(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 105428720 A
(43)申请公布日 2016.03.23

(21)申请号 201511016645.5

(22)申请日 2015.12.29

(71)申请人 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 骆浩 夏永高 刘兆平

(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 10/0568(2010.01)
H01M 10/052(2010.01)
H01M 10/0525(2010.01)

权利要求书1页 说明书25页

(54)发明名称

一种非水电解液及其制备方法以及一种锂二次电池

(57)摘要

本发明提供了一种非水电解液，包括二氟磷酸盐和非水溶剂。本发明以二氟磷酸盐为电解质并结合使用非水溶剂，得到非水电解液，该非水电解质应用于锂二次电池中可以提高锂二次电池的循环保持率。结果表明，本发明提供的锂二次电池的初期克容量可高达256mAh.g^{-1}，本发明提供的锂二次电池的500次充放电的循环保持率可高达89%。

CN 105428720 A

Zhuhai CosMX Battery Co. - EX1005
Zhuhai CosMX Battery Co. v. Ningde Amperex Tech. Ltd.
IPR2026-00402 - Page 1 of 27

1.一种非水电解液，其特征在于，包括二氟磷酸盐和非水溶剂。

2.根据权利要求1所述的非水电解液，其特征在于，所述二氟磷酸盐的浓度为0.1mol·L^{-1}～5.0mol·L^{-1}。

3.根据权利要求1所述的非水电解液，其特征在于，所述非水溶剂选自链状醚类化合物、碳酸酯类化合物、乙腈、N,N-二甲基乙酰胺和二甲基亚砜中的一种或多种。

4.根据权利要求3所述的非水电解液，其特征在于，所述链状醚类化合物选自二甲醚类化合物；

所述碳酸酯类化合物选自链状碳酸酯和环状碳酸酯中的一种或多种，所述链状碳酸酯选自碳酸二甲酯、碳酸甲乙酯、碳酸二乙酯、碳酸甲丙酯和脂肪酸酯衍生物中的一种或多种，所述环状碳酸酯选自碳酸亚乙酯、碳酸亚丙酯和γ-丁内酯中的一种或多种。

5.根据权利要求1所述的非水电解液，其特征在于，还包括功能添加剂，所述功能添加剂选自腈类化合物和硫酸酯类化合物中的一种或多种。

6.根据权利要求5所述的非水电解液，其特征在于，所述腈类化合物选自丁二腈及其衍生物、戊二腈及其衍生物、己二腈及其衍生物、庚二腈及其衍生物、辛二腈及其衍生物、乙腈及其衍生物、丙烯腈及其衍生物和丙腈及其衍生物中的一种或多种；

所述硫酸酯类化合物选自亚硫酸乙烯酯及其衍生物、硫酸丙烯酯及其衍生物、硫酸亚乙酯及其衍生物和亚硫酸丙烯酯及其衍生物中的一种或多种。

7.根据权利要求1所述的非水电解液，其特征在于，还包括除二氟磷酸盐以外的含氟碱金属盐。

8.根据权利要求7所述的非水电解液，其特征在于，所述除二氟磷酸盐以外的含氟碱金属盐选自六氟磷酸锂、四氟硼酸锂、高氯酸锂、六氟砷酸锂、三氟甲基磺酸锂、六氟硅酸锂、双(三氟甲基磺酰)亚胺锂、双(氟磺酰)亚胺锂、二草酸硼酸锂和草酸二氟硼酸锂中的一种或多种。

9.根据权利要求7所述的非水电解液，其特征在于，所述除二氟磷酸盐以外的含氟碱金属盐的浓度为0mol·L^{-1}～1.0mol·L^{-1}。

10.一种锂二次电池，包括正极、负极、隔膜和电解液，其特征在于，所述电解液为权利要求1～9任意一项权利要求所述的非水电解液。

Zhuhai CosMX Battery Co. - EX1005
Zhuhai CosMX Battery Co. v. Ningde Amperex Tech. Ltd.
IPR2026-00402 - Page 2 of 27

一种非水电解液及其制备方法以及一种锂二次电池

技术领域

[0001] 本发明属于金属锂二次电池技术领域，具体涉及一种非水电解液及其制备方法以及一种锂二次电池。

背景技术

[0002] 伴随着近年来的电气制品的轻量化、小型化，进行了具有高能量密度的非水电解质二次电池、例如锂离子二次电池的开发。另外，随着该锂离子二次电池适用领域的扩大，研究人员希望可以进一步改善电池特性。

