



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103762380 B

(45) 授权公告日 2016. 03. 02

(21) 申请号 201410043477. 8

审查员 胡明军

(22) 申请日 2014. 01. 29

(73) 专利权人 中国科学院宁波材料技术与工程
研究所

地址 315201 浙江省宁波市镇海区中官西路
1219 号

(72) 发明人 夏兰 夏永高 刘兆平 胡华胜

(74) 专利代理机构 北京集佳知识产权代理有限
公司 11227

代理人 赵青朵

(51) Int. Cl.

H01M 10/0567(2010. 01)

(56) 对比文件

CN 102668221 A, 2012. 09. 12,

CN 102668221 A, 2012. 09. 12,

CN 103081183 A, 2013. 05. 01,

权利要求书2页 说明书9页 附图1页

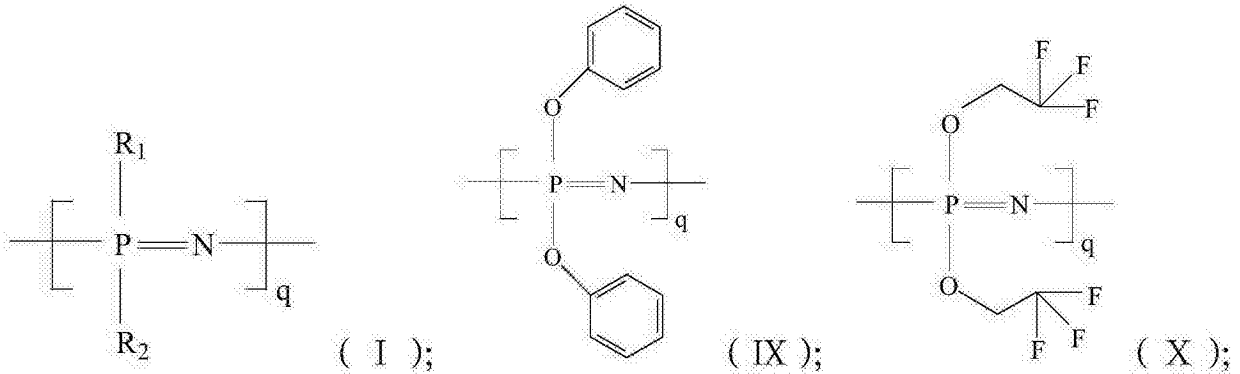
(54) 发明名称

一种电解液

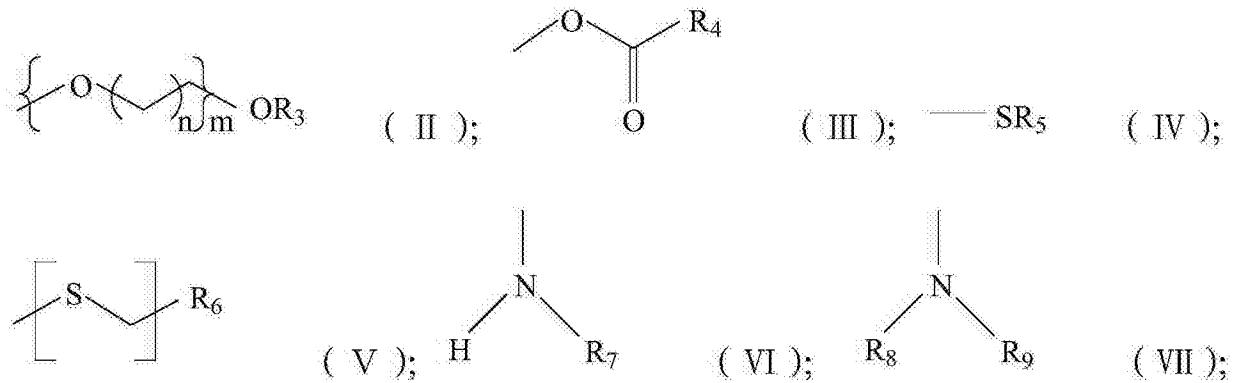
(57) 摘要

本发明提供了一种电解液,所述电解液包括非水有机溶剂、锂盐与聚磷腈化合物。由于本申请电解液中添加的聚磷腈化合物的侧链为含 O、N 或 S 等杂原子的长链基团,能够在锂离子电池的正极材料表面形成致密、高锂离子导电的包覆层,有效抑制电解液与正极材料的直接接触,减少电解液的氧化分解,从而提高了高电压锂离子电池的循环性;同时,添加剂聚磷腈化合物具有阻燃特性,可以降低电解液的可燃性,提高电池的安全性能。

1. 一种电解液,包括 :非水有机溶剂、锂盐与聚磷腈化合物 ;
 所述聚磷腈化合物的结构如式 (I)、式 (IX) 或式 (X) 所示 :



