクル工程が非効率となるという問題点を有している。

20

【0017】

これに対し、本発明によれば、不働体形成用添加剤またはエチレンカーボネート（EC）等の電解質共溶媒を使用することなく不働体化層を形成し得る電池調整方法が提供される。本発明の方法は、これら成分を電池に添加する必要性を排除したものであり、以下の工程から構成される。

【0018】

先ず、電池を、従来技術により製造する。電池は、公知のように、第1電極（アノード）、第2電極（カソード）及び電解質から成る。第1電極は、好ましくは、銅集電体に塗布されたカーボンブラック又はグラファイト等の炭素質活物質と、リチウムポリシリケート結着剤とから成る。

30

【0019】

リチウムポリシリケートは、一般に水溶液の形態で販売されており、その組成は、一般に $X_1 \text{ SiO}_2 + Y_1 \text{ Li}_2\text{O}$ で表される（ここで、 X_1 と Y_1 とは SiO_2 と Li_2O との組成上のモル比を表す）。本発明においては、通常 X_1 / Y_1 は、通常 $0.1 \sim 50$ 、好ましくは $0.2 \sim 30$ 、さらに好ましくは $0.5 \sim 20$ 程度である。また、リチウムポリシリケートは、一般式 $\text{Li}_x \text{ Si}_y \text{ O}_z$ で表すこともできるが、この場合、好ましくは、 x は1以上であり、 y は2以上であり、 z は1以上であり、且つ y に対する1の比は2以下である。市販のリチウムポリシリケートとしては、デュポン社製の組成 $\text{Li}_2 \text{ Si}_5 \text{ O}_{11}$ で示されるものがある。第1電極中のリチウムポリシリケートの含有量は、通常 $1 \sim 99$ 重量%、好ましくは $5 \sim 95$ 重量%、さらに好ましくは $10 \sim 90$ 重量%である。このようなリチウムポリシリケートを使用することによって、不働体化層を形成するための添加剤や共溶剤を使用しなくても良好な不働体化層を形成させることができる。

40

【0020】

第1電極中に含まれる炭素質活物質は、通常、グラファイトやコークス等であるが、かかる炭素系物質は、金属、金属塩、酸化物などとの混合体や被覆体の形態で利用することもできる。これら炭素質活物質の平均粒径は、初期効率、レート特性、サイクル特性などの電池特性の向上の観点から、通常 $12 \mu\text{m}$ 以下、好ましくは $10 \mu\text{m}$ 以下とする。この粒径が大きすぎると電子伝導性が悪化する。また、通常は $0.5 \mu\text{m}$ 以上、好ましくは $7 \mu\text{m}$ 以上である。第1電極中の炭素質活物質の含有量は、通常 $1 \sim 99$ 重量%、好ましくは $5 \sim 95$ 重量%、さらに好ましくは $10 \sim 90$ 重量%である。

50

【0021】

第2電極は、好ましくはリチウム源からなる。このようなリチウム源としては、例えば、金属リチウム、 Li-Al 、 Li-Bi-Cd 、 Li-Sn-Cd 等のリチウム合金、リチウム遷移金属窒化物、リチウム遷移金属酸化物等、各種のものを使用することができる。好ましくは、金属リチウム、リチウム合金、及びリチウム遷移金属酸化物である。上記リチウム遷移金属酸化物としては、マンガン、コバルト及びニッケルから選ばれる少なくとも一種の遷移金属とリチウムとを含有する酸化物を挙げることがことができる。このようなリチウム遷移金属酸化物の中でもスピネル又は層状構造を有するものが好ましい。

【0022】

電解質は、代表的には、例えば、プロピレンカーボネート（PC）等の溶剤に溶解した LiAsF_6 又は LiBF_4 等の塩の1モル溶液からなる。このようなPC含有の電解質を使用することによって、不働体化層を形成するための添加剤や共溶剤を使用しなくても良好な不働体化層を形成させることができる。

10

【0023】

電解質に使用する溶剤としてPC以外の溶剤を併用することもできる。このような溶剤としては、比較的高誘電率の溶媒が好適に用いられる。具体的にはエチレンカーボネート等の環状カーボネート類、ジメチルカーボネート、ジエチルカーボネート、エチルメチルカーボネートなどの非環状カーボネート類、テトラヒドロフラン、2-メチルテトラヒドロフラン、ジメトキシエタン等のグライム類、 γ -ブチロラクトン等のラクトン類、スルフォラン等の硫黄化合物、アセトニトリル等のニトリル類等が挙げられる。また、これらの1種または2種以上の混合物を使用することができる。さらに、これらの分子中の水素原子の一部をハロゲンなどに置換したものも使用できる。