[0003] 为了改善这样的锂离子二次电池的负荷特性、循环特性、保存特性、低温特性等电池特性，对非水溶剂和电解质进行了各种研究。目前锂二次电池中的非水电解液大多以六氟磷酸锂为电解质，同时以碳酸酯类有机溶剂为非水溶剂制备非水电解液，但是，六氟磷酸锂不稳定，在电池使用过程中易分解，从而影响采用上述非水电解质制备的锂二次电池的循环保持率。

发明内容

[0004] 有鉴于此，本发明要解决的技术问题在于提供一种非水电解液及其制备方法以及一种锂二次电池，本发明提供的非水电解液具有良好的循环保持率。

[0005] 本发明提供了一种非水电解液，包括二氟磷酸盐和非水溶剂。

[0006] 优选的，所述二氟磷酸盐的浓度为0.1mol·L^{-1}～5.0mol·L^{-1}。

[0007] 优选的，所述非水溶剂选自链状醚类化合物、碳酸酯类化合物、乙腈、N,N-二甲基乙酰胺和二甲基亚砜中的一种或多种。

[0008] 优选的，所述链状醚类化合物选自二甲醚类化合物；

[0009] 所述碳酸酯类化合物选自链状碳酸酯和环状碳酸酯中的一种或多种，所述链状碳酸酯选自碳酸二甲酯、碳酸甲乙酯、碳酸二乙酯、碳酸甲丙酯和脂肪酸酯衍生物中的一种或多种，所述环状碳酸酯选自碳酸亚乙酯、碳酸亚丙酯和γ-丁内酯中的一种或多种。

[0010] 优选的，还包括功能添加剂，所述功能添加剂选自腈类化合物和硫酸酯类化合物中的一种或多种。

[0011] 优选的，所述腈类化合物选自丁二腈及其衍生物、戊二腈及其衍生物、己二腈及其衍生物、庚二腈及其衍生物、辛二腈及其衍生物、乙腈及其衍生物、丙烯腈及其衍生物和丙腈及其衍生物中的一种或多种；

[0012] 所述硫酸酯类化合物选自亚硫酸乙烯酯及其衍生物、硫酸丙烯酯及其衍生物、硫酸亚乙酯及其衍生物和亚硫酸丙烯酯及其衍生物中的一种或多种。

[0013] 优选的，还包括除二氟磷酸盐以外的含氟碱金属盐。

[0014] 优选的，所述除二氟磷酸盐以外的含氟碱金属盐选自六氟磷酸锂、四氟硼酸锂、高氯酸锂、六氟砷酸锂、三氟甲基磺酸锂、六氟硅酸锂、双(三氟甲基磺酰)亚胺锂、双(氟磺酰)亚胺锂、二草酸硼酸锂和草酸二氟硼酸锂中的一种或多种。

Zhuhai CosMX Battery Co. - EX1005
Zhuhai CosMX Battery Co. v. Ningde Amperex Tech. Ltd.
IPR2026-00402 - Page 3 of 27

[0015] 优选的，所述除二氟磷酸盐以外的含氟碱金属盐的浓度为0mol·L^{-1}～1.0mol·L^{-1}。

[0016] 本发明还提供了一种锂二次电池，包括正极、负极、隔膜和电解液，所述电解液为上述非水电解液。

[0017] 与现有技术相比，本发明提供了一种非水电解液，包括二氟磷酸盐和非水溶剂。本发明以二氟磷酸盐为电解质并结合使用非水溶剂，得到非水电解液，该非水电解质应用于锂二次电池中可以提高锂二次电池的循环保持率。

[0018] 结果表明，本发明提供的锂二次电池的初期克容量可高达256mAh.g^{-1}，本发明提供的锂二次电池的500次充放电的循环保持率可高达89％。

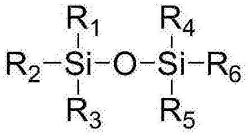
具体实施方式

[0019] 本发明提供了一种非水电解液，包括二氟磷酸盐和非水溶剂。

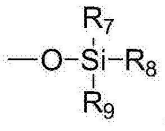
[0020] 本发明提供的非水电解液以二氟磷酸盐为电解质。本发明对所述二氟磷酸盐的来源并没有特殊限制，可以为一般市售，也可以自行制备。在本发明中，所述二氟磷酸盐优选按照如下方法进行制备：