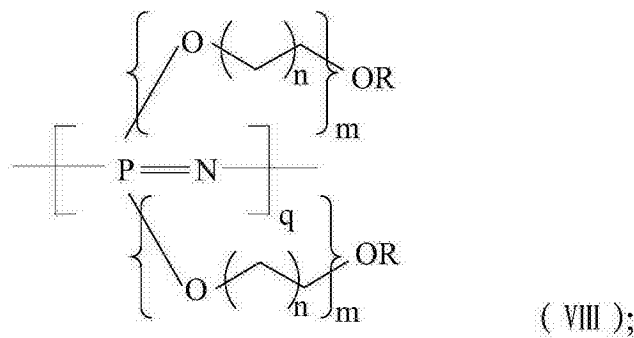
所述式 (I) 中, R_1 与 R_2 各自独立的选自具有式 (II)、式 (III)、式 (IV)、式 (V)、式 (VI) 或式 (VII) 的结构 :



其中, q 、 m 和 n 为 1 ~ 10 的整数,且 q 不为 1 ;

R_3 、 R_4 、 R_5 、 R_6 、 R_7 、 R_8 和 R_9 独立的选自苯基、卤素、 $C_1 \sim C_{12}$ 的直链或支链烷基。

2. 根据权利要求 1 所述的电解液,其特征在于,所述聚磷腈化合物的结构如式 (VIII) 所示 :



n 、 m 、 q 为 1 ~ 10 的整数、且 q 不为 1, R 为苯基、卤素、 $C_1 \sim C_{12}$ 的直链或支链的烷基。

3. 根据权利要求 1 所述的电解液,其特征在于,所述聚磷腈化合物的重均分子量为 500 ~ 100000。

4. 根据权利要求 1 所述的电解液,其特征在于,所述非水有机溶剂为碳酸乙烯酯、碳酸丙烯酯、 γ -丁内酯、氟代碳酸乙烯酯、双氟代碳酸乙烯酯、碳酸亚乙烯酯、碳酸乙烯亚乙烯酯、1, 3- 丙烷磺酸内酯、1, 4- 丁烷磺酸内酯、三氟丙酸甲酯、三氟丙酸乙酯、三氟乙酸甲酯、三氟乙酸乙酯、五氟丙酸甲酯、五氟丙酸乙酯、九氟正丁基甲基醚、九氟异丁基甲基醚、七氟

正丙基甲基醚、七氟异丙基甲基醚、六氟异丙基甲基醚、碳酸二甲酯、碳酸二乙酯和碳酸甲乙酯中两种或多种。

5. 根据权利要求 1 所述的电解液,其特征在於,所述锂盐为六氟磷酸锂、四氟硼酸锂、高氯酸锂、双草酸硼酸锂、二氟草酸硼酸锂、二(三氟甲基磺酰)亚胺锂和双氟磺酰亚胺锂中的一种或多种。

6. 根据权利要求 1 所述的电解液,其特征在於,所述锂盐在所述非水有机溶剂的摩尔浓度为 0.1M ~ 2.5M;以电解液的质量百分比计,所述聚磷腈化合物的含量为 0.01%~50%。

一种电解液

技术领域

[0001] 本发明涉及锂离子电池技术领域,尤其涉及一种电解液。

背景技术

[0002] 近年来,开发高比能锂离子电池不仅是日益小型化的新型便携式电子产品的迫切需求,也是电动汽车、储能电池等新能源产业发展的迫切需要。提高电池比能量主要有两种途径:提高电池的比容量;提高锂离子电池的工作电压,开发高电压正极材料。目前高电压正极材料有高电压钴酸锂、镍锰酸锂、磷酸锰锂和富锂锰基层状固溶体,上述正极材料的充电截止电压都在 4.5V 以上,但是碳酸酯电解液在电压达到 4.3V 时,就会在高氧化性正极材料表面发生不可逆的氧化分解,电池出现胀气,引起电池循环和储存性能的恶化。

[0003] 为了抑制电解液在正极材料表面的分解,减少电解液与正极材料直接接触,研究者从高电压正极材料上着手,对其进行表面改性,即在正极材料表面包覆一层氧化物或者氟化物,起到阻隔的作用,从而提高电池的循环和倍率性能。Cho 等人首次报道了 Al_2O_3 包覆的 LiCoO_2 在高电压充放电 4.4 ~ 2.5V 区间的循环性能。与未包覆的空白 LiCoO_2 电池相比,表面修饰的 $\text{Al}_2\text{O}_3@ \text{LiCoO}_2$ 电池的循环和倍率性能明显提高,循环 50 周其容量保持率仍为 97%。除 Al_2O_3 外,其它包覆层材料如 ZrO_2 、 MgO 、 AlPO_4 与 AlF_3 等,制备得到的复合高电压正极材料也都具有较好的循环以及倍率性能。然而,包覆复合材料的制备过程工艺复杂、成本高,且涉及材料后期的热处理,容易引起包覆层与材料接触界面组分的改变,使其具体的作用机理复杂。同时,复合高电压正极活性材料表面的修饰层氧化物或者氟化物多为离子绝缘体,不利于锂的脱嵌入,影响电池的倍率性能。