20

【0024】

電解質に使用する塩としては、上記 LiAsF_6 及び LiBF_4 の他、 LiPF_6 、 LiSbF_6 、 LiClO_4 、 LiI 、 LiBr 、 LiCl 、 LiAlCl_4 、 LiHF_2 、 LiSCN 、 LiSO_3CF_3 等のリチウム塩を使用することができる。これらリチウム塩を非水系溶媒に溶解した際の濃度は、一般的に $0.5 \sim 2.5 \text{ mol/L}$ である。

【0025】

電池を製造した後、電池を、以下の手順に従ってサイクル作動させる。電池に電位差を印加する。前記印加電位差は、電池の形態に応じて変化するが、好ましくは、0～3ボルトの範囲である。電池の充電速度は、好ましくは、非常に遅く、通常 35 mV/秒 以下、好ましくは 20 mV/秒 以下、さらに好ましくは 1 mV/秒 以下、最も好ましくは $0.01 \sim 1 \text{ mV/秒}$ の範囲である。以下で詳述するように、炭素質／リチウムポリシリケート電極を上記手順で充電すると、得られる電池は、第1電極と電解質との界面付近で安定な不働体化層の形成を示す高いクーロン効率を有する。これは、リチウムポリシリケート又はリチウムポリシリケートとPCとの組み合わせ使用のいずれかによって、電極表面／電解質間の界面付近で不働体化層が形成されたためと考えられる。

30

【0026】

更に、添加剤は、電池に関連させないのが好ましいが、必要に応じて、少量の添加剤を電池に関連させることもできる。添加剤の使用量は電解質に対して、通常10重量%以下、好ましくは5重量%以下、さらに好ましくは1重量%以下、最も好ましくは実質的に0である。この場合の添加剤としては、例えば、米国特許第5,853,917号（その全内容は参照により本願に包含される）に記載される1,6-ジオキサスピロ[4.4]ノナン-2,7-ジオン（以下1,6-ススピロと称す）及び／又は1,4-ジオキサスピロ[4.5]デカン-2-オン（以下1,4-ススピロと称す）、若しくは下記化合物が挙げられる。

40

【0027】

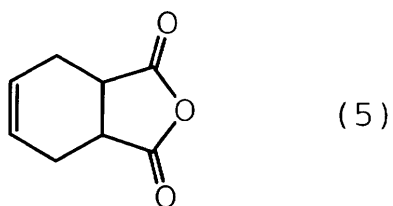
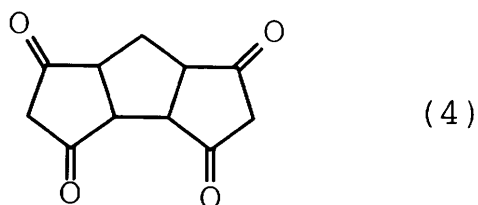
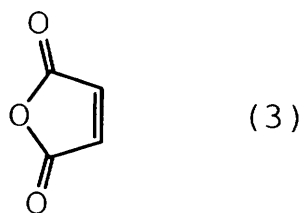
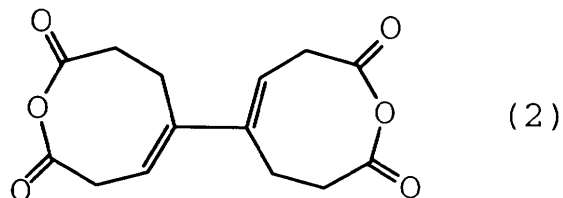
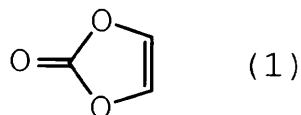
（1）ビニレンカーボネート；（2）ビシクロオクテン二無水物；（3）無水琥珀酸；（4）テトラヒドロシクロペンタ[a]ペンタレン-1,3,4,6-テトラオン（CPDA）；（5）3a,4,7,7a-テトラヒドロイソベンゾフラン-1,3-ジオ

50

ン（THPA）。化学構造式を以下に示す。

【0028】

【化1】



【0029】

以上の説明は単に例示であり、本発明の主旨を損ねない範囲で種々の変更が可能である。

【0030】

以下、上記変更の一例として、電池として好ましくは用いられるリチウムイオン電池の構成について説明する。

【0031】

リチウムイオン電池は、通常、正極及び負極に対応する第1及び第2電極とそれらの間に介装された電解質層とからなる。第1電極及び第2電極の少なくとも一方、好ましくは両方は集電体上に活物質層を設けてなる。