[0021] A)将有机溶剂、氟化盐与具有式I结构的化合物混合搅拌，得到悬浮液；

[0022] B)向所述悬浮液中通入PF_5气体升温反应后，重结晶，得到二氟磷酸盐；

[0023] ，式I；

[0024] 式I中，R_1～R_6分别独立地选自H、C1～C50的烃基、C1～C50的取代烃基或具有式II结构的基团；或者，R_1～R_6中的任意二个或两个以上基团相互结合而形成环状结构；

[0025] ，式II；

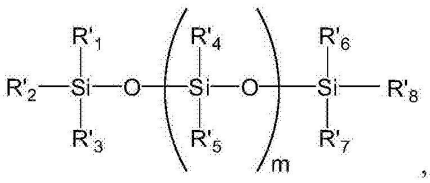
[0026] 式II中，R_7～R_9分别独立地选自H、C1～C50的烃基、C1～C50的取代烃基，或者R_7～R_9中的任意一个或多个基团进一步被具有式II结构的基团取代。

[0027] 本发明首先将有机溶剂、氟化盐与具有式I结构的化合物混合搅拌，得到悬浮液；

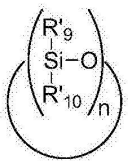
[0028] 具体的，将氟化盐溶解于有机溶剂中，得到混合溶液；

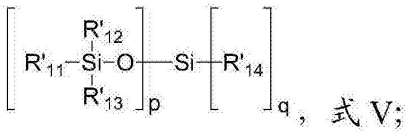
[0029] 将混合溶液与具有式I结构的化合物混合搅拌，得到悬浮液。

[0030] 优选的，所述具有式I结构的化合物选自具有式III、式IV或式V结构的化合物；

[0031] ，式III；

Zhuhai CosMX Battery Co. - EX1005
Zhuhai CosMX Battery Co. v. Ningde Amperex Tech. Ltd.
IPR2026-00402 - Page 4 of 27

[0032] ，式IV；

，式V；

[0033] 其中，R'_1～R'_{14}分别独立地选自H、C1～C50的烃基、C1～C50的取代烃基；m≥0；n≥3；q≥1，p≥2，且p+q＝4。

[0034] 更有选的，所述R'_1～R'_{14}分别独立地选自H、C1～C25的烷基、C1～C25的取代烷基、C1～C25的烯烃基、C1～C25的取代烯烃基、C1～C25的炔烃基、C1～C25的取代炔烃基、苯基、取代苯基；m为0～5的整数；n为3～10的整数；q≥1，p≥2，且p+q＝4。

[0035] 最优选的，所述具有式I结构的化合物选自六甲基二硅氧烷、八甲基三硅氧烷、十甲基四硅氧烷、六甲基环三硅氧烷、八苯基环四硅氧烷或三氟丙基甲基环三硅氧烷。

[0036] 在本发明中，所述具有式I结构的化合物中的-Si-O-Si-与所述氟化盐的摩尔比＞2，优选为2～5。

[0037] 所述氟化盐优选为周期表中第I主族、第II主族和第V主族中的金属的盐和季鏻盐中的一种或多种，更优选为氟化锂、氟化钠、氟化钾、氟化铵或氟化钙。

[0038] 所述氟化盐的物质的量与所述非水溶剂的体积比≥2mol·L^{-1}，优选为2～4.5mol·L^{-1}，更优选为3～4mol·L^{-1}，最优选为4mol·L^{-1}。

[0039] 所述有机溶剂选自丙酮、乙二醇二甲醚、二乙二醇二甲醚、三乙二醇二甲醚和丙二醇二甲醚中的一种或多种。

[0040] 得到悬浮液后，向所述悬浮液中通入PF_5气体升温反应后，重结晶，得到二氟磷酸盐。

[0041] 在本发明中，所述向悬浮液中通入PF_5气体的温度为0～25℃，优选为10℃。通入PF_5气体结束后，进行升温反应，其中，所述升温反应进行的温度为40～80℃，优选为60℃，所述升温反应的时间为6～15h，优选为12h。