[0004] 除了通过材料改性改善其电化学性能外,人们通过在常用的碳酸酯电解液体系中添加功能性添加剂,以满足高电压锂离子电池对高电压电解液的需求。例如:日本特开平 6-13108 号公报中公开了在非水电解液中添加磷腈化合物,可以大大降低电解液的可燃性。然而,由于环磷腈化合物的介电常数很小,常用的锂盐 LiPF_6 在其中的溶解度很低,导致这些添加剂所构成的电解液的电导率的下降;公开号为 CN103456993A 的中国专利中提出将氟代磷腈、氟代醚以及不饱和烯磺酸内酯的混合物作为高电压电解液,由于氟代磷腈具有较高的氧化分解电位,且阻燃,因此上述混合物的锂离子电池在高电压下循环性能稳定,内阻变化小。然而,氟代添加剂的合成成本高、且毒性较大,添加剂的复合使用使电解液体系更复杂,不易于实际应用。

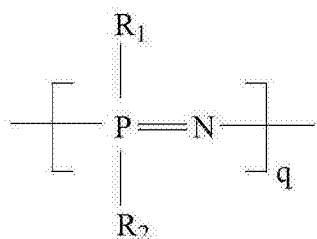
发明内容

[0005] 本发明解决的技术问题在于提供一种成本较低的电解液,并且本申请提供的电解液使锂离子电池循环性较好。

[0006] 本申请提供了一种电解液,包括:非水有机溶剂、锂盐与聚磷腈化合物。

[0007] 优选的,所述聚磷腈化合物的结构如式(I)所示:

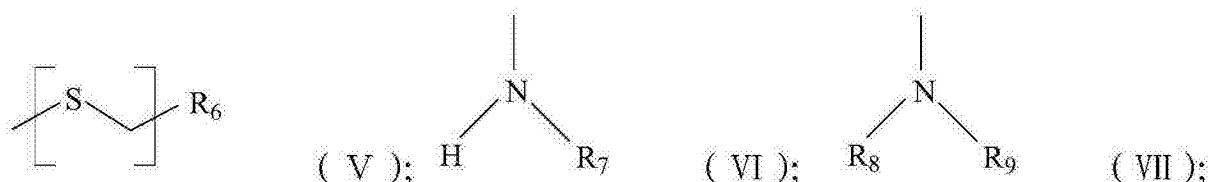
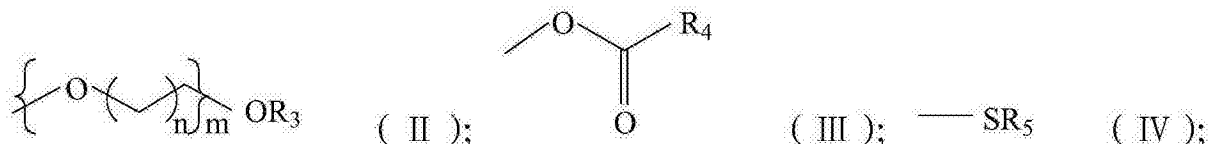
[0008]



(I);

[0009] 其中, R_1 与 R_2 各自独立的选自具有式(II)、式(III)、式(IV)、式(V)、式(VI)或式(VII)的结构;

[0010]

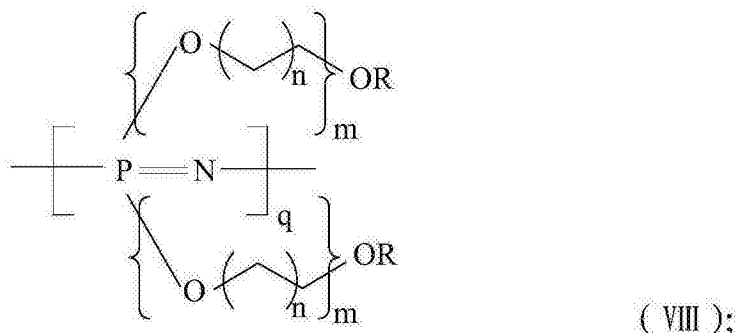


[0011] 其中, q 、 m 和 n 为1~10的整数;

[0012] R_3 、 R_4 、 R_5 、 R_6 、 R_7 、 R_8 和 R_9 独立的选自苯基、卤素、 $C_1 \sim C_{12}$ 的直链或支链烷基。

[0013] 优选的,所述聚磷腈化合物的结构如式(VIII)所示:

[0014]



[0015] n 、 m 、 q 为1~10的整数, R 为苯基、卤素、 $C_1 \sim C_{12}$ 的直链或支链的烷基。

[0016] 优选的,所述聚磷腈化合物的重均分子量为500~100000。

[0017] 优选的,所述非水有机溶剂为碳酸乙烯酯、碳酸丙烯酯、 γ -丁内酯、氟代碳酸乙烯酯、双氟代碳酸乙烯酯、碳酸亚乙烯酯、碳酸乙烯亚乙烯酯、1,3-丙烷磺酸内酯、1,4-丁烷磺酸内酯、三氟丙酸甲酯、三氟丙酸乙酯、三氟乙酸甲酯、三氟乙酸乙酯、五氟丙酸甲酯、五氟丙酸乙酯、九氟正丁基甲基醚、九氟异丁基甲基醚、七氟正丙基甲基醚、七氟异丙基甲基醚、六氟异丙基甲基醚、碳酸二甲酯、碳酸二乙酯和碳酸甲乙酯中两种或多种。