【0032】

集電体：

集電体の材料としては、使用する活物質によって前述のような各種の材料から適宜選択することができる。好ましくは、正極の集電体としてアルミニウムを使用し、負極の集電体として銅を使用する。

10

20

30

40

50

【0033】

集電体の厚みは適宜選択されるが好ましくは $1\sim 30\mu\text{m}$ 、さらに好ましくは $1\sim 20\mu\text{m}$ である。薄すぎると機械的強度が弱くなる傾向にあり、生産上問題になる。厚すぎると電池全体としての容量が低下する。

【0034】

これら集電体表面には予め粗面化処理を行うと電極材の接着強度が高くなるので好ましい。表面の粗面化方法としては、機械的研磨法、電解研磨法または化学研磨法が挙げられる。機械的研磨法としては、研磨剤粒子を固着した研磨布紙、砥石、エメリバフ、鋼線などを備えたワイヤブラシなどで集電体表面を研磨する方法が挙げられる。また接着強度や導電性を高めるために、集電体表面に中間層を形成してもよい。

10

【0035】

また、集電体の形状は、金属メッシュ以外に、板状であってもよい。

【0036】

電極の構成：

活物質を集電体上に結着させるため、バインダーを使用することが好ましい。バインダーとしては、少なくとも前記リチウムポリシリケートを使用するが、これと併用して、シリケート、ガラスのような無機化合物や、主として高分子からなる各種の樹脂が使用できる。

【0037】

樹脂としては、例えば、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリ-1,1-ジメチルエチレンなどのアルカン系ポリマー；ポリブタジエン、ポリイソプレンなどの不飽和系ポリマー；ポリスチレン、ポリメチルスチレン、ポリビニルピリジン、ポリ-N-ビニルピロリドンなどの環を有するポリマー；ポリメタクリル酸メチル、ポリメタクリル酸エチル、ポリメタクリル酸ブチル、ポリアクリル酸メチル、ポリアクリル酸エチル、ポリアクリル酸、ポリメタクリル酸、ポリアクリルアミドなどのアクリル系ポリマー；ポリフッ化ビニル、ポリフッ化ビニリデン、ポリテトラフルオロエチレン等のフッ素系樹脂；ポリアクリロニトリル、ポリビニリデンシアニドなどのCN基含有ポリマー；ポリ酢酸ビニル、ポリビニルアルコールなどのポリビニルアルコール系ポリマー；ポリ塩化ビニル、ポリ塩化ビニリデンなどのハロゲン含有ポリマー；ポリアニリンなどの導電性ポリマーなどが使用できる。また上記のポリマーなどの混合物、変性体、誘導体、ランダム共重合体、交互共重合体、グラフト共重合体、ブロック共重合体などであっても使用できる。

20

30

【0038】

活物質100重量部に対するバインダーの配合量は、特に好ましくは0.1～30重量部、さらに好ましくは1～15重量部である。樹脂の量が少なすぎると電極の強度が低下することがある。樹脂の量が多すぎると容量が低下したり、レート特性が低下したりすることがある。

【0039】

活物質層中には必要に応じて導電材料、補強材など各種の機能を発現する添加剤、粉体、充填材などを含有してもよい。導電材料としては、上記活物質に適量混合して導電性を付与できるものであれば特に制限は無いが、通常、アセチレンブラック、カーボンブラック、黒鉛などの炭素粉末や、各種の金属のファイバー、箔などが挙げられる。補強材としては各種の無機、有機の球状、繊維状フィラーなどが使用できる。

40

【0040】

活物質層を形成する手法としては、例えば、粉体状の活物質をバインダーとともに溶剤と混合し、必要に応じてボールミル、サンドミル、二軸混練機などにより分散塗料化した後、集電体上に塗布して乾燥する方法が好適に行なわれる。この場合、用いられる溶剤の種類は、電極材に対して不活性であり且つバインダーを溶解しうる限り特に制限されず、例えばN-メチルピロリドン等の一般的に使用される無機、有機溶剤のいずれも使用できる。

【0041】

50

また、活物質をバインダーと混合し加熱することにより軟化させた状態で、集電体あるいはプライマー層上に圧着、あるいは吹き付ける手法によって活物質層を形成することもできる。さらには活物質を単独で集電体上に焼成することによって形成することもできる。