[0042] 在本发明中，所述二氟磷酸盐优选为二氟磷酸锂、二氟磷酸钠、二氟磷酸二氟磷酸钾、二氟磷酸铵或二氟磷酸钙。

[0043] 在所述非水电解液中，所述二氟磷酸盐的浓度优选为0.1mol·L^{-1}～5.0mol·L^{-1}，更优选为0.8mol·L^{-1}～3.0mol·L^{-1}，特别优选为1.0mol·L^{-1}～2.0mol·L^{-1}。在本发明的一些实施例中，所述二氟磷酸盐的浓度为0.5mol·L^{-1}，在本发明的另一些实施例中，所述二氟磷酸盐的浓度为0.7mol·L^{-1}，在本发明的另一些实施例中，所述二氟磷酸盐的浓度为0.8mol·L^{-1}，在本发明的另一些实施例中，所述二氟磷酸盐的浓度为0.9mol·L^{-1}，在本发明的另一些实施例中，所述二氟磷酸盐的浓度为1.0mol·L^{-1}，在本发明的另一些实施例中，所述二氟磷酸盐的浓度为1.5mol·L^{-1}，在本发明的另一些实施例中，所述二氟磷酸盐的浓度为2.0mol·L^{-1}，在本发明的另一些实施例中，所述二氟磷酸盐的浓度为2.5mol·L^{-1}。

[0044] 在本发明中，所述非水溶剂选自链状醚类化合物、碳酸酯类化合物、乙腈、N,N-二

Zhuhai CosMX Battery Co. - EX1005
Zhuhai CosMX Battery Co. v. Ningde Amperex Tech. Ltd.
IPR2026-00402 - Page 5 of 27

甲基乙酰胺和二甲基亚砜中的一种或多种。

[0045] 优选的，所述非水溶剂选自链状醚类化合物，优选为二甲醚类化合物，更优选为二甲醚、乙二醇二甲醚、二乙二醇二甲醚、三乙二醇二甲醚和丙二醇二甲醚一种或多种。本发明以链状醚类化合物为非水溶剂可以降低电解液的粘度。

[0046] 优选的，所述非水溶剂还包括链状碳酸酯、环状碳酸酯、乙腈(AN)、N,N-二甲基乙酰胺(DMF)，二甲基亚砜(DMSO)以及上述化合物的衍生物中的一种或多种。其中，所述链状碳酸酯优选为碳酸二甲酯(DMC)、碳酸甲乙酯(EMC)、碳酸二乙酯(DEC)、碳酸甲丙酯(MPC)和脂肪酸酯衍生物中的一种或多种，所述环状碳酸酯优选为碳酸亚乙酯(EC)、碳酸亚丙酯(PC)和γ-丁内酯(γ-BL)中的一种或多种。在本发明中，所述链状碳酸酯可进一步降低电解液的粘度，提高电解质的溶解度，改善电池的低温负载等低温特性。所述环状碳酸酯可以提高锂二次电池的寿命。

[0047] 在本发明中，所述链状醚类化合物和链状碳酸酯为低粘度有机溶剂，所述环状碳酸酯、乙腈(AN)、N,N-二甲基乙酰胺(DMF)，二甲基亚砜(DMSO)以及上述化合物的衍生物为高介电常数溶剂。其中，本发明中高介电常数溶剂和低粘度的有机溶剂的混合比例，以体积比来表示，优选为0:100～100:0，更优选为10:90～80:20，特别优选为15:85～50:50。通过这样优化比率，可有效抑制非水电解液的粘度上升，进一步提高电解质的离解度，从而可提高锂离子电池电解液在充放电时的传导率。

[0048] 在本发明中，所述非水溶剂优选为DME、DDME、TDME、PC、EC、AN、DMSO和EMC中的一种或多种。

[0049] 在本发明中，所述非水电解液还包括除二氟磷酸盐以外的含氟碱金属盐，所述除二氟磷酸盐以外的含氟碱金属盐优选为含氟锂盐，更优选为六氟磷酸锂($LiPF_6$)、四氟硼酸锂($LiBF_4$)、高氯酸锂($LiClO_4$)、六氟砷酸锂($LiAsF_6$)、三氟甲基磺酸锂($LiCF_3SO_3$)、六氟硅酸锂(Li_2SiF_6)、双(三氟甲基磺酰)亚胺锂(LiTFSI)、双(氟磺酰)亚胺锂(LiFSI)、二草酸硼酸锂(LiBOB)、草酸二氟硼酸锂(LiODFB)中的一种或多种，最优选为$LiPF_6$、LiTFSI、LiFSI、LiBOB或LiODFB。