[0018] 优选的,所述锂盐为六氟磷酸锂、四氟硼酸锂、高氯酸锂、双草酸硼酸锂、二氟草酸硼酸锂、二(三氟甲基磺酰)亚胺锂和双氟磺酰亚胺锂中的一种或多种。

[0019] 优选的,所述锂盐在所述非水有机溶剂的摩尔浓度为0.1M~2.5M;以电解液的质量百分比计,所述聚磷腈化合物的含量为0.01%~50%。

[0020] 本申请提供了一种电解液,包括非水有机溶剂、锂盐与聚磷腈化合物。由于聚磷腈化合物的侧链为含杂原子的长链基团,能够在锂离子电池的正极材料表面形成致密、高锂离子导电的包覆层,有效抑制电解液与正极材料的直接接触,减少电解液的氧化分解,从而提高了高电压锂离子电池的循环性。其次,聚磷腈化合物具有阻燃、化学稳定性好与热稳定性高的特点,该化合物的加入使电解液具有良好的阻燃性,且其含杂原子的侧链与极片、薄膜的浸润性好,因此采用本申请所述电解液的电池安全性得到了提高。

附图说明

[0021] 图 1 为采用本发明实施例 2 与对比例 1 制备的电解液的电池的循环性能曲线图。

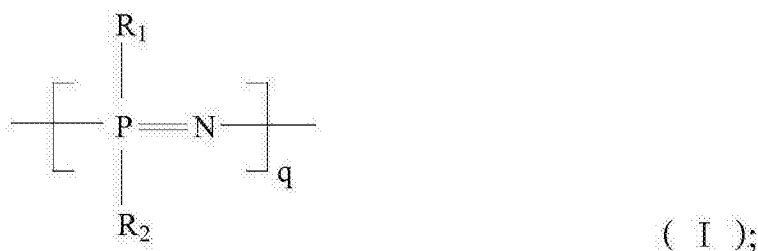
具体实施方式

[0022] 为了进一步理解本发明,下面结合实施例对本发明优选实施方案进行描述,但是应当理解,这些描述只是为进一步说明本发明的特征和优点,而不是对本发明权利要求的限制。

[0023] 本发明实施例公开了一种电解液,包括:非水有机溶剂、锂盐与聚磷腈化合物。

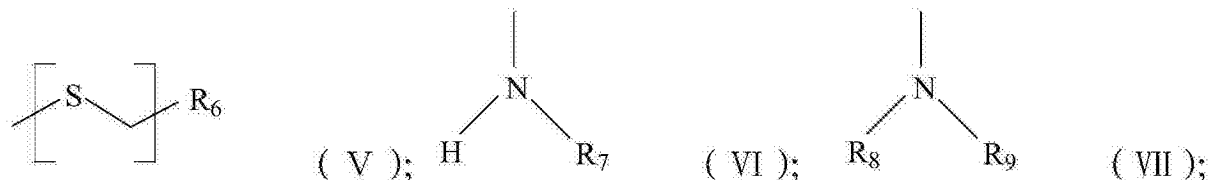
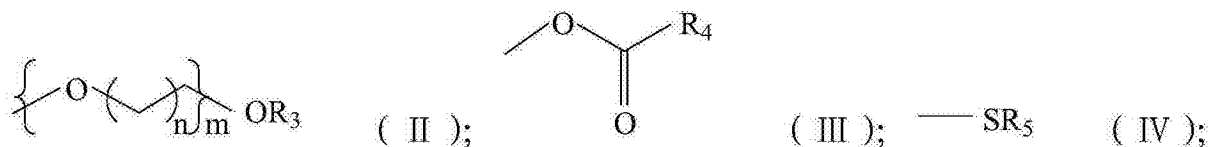
[0024] 本申请所述电解液中添加了聚磷腈化合物,所述聚磷腈化合物的结构优选如式(I)所示:

[0025]



[0026] 其中, R_1 与 R_2 各自独立的选自具有式(II)、式(III)、式(IV)、式(V)、式(VI)或式(VII)的结构;

[0027]

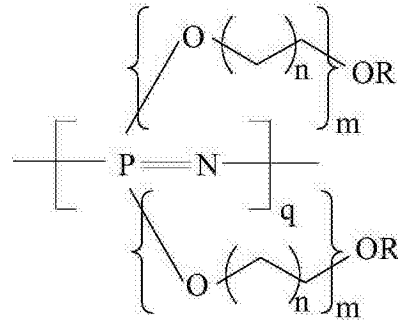


[0028] 其中, q 、 m 和 n 为 1 ~ 10 的整数;

[0029] R_3 、 R_4 、 R_5 、 R_6 、 R_7 、 R_8 和 R_9 独立的选自苯基、卤素、 $C_1 \sim C_{12}$ 的直链或支链烷基。