【0042】

活物質層の厚さは、通常 $1\text{ }\mu\text{m}$ 以上であり、好ましくは $10\text{ }\mu\text{m}$ 以上である。また、通常 $200\text{ }\mu\text{m}$ 以下、好ましくは $150\text{ }\mu\text{m}$ 以下である。薄すぎると、活物質層の均一性が確保しにくくなり、また容量が低下する傾向にある。また、厚すぎると、レート特性が低下する傾向にある。

【0043】

電解質：

10

電解質は、第1電極及び第2電極と相互に関連して、電極間のイオン移動に関与する。電解質は、通常電極相互の間に電解質層として存在すると共に、活物質層内にも存在し、活物質の少なくとも一部の表面と接触する。電解質は、第1電極や第2電極上に、塗布する等の方法により接触することによって、電極あるいは電極活物質に関連させることができる。

【0044】

電解質は、前記のような、PCを含有するいわゆる電解液を使用するが、これを高分子によって保持して非流動化してゲル状（半固体状）電解質とすることができる。ゲル状電解質は、通常電解液が高分子のネットワーク中に保持されて全体としての流動性が著しく低下したものである。このようなゲル状電解質は、イオン伝導性などの特性は通常の電解液

20

に近い特性を示すが、流動性、揮発性などは著しく抑制され、安全性が高められている。

【0045】

ゲル状電解質中の高分子の比率は好ましくは $1\sim 50$ 重量%である。低すぎると電解液を保持することができなくなり、液漏れが発生することがある。高すぎるとイオン伝導度が低下して電池特性が悪くなる傾向にある。

【0046】

ゲル状電解質に使用する高分子としては、電解液と共にゲルを構成しうる高分子であれば特に制限はなく、ポリエステル、ポリアミド、ポリカーボネート、ポリイミドなどの重縮合によって生成されるもの、ポリウレタン、ポリウレアなどのように重付加によって生成されるもの、ポリメタクリル酸メチルなどのアクリル誘導体系ポリマーやポリ酢酸ビニル、ポリ塩化ビニル、ポリフッ化ビニリデンなどのポリビニル系などの付加重合で生成されるものなどがある。好ましい高分子としては、ポリアクリロニトリル、ポリフッ化ビニリデンを挙げることができる。ここで、ポリフッ化ビニリデンとは、フッ化ビニリデンの単独重合体のみならず、ヘキサフルオロプロピレン等他のモノマー成分との共重合体をも包含する。また、アクリル酸、アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、エトキシエチルアクリレート、メトキシエチルアクリレート、エトキシエトキシエチルアクリレート、ポリエチレングリコールモノアクリレート、エトキシエチルメタクリレート、メトキシエチルメタクリレート、エトキシエトキシエチルメタクリレート、ポリエチレングリコールモノメタクリレート、N，N-ジエチルアミノエチルアクリレート、N，N-ジメチルアミノエチルアクリレート、グリシジルアクリレート、アリルアクリレート、アクリロニトリル、N-ビニルピロリドン、ジエチレングリコールジアクリレート、トリエチレングリコールジアクリレート、テトラエチレングリコールジアクリレート、ポリエチレングリコールジメタクリレート、トリエチレングリコールジメタクリレート、テトラエチレングリコールジメタクリレート、ポリエチレングリコールジメタクリレートなどのモノマーを重合して得られるアクリル誘導体系ポリマーも好ましく用いることができる。

30

40

【0047】

上記高分子の重量平均分子量は、通常 $10000\sim 5000000$ の範囲である。分子量が低いとゲルを形成しにくくなる。分子量が高いと粘度が高くなりすぎて取り扱いが難しくなる。高分子の電解液に対する濃度は、分子量に応じて適宜選べばよいが、好ましくは

50

0.1重量%から30重量%である。濃度が低すぎるとゲルを形成しにくくなり、電解液の保持性が低下して流動、液漏れの問題が生じることがある。濃度が高すぎると粘度が高くなりすぎて工程上困難を生じるとともに、電解液の割合が低下してイオン伝導度が低下しレート特性などの電池特性が低下することがある。

【0048】

【実施例】

以下、本発明を実施例により更に詳細に説明するが、本発明はその要旨を超えない限り、以下の実施例に限定されるものではない。

【0049】

実施例1及び比較例1:

10
先ず、電池を製造した。この際、リチウムポリシリケート結着剤を含むBF15SPグラファイト（大阪ガス社製、東京、日本）を銅箔集電体上に塗布して作用電極を形成した。対向電極としては、金属リチウムを使用した。電解質としては、不働体形成性添加剤または共溶媒を非含有の、PC中に溶解したLiAsF₆の1モル溶液を使用した。基準電極としては、ニッケルストリップに付着させた金属リチウムを使用した。各電池は、サイクリックボルタンメトリーによって調整を行った。この際、電池は、3ボルト〜0ボルトで段階的にサイクル作動させた。異なるサイクル速度、即ち0.1mV/秒及び10mV/秒で調整した同様の形態の電池を同時並行してテストした。試験結果を図1、2に示す。

【0050】

20
図1及び2に示すように、何れの場合も第1サイクルクーロン効率は60%以上の高い値を示した。特に、0.1mV/秒でサイクル作動した電池は、10mV/秒でサイクル作動した電池に比して、実質的により高い第1サイクルクーロン効率を示した。更に、差がより少なくなるが、0.1mV/秒でサイクル作動した電池の第2サイクルクーロン効率は、10mV/秒でサイクル作動した電池の第2サイクルクーロン効率に比して高いものであった。

【0051】

上記の記載と図面は、単に発明の例示であり、本発明はその要旨を逸脱することなく、種々の修正と変更を行なうことが可能である。

【0052】

【発明の効果】

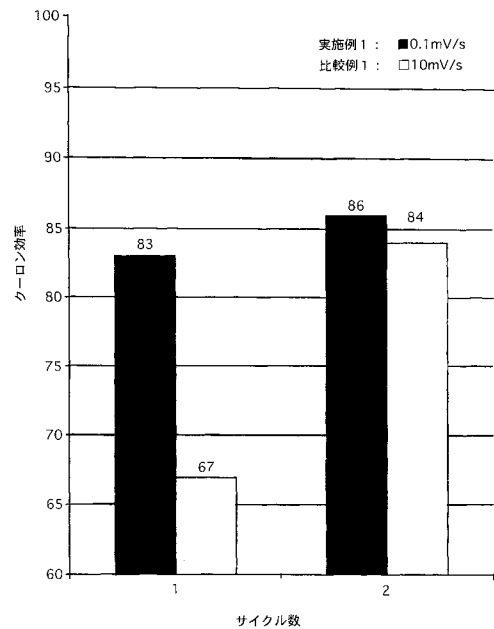
30
本発明の電池の調整方法は、添加剤および/または共溶媒を有しない電池において、不働体化層形成を効率よく行えるため、本発明の工業的価値は高い。

【図面の簡単な説明】

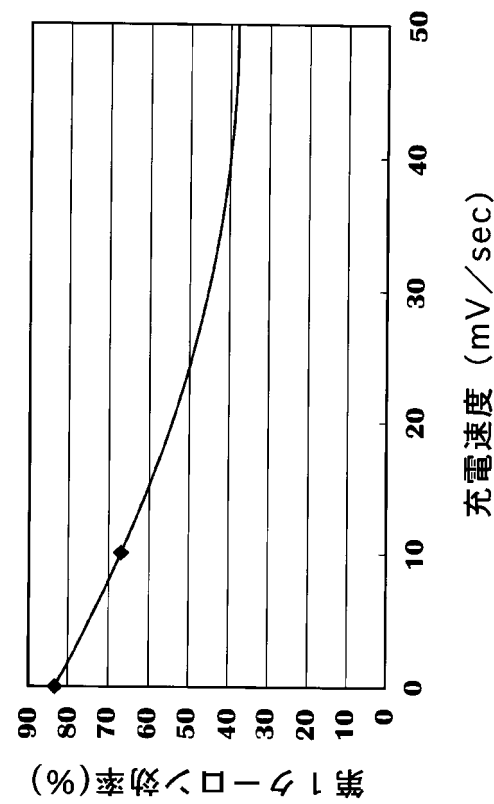
【図1】本発明に従って製造された電池に関する、サイクル数の関数としてのクーロン効率を示す2次元棒グラフプロット図

【図2】本発明に従って製造された電池に関する、充電速度の関数としての第1クーロン効率を示すグラフ

【図 1】



【図 2】



フロントページの続き

(56)参考文献 特開平11-144736 (JP, A)
特開平04-363865 (JP, A)
国際公開第98/022986 (WO, A1)

(58)調査した分野(Int.Cl.⁷, DB名)
H01M 4/00- 4/62
H01M 10/40