[0050] 所述除二氟磷酸盐以外的含氟碱金属盐的浓度优选为0mol·L^{-1}～1.0mol·L^{-1}，更优选为0.1mol·L^{-1}～0.5mol·L^{-1}。

[0051] 优选的，本发明提供的非水电解液还包括功能添加剂，所述功能添加剂选自腈类化合物和硫酸酯类化合物中的一种或多种；所述腈类化合物优选为丁二腈(BDN)及其衍生物、戊二腈(PDN)及其衍生物、己二腈(HDN)及其衍生物、庚二腈(PLN)及其衍生物、辛二腈(SN)及其衍生物、乙腈(AN)及其衍生物、丙烯腈(ACN)及其衍生物和丙腈(ECN)及其衍生物中的一种或多种；

[0052] 所述硫酸酯类化合物选自亚硫酸乙烯酯(ES)及其衍生物、硫酸丙烯酯(TS)及其衍生物、硫酸亚乙酯(DTD)及其衍生物和亚硫酸丙烯酯(PS)及其衍生物中的一种或多种。

[0053] 更有选的，所述功能添加剂选自BDN、PDN、SN、AN、CAN、γ-BL、PS和ES中的一种或多种。

[0054] 在所述非水电解液中，所述功能添加剂的添加量优选为0wt%～10wt%，优选为1wt%～5wt%。

[0055] 本发明还提供一种上述非水电解液的制备方法，包括以下步骤：

Zhuhai CosMX Battery Co. - EX1005
Zhuhai CosMX Battery Co. v. Ningde Amperex Tech. Ltd.
IPR2026-00402 - Page 6 of 27

[0056] 将二氟磷酸盐和非水溶剂混合，得到非水电解液。

[0057] 在本发明中，所述混合优选在密闭条件下，氮气或惰性气体的气氛中进行。所述惰性气体优选为氩气或氦气。

[0058] 在本发明中，所述非水电解液的制备方法包括以下步骤：

[0059] 将二氟磷酸盐、除二氟磷酸盐以外的含氟碱金属盐和非水溶剂混合，得到非水电解液。

[0060] 在本发明中，所述混合优选在密闭条件下，氮气或惰性气体的气氛中进行。所述惰性气体优选为氩气或氦气。

[0061] 在本发明中，所述非水电解液的制备方法还可以按照以下步骤进行：

[0062] 将二氟磷酸盐、功能添加剂、除二氟磷酸盐以外的含氟碱金属盐和非水溶剂混合，得到非水电解液。

[0063] 在本发明中，所述混合优选在密闭条件下，氮气或惰性气体的气氛中进行。所述惰性气体优选为氩气或氦气。

[0064] 在本发明中，所述非水电解液的制备方法还可以按照以下步骤进行：

[0065] 将二氟磷酸盐、功能添加剂和非水溶剂混合，得到非水电解液。

[0066] 在本发明中，所述混合优选在密闭条件下，氮气或惰性气体的气氛中进行。所述惰性气体优选为氩气或氦气。

[0067] 本发明还提供了一种锂二次电池，包括正极、负极、隔膜和电解液，其中，所述电解液为上述非水电解液。

[0068] 在本发明中，所述正极、负极和隔膜的种类并没有特殊限制，本领域技术人员公知的锂二次电池所用的正极、负极和隔膜的种类即可。

[0069] 本发明所述的正极优选按照如下方法进行制备：

[0070] 将正极活性材料、导电剂、粘合剂和溶剂混合以制备正极活性材料组合物；

[0071] 将正极材料组合物直接涂覆在Al集电体上并干燥以制备正极板。

[0072] 在本发明中，所述正极活性材料可为本领域中通常使用的任何含锂过渡金属金属氧化物、过渡金属氧化物或过渡金属硫化物，优选为$LiCoO_2$、$LiMn_xO_{2x}$($x=1$、2)、$LiNi_{1-x}Mn_xO_2$($0\leq x<1$)、$LiNi_xCo_{1-x}O_2$($0<x<1$)、$LiFePO_4$、MoS_2、SnS_2、MoO_3或V_2O_5，更优选为含锂过渡金属金属氧化物。