[0030] 按照本发明,所述聚磷腈化合物更优选为具有式(VIII)所示的结构:

[0031]

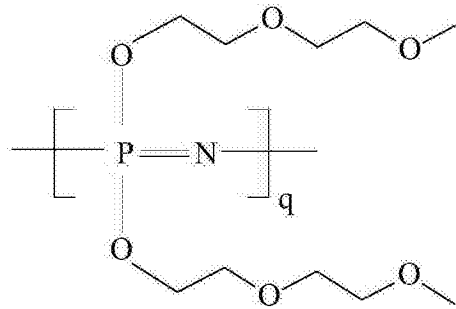


(VIII);

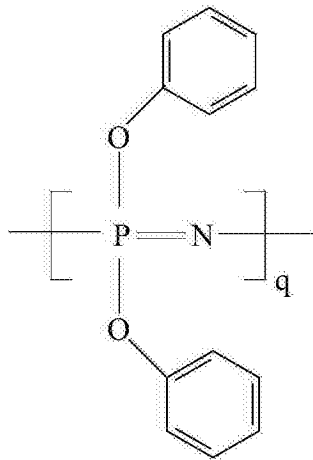
[0032] n、m、q 为 1 ~ 10 的整数, R 为苯基、卤素、C₁ ~ C₁₂ 的直链或支链的烷基。

[0033] 在一些实施例中, 本申请所述聚磷腈化合物可以为以下结构的聚磷腈化合物:

[0034]

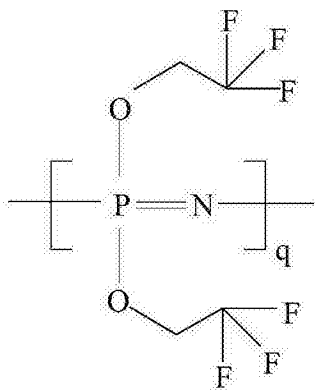


(VIII');



(IX);

[0035]



(X);

[0036] 其中, q 为 1 ~ 10 的整数。

[0037] 本发明所述聚磷腈化合物的重均分子量优选为 500 ~ 100000。本申请所述聚磷腈化合物的含量优选为所述电解液的 0.01wt% ~ 50wt%，更优选为 1wt% ~ 30wt%。上述聚磷腈化合物的含量与其分子量有关，当聚磷腈化合物的分子量较小时，其添加量较多时，才能够保证聚磷腈化合物在电极表面的有效覆盖率基本达到 100%；当聚磷腈化合物的分子量较大时，添加少量的聚磷腈化合物，即可使电极表面的有效覆盖率较高。本申请所述聚磷腈化合物按照现有技术进行制备，对于所述聚磷腈化合物的来源，本申请没有特别的限制。本申请电解液中添加的聚磷腈化合物，由于其侧链为含有 O、N 或 S 杂原子的长链基团，能够在锂离子电池正极的表面形成致密的、高锂离子导电的包覆层，可以有效抑制电解液与正极材料的直接接触，减少电解液的氧化分解，从而提高电池的循环稳定性。

[0038] 本申请中所述非水有机溶剂优选为碳酸乙烯酯、碳酸丙烯酯、 γ -丁内酯、氟代碳酸乙烯酯、双氟代碳酸乙烯酯、碳酸亚乙烯酯、碳酸乙烯亚乙烯酯、1,3-丙烷磺酸内酯、1,4-丁烷磺酸内酯、三氟丙酸甲酯、三氟丙酸乙酯、三氟乙酸甲酯、三氟乙酸乙酯、五氟丙酸甲酯、五氟丙酸乙酯、九氟正丁基甲基醚、九氟异丁基甲基醚、七氟正丙基甲基醚、七氟异丙基甲基醚、六氟异丙基甲基醚、碳酸二甲酯、碳酸二乙酯和碳酸甲乙酯中的两种或多种。所述非水有机溶剂中的两种或多种混合时，本申请对其混合的比例没有特别的限制。本申请所述非水有机溶剂更优选为碳酸乙烯酯与碳酸二甲酯的混合物，所述碳酸乙烯酯与碳酸二甲酯的体积比优选为 3:7。

[0039] 按照本发明，所述电解液中还包括锂盐，所述锂盐优选为六氟磷酸锂、四氟硼酸锂、高氯酸锂、双草酸硼酸锂、二氟草酸硼酸锂、二(三氟甲基磺酰)亚胺锂和双氟磺酰亚胺锂中的一种或多种。本申请所述锂盐更优选为六氟磷酸锂。所述锂盐在非水有机溶剂中的浓度优选为 0.1M ~ 2.5M，更优选为 0.8M ~ 2M。