[0073] 本发明所述的负极优选按照如下方法进行制备：

[0074] 将负极活性材料、导电剂、粘合剂和溶剂混合以制备正极活性材料组合物；

[0075] 将负极材料组合物直接涂覆在Cu集电体上并干燥以制备负极板。

[0076] 所述负极活性材料可为金属锂、锂合金、可掺杂和脱掺杂锂离子的钛酸锂材料、可掺杂和脱掺杂锂离子的碳材料、可掺杂和脱掺杂锂离子的氧化锡、氧化铌、氧化钒、氧化钛；或可掺杂和脱掺杂锂离子的硅。

[0077] 在上述负极活性材料中，优选为可掺杂和脱掺杂锂离子的碳材料。所述碳材料优选为石墨或非晶碳，更优选为活性碳、碳纤维、碳黑或天然石墨。

[0078] 在本发明中，所述正极活性材料或负极活性材料所述的导电剂优选为碳黑；所述正极活性材料或负极活性材料所述的粘合剂可选自偏二氟乙烯/六氟丙烯共聚物、聚偏二氟乙烯(PVDF)、聚丙烯腈、聚甲基丙烯酸甲酯、聚四氟乙烯及其混合物、或基于丁苯橡胶的

Zhuhai CosMX Battery Co. - EX1005
Zhuhai CosMX Battery Co. v. Ningde Amperex Tech. Ltd.
IPR2026-00402 - Page 7 of 27

聚合物;所述正极活性材料或负极活性材料所述的溶剂可选N-甲基吡咯烷酮(NMP)、丙酮、水等。

[0079] 在本发明中,所述正极活性材料、负极活性材料、导电剂、粘合剂和溶剂的量可采用制备锂离子电池的常用量。

[0080] 在本发明中,所述隔膜需要对电解质的离子的移动具有低阻抗和对电解液具有良好吸收能力和浸润性。所述隔膜优选为玻璃纤维、聚酯、聚乙烯、聚四氟乙烯及其组合的无纺物或纺织物。更优选为聚乙烯或聚丙烯卷绕的多孔性隔膜。

[0081] 本发明对所述锂二次电池的形状并没有特殊限制,可以为圆筒形、硬币型或方形。在本发明中,所述电池的形状与基本结构无关,可根据目的而实施设计变更。

[0082] 本发明以二氟磷酸盐为电解质并结合使用非水溶剂,得到非水电解液,该非水电解质应用于锂二次电池中可以提高锂二次电池的循环保持率。

[0083] 结果表明,本发明提供的锂二次电池的初期克容量可高达256mAh.g^{-1},本发明提供的锂二次电池的500次充放电的循环保持率可高达89%。

[0084] 为了进一步理解本发明,下面结合实施例对本发明提供的非水电解液及其制备方法以及锂二次电池进行说明,本发明的保护范围不受以下实施例的限制。

[0085] 实施例1～22

[0086] 对实施例1-22进行具体说明,其具体实验操作步骤为:将氟化盐、具有式I结构的化合物和非水溶剂加入到干燥的惰性气体保护的封闭容器内,并混合搅拌成悬浮液,再降温至低温(10℃),并在此温度下通入一定量的PF_5气体,然后升温至60℃反应12h,反应结束后降温至室温,过滤除去未反应完的氟化盐及其它不溶性杂质,然后旋转蒸发除去溶剂,再通过重结晶制得高纯度的二氟磷酸盐,过滤除去重结晶溶剂(丙酮:无水乙醚=1:4,v/v),将得到的晶体在80℃减压干燥6小时,称量得到的白色粉末,计算产率。结果见表1为实施例1～22的反应条件和结果。

[0087] 作为实施例1～22,每个实施例均按照下述表1记载的实验条件的组合进行反应,进行二氟磷酸盐的制备。此外,进行关于各实施例的评价,其结果也一并示于表1中。

[0088] 用离子色谱法对减压干燥得到的固体进行分析,确认了主要生成物为二氟磷酸盐,并求出其纯度,结果见表1。

[0089] 将二氟磷酸盐溶于去离子水中,浓度为1mmol/L,然后依照EPA300.1的检测标准进行离子色谱检测分析。在离子色谱法中,作为色谱柱,使用DIONEX公司的ICS-3000。

[0090] 采用气相色谱法对反应体系中具有式I结构的化合物中的浓度进行监测以判断反应终点。在气相色谱法中,作为色谱柱,使用GL Science公司的TC-1(内径0.32mm×30m×膜厚0.25μm),以每分钟5℃的升温速度从40℃开始升温,进行测定。

[0091] 通过酸碱滴定法求出反应体系中质子酸(六氟磷酸锂)的浓度,假定该质子酸全部是HF,将由上述F^-阴离子浓度减去上述质子酸的浓度而得到的剩余浓度作为F^-阴离子浓度。利用离子色谱法、酸碱滴定法对反应液进行分析,进行F^-阴离子浓度的分析。可以信赖的定量值的下限为1.0×10^{-2}mol·kg^{-1}。

[0092] 利用^{31}P-NMR和^{19}F-NMR对实施例8制备得到的二氟磷酸盐进行分析,NMR是以氘代DMSO为溶剂,以TMS为基准进行。结果如下:

[0093] ^{19}F-NMR(400MHz;氘代丙酮溶液):

Zhuhai CosMX Battery Co. - EX1005
Zhuhai CosMX Battery Co. v. Ningde Amperex Tech. Ltd.
IPR2026-00402 - Page 8 of 27

[0094] -84.54ppm(双峰,分别为-83.33ppm和-85.75ppm,耦合常数为968Hz);

[0095] ^{31}P-NMR(202.61MHz;氘代丙酮溶液):

[0096] -18.00ppm(三峰,分别为-12.30ppm,-18.00ppm和-23.71ppm;耦合常数为1155Hz)。

[0097] 此外,通过上述NMR和上述气相色谱法确认了如下结果:由于不存在被断定为来自于理论生成的副产物以及这些副产物以外的生成物的峰,因此未检测出杂质。

[0098] 表1 实施例1～22的反应条件和结果

[0099]

	氟化盐		溶剂		具有式I结构的化合物		五氟化磷/mol	反应温度/℃	反应时间/h	二氟磷酸盐		
	种类	加入量g/mol	种类	加入量ml	种类	加入量g/mol				生成物	产率/%	纯度/%

[0100]

Zhuhai CosMX Battery Co. - EX1005
Zhuhai CosMX Battery Co. v. Ningde Amperex Tech. Ltd.
IPR2026-00402 - Page 9 of 27

实施例1	氟化锂	25.9/1	乙二醇二甲醚	400	六甲基二硅氧烷	357.3/2.2	1.1	60	12	二氟磷酸锂	92.8	99.5
实施例2	氟化锂	25.9/1	二乙二醇二甲醚	400	六甲基二硅氧烷	357.3/2.2	1.1	60	12	二氟磷酸锂	93.1	99.1
实施例3	氟化锂	25.9/1	三乙二醇二甲醚	400	六甲基二硅氧烷	357.3/2.2	1.1	60	12	二氟磷酸锂	90.5	99.4
实施例4	氟化锂	25.9/1	丙酮	400	六甲基二硅氧烷	357.3/2.2	1.1	60	12	二氟磷酸锂	88.5	98.9
实施例5	氟化锂	25.9/1	丙二醇二甲醚	400	六甲基二硅氧烷	357.3/2.2	1.1	60	12	二氟磷酸锂	91.7	99.0
实施例6	氟化锂	25.9/1	乙二醇二甲醚	400	八甲基三硅氧烷	260.2/1.1	1.1	60	12	二氟磷酸锂	93.5	99.5
实施例7	氟化锂	25.9/1	乙二醇二甲醚	400	十甲基四硅氧烷	227.8/0.73	1.1	60	12	二氟磷酸锂	90.8	99.4
实施例8	氟化锂	25.9/1	乙二醇二甲醚	400	八甲基环四硅氧烷	163.1/0.55	1.1	60	12	二氟磷酸锂	93.7	99.8
实施例9	氟化锂	25.9/1	乙二醇二甲醚	400	六甲基环三硅氧烷	244.7/1.1	1.1	60	12	二氟磷酸锂	91.9	99.6
实施例10	氟化锂	25.9/1	乙二醇二甲醚	400	八苯基环四硅氧烷	436.2/0.55	1.1	60	12	二氟磷酸锂	89.1	99.1
实施例11	氟化锂	