[0040] 本申请提供了一种电解液，包括非水有机溶剂、锂盐与聚磷腈化合物。本申请所采用的非水有机溶剂、锂盐均可有市场购得，同时，聚磷腈制备工艺简单，从而降低了电解液的成本。相对于现有技术磷腈化合物自身氧化分解电位高，添加至电解液后有利于提高电解液的抗氧化性的特质，本申请所述电解液中添加的聚磷腈化合物的侧链为含杂原子的长链基团，能够在锂离子电池的正极材料表面形成致密、高锂离子导电的包覆层，有效抑制电解液与正极材料的直接接触，减少电解液的氧化分解，从而提高了高电压锂离子电池的循环性。其次，聚磷腈化合物具有阻燃、化学稳定性好与热稳定性高的特点，该化合物的加入使电解液具有良好的阻燃性，且其含杂原子的侧链与正负极极片、隔膜的浸润性好，因此使用本申请所述电解液的电池安全性得到了提高。

[0041] 为了进一步理解本发明，下面结合实施例对本发明提供的电解液进行详细说明，本发明的保护范围不受以下实施例的限制。

[0042] 实施例 1

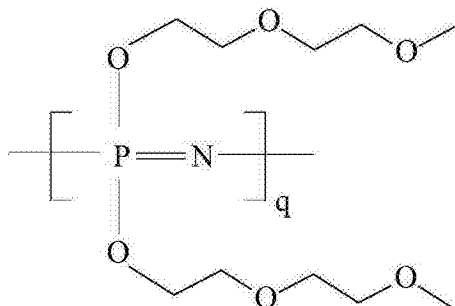
[0043] 将 25g 六氯三聚磷腈、0.2g 氨基磺酸、0.15g 二水硫酸钙、50mL 1-氯代萘投入到附有冷凝管、干燥管、温度计和机械搅拌的 500mL 四口烧瓶中，在氮气的保护下升温至 230℃，恒温反应数小时，在粘度发生明显变化时，停止反应；

[0044] 将上述反应液倒入盛有 1000mL 正庚烷的 3000mL 烧杯中，搅拌至杯底有白色聚合物析出，分出上层溶液；底部的聚合物为聚二氯磷腈；

[0045] 在氮气保护下，向 1000mL 干燥的三口圆底烧瓶中加入 200mL 已干燥的四氢呋喃和

34g 氢氧化钠,然后缓慢滴入二缩三乙二醇单乙醚(189g)的四氢呋喃(200mL)溶液,室温下搅拌反应 2 小时。然后再取 16g 聚二氯磷腈溶于 200mL 干燥四氢呋喃溶液中,将该溶液缓慢滴加到前面得到的醇钠溶液中,滴加完后回流反应 2 天。反应完后,待溶液冷却到室温后倒入大量水中,过滤,滤饼用水洗,干燥得到粗产物。粗产物用四氢呋喃溶解、石油醚重沉淀,重复 3 次后干燥得 30g 产物,即为具有式(VIII')结构的聚二(二乙二醇单甲醚)磷腈(EEEP),其产率为 70%。

[0046]



(VIII')。

[0047] 实施例 2

[0048] 在充满氩气的手套箱(水分 <<1ppm, 氧气 <1ppm)中,取 10mL 的碳酸乙烯酯、碳酸二甲酯有机混合溶液,碳酸乙烯酯、碳酸二甲酯的体积比为 3:7,向有机混合溶液中加入六氟磷酸锂,使其摩尔浓度为 1mol/L,最后向混合溶液中缓慢加入电解液总质量的 0.01% 的实施例 1 制备的聚二(二乙二醇单甲醚)磷腈(EEEP),搅拌均匀后得到锂离子电池电解液。

[0049] 实施例 3

[0050] 在充满氩气的手套箱(水分 <<1ppm, 氧气 <1ppm)中,取 10mL 的碳酸乙烯酯、碳酸二甲酯有机混合溶液,碳酸乙烯酯、碳酸二甲酯的体积比为 3:7,向有机混合溶液中加入六氟磷酸锂,使其摩尔浓度为 1mol/L,最后向混合溶液中缓慢加入电解液总质量的 5% 的实施例 1 制备的聚二(二乙二醇单甲醚)磷腈(EEEP),搅拌均匀后得到锂离子电池电解液。

[0051] 实施例 4

[0052] 在充满氩气的手套箱(水分 <<1ppm, 氧气 <1ppm)中,取 10mL 的碳酸乙烯酯、碳酸二甲酯有机混合溶液,碳酸乙烯酯、碳酸二甲酯的体积比为 3:7,向有机混合溶液中加入六氟磷酸锂,使其摩尔浓度为 1mol/L,最后向混合溶液中缓慢加入电解液总质量的 20% 的实施例 1 制备的聚二(二乙二醇单甲醚)磷腈(EEEP),搅拌均匀后得到锂离子电池电解液。

[0053] 实施例 5

[0054] 在充满氩气的手套箱(水分 <<1ppm, 氧气 <1ppm)中,取 10mL 的碳酸乙烯酯、碳酸二甲酯有机混合溶液,碳酸乙烯酯、碳酸二甲酯的体积比为 3:7,向有机混合溶液中加入六氟磷酸锂,使其摩尔浓度为 1mol/L,最后向混合溶液中缓慢加入电解液总质量的 0.1% 的聚二(苯基甲氧基)磷腈,结构式如(IX)所示,搅拌均匀后得到锂离子电池电解液。其中,聚二(苯基甲氧基)磷腈为自制,具体制备方法与实施例 1 相似,区别在于:二缩三乙二醇单乙醚替换为苯酚。

[0055] 实施例 6

[0056] 在充满氩气的手套箱(水分 <<1ppm, 氧气 <1ppm)中,取 10mL 的碳酸乙烯酯、碳酸二甲酯有机混合溶液,碳酸乙烯酯、碳酸二甲酯的体积比为 3:7,向有机混合溶液中加入六氟

磷酸锂,使其摩尔浓度为 1mol/L,最后向混合溶液中缓慢加入电解液总质量的 10% 的聚二(苯基甲氧基)磷腈,搅拌均匀后得到锂离子电池电解液。

[0057] 实施例 7

[0058] 在充满氩气的手套箱(水分 <<1ppm,氧气 <1ppm)中,取 10mL 的碳酸乙烯酯、碳酸二甲酯有机混合溶液,碳酸乙烯酯、碳酸二甲酯的体积比为 3:7,向有机混合溶液中加入六氟磷酸锂,使其摩尔浓度为 1mol/L,最后向混合溶液中缓慢加入电解液总质量的 50% 的聚二(苯基甲氧基)磷腈,搅拌均匀后得到锂离子电池电解液。

[0059] 实施例 8

[0060] 在充满氩气的手套箱(水分 <<1ppm,氧气 <1ppm)中,取 10mL 的碳酸乙烯酯、碳酸二甲酯有机混合溶液,碳酸乙烯酯、碳酸二甲酯的体积比为 3:7,向有机混合溶液中加入六氟磷酸锂,使其摩尔浓度为 1mol/L,最后向混合溶液中缓慢加入电解液总质量的 0.1% 的聚二(三氟乙氧基)磷腈,其结构式如式(X)所示,搅拌均匀后得到锂离子电池电解液。其中,聚二(三氟乙氧基)磷腈为自制,具体制备方法与实施例 1 相似,区别在于:二缩三乙二醇单乙醚替换为三氟乙醇。

[0061] 实施例 9

[0062] 在充满氩气的手套箱(水分 <<1ppm,氧气 <1ppm)中,取 10mL 的碳酸乙烯酯、碳酸二甲酯有机混合溶液,碳酸乙烯酯、碳酸二甲酯的体积比为 3:7,向有机混合溶液中加入六氟磷酸锂,使其摩尔浓度为 1mol/L,最后向混合溶液中缓慢加入电解液总质量的 10% 的聚二(三氟乙氧基)磷腈,搅拌均匀后得到锂离子电池电解液。

[0063] 实施例 10

[0064] 在充满氩气的手套箱(水分 <<1ppm,氧气 <1ppm)中,取 10mL 的碳酸乙烯酯、碳酸二甲酯有机混合溶液,碳酸乙烯酯、碳酸二甲酯的体积比为 3:7,向有机混合溶液中加入六氟磷酸锂,使其摩尔浓度为 1mol/L,最后向混合溶液中缓慢加入电解液总质量的 50% 的聚二(三氟乙氧基)磷腈,搅拌均匀后得到锂离子电池电解液。

[0065] 对比例 1

[0066] 在充满氩气的手套箱(水分 <<1ppm,氧气 <1ppm)中,取 10mL 的碳酸乙烯酯、碳酸二甲酯有机混合溶液,碳酸乙烯酯、碳酸二甲酯的体积比为 3:7,向有机混合溶液中加入六氟磷酸锂,使其摩尔浓度为 1mol/L,搅拌均匀后得到锂离子电池电解液。

[0067] 将上述实施例 2 ~ 10 制备的锂离子电池电解液及对比例 1 制备的锂离子电池电解液分别注入正极为钴酸锂,负极为石墨 MCMB,隔膜为 Celgard 聚丙烯隔膜的 18650 电池中,电池的额定容量为 1800mAh,对电池进行测试。在 3.0 ~ 4.4V 以 0.5C 倍率循环 300 周对电池进行充放电测试,测试结果见表 1。

[0068] 从表 1 高电压循环性能测试数据可知,采用添加剂聚磷腈化合物的电解液的电池高电压下的循环性能优于不含添加剂的对比例 1 的电池,同时,采用不同聚磷腈化合物的添加剂的非水电解液的实施例电池经浓度优化后,其循环 300 周后的容量保持率大于 75%,而不含添加剂的对比例 1 电池的容量保持率低于 50%。

[0069] 表 1 实施例和对比例循环测试结果

[0070]

组别	300 周室温循环容量保持率
实施例 2	65%
实施例 3	84%
实施例 4	56%
实施例 5	67%
实施例 6	81%
实施例 7	62%
实施例 8	71%
实施例 9	83%
实施例 10	55%
对比例 1	45%

[0071] 附图 1 为对比例 1 和实施例 2 的电解液制备的 $\text{LiCoO}_2/\text{MCMB}$ 电池在常温环境下 0.25C 倍率下 3.0 ~ 4.4V 充放电的循环性能图, 图中●曲线为实施例 2 采用的电解液制备的电池的循环性能曲线, □曲线为对比例 1 采用的电解液制备的电池的循环性能曲线, 由图可知, 本发明电解液制备的 $\text{LiCoO}_2/\text{MCMB}$ 电池常温高电压循环性能明显优于对比例 1。

[0072] 阻燃效果比较: 测试实施例 2 ~ 10 制备的锂离子电池电解液及对比例 1 制备的锂离子电池电解液的自熄时间。

[0073] 自熄时间 (SET) 的测试方法如下: 以玻璃棉为原料制成直径为 0.3 ~ 0.5cm 的玻璃棉球, 称重为 16mg, 然后将玻璃棉球放在待测电解液中充分浸泡, 取出再称重, 浸泡前后玻璃棉球的质量之差即为棉球所吸收电解液的质量, 将该棉球用气体点火装置将其点燃, 记录点火装置移开至火焰自动熄灭的时间, 每个样品重复测试 8 次取平均值, 该时间即为自熄时间, 以单位质量电解液的自熄时间为标准, 可以比较不同电解液的阻燃性能。电解液的阻燃性可以用阻燃率 F 来描述, $F=1-\text{SET}/\text{SET}_0$, SET_0 为未加添加剂的电解液的自熄时间, 定义 $0 < F < 1/3$ 时电解液可燃, $1/3 < F < 2/3$ 时电解液阻燃, $2/3 < F < 1$ 时电解液不燃。结果如表 2 所示, 可见本发明制备的电解液的阻燃性能好。

[0074] 表 2 实施例与对比例制备的电解液的阻燃性能数据表

[0075]

组别	自熄时间 SET/s	阻燃率 F
实施例 2	17.0	0.010
实施例 3	10.7	0.377

实施例 4	8.3	0.517
实施例 5	16.5	0.039
实施例 6	8.2	0.522
实施例 7	5.6	0.674
实施例 8	16.8	0.022
实施例 9	10.5	0.388
实施例 10	9.8	0.429
对比例 1	17.17	0

[0076] 以上实施例的说明只是用于帮助理解本发明的方法及其核心思想。应当指出,对于本技术领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明原理的前提下,还可以对本发明进行若干改进和修饰,这些改进和修饰也落入本发明权利要求的保护范围内。

[0077] 对所公开的实施例的上述说明,使本领域专业技术人员能够实现或使用本发明。对这些实施例的多种修改对本领域的专业技术人员来说将是显而易见的,本文中所定义的一般原理可以在不脱离本发明的精神或范围的情况下,在其它实施例中实现。因此,本发明将不会被限制于本文所示的这些实施例,而是要符合与本文所公开的原理和新颖特点相一致的最宽的范围。

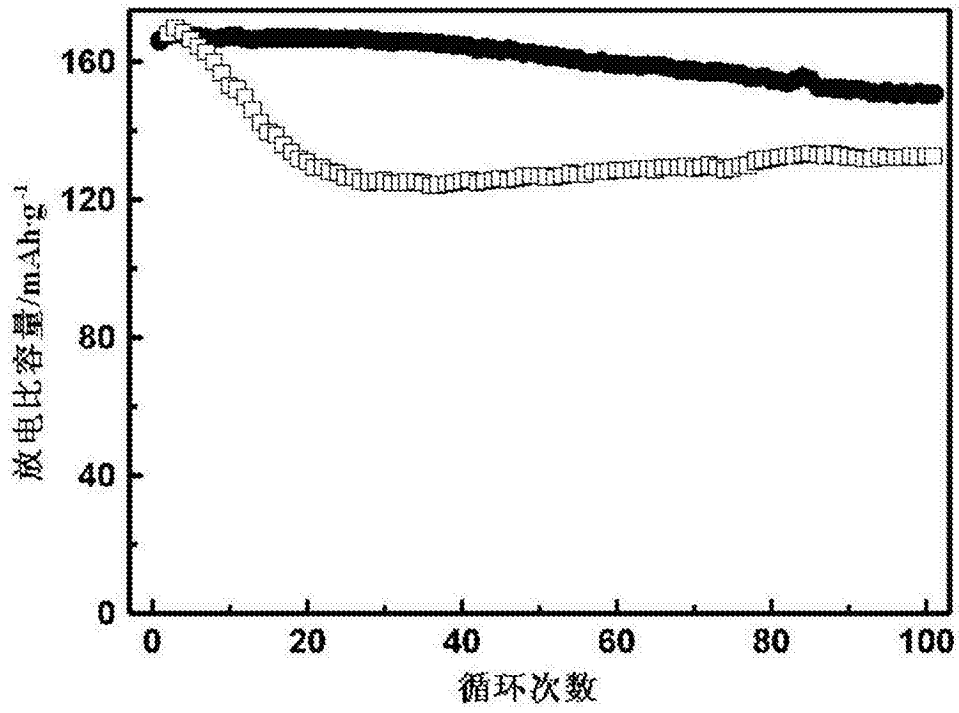


图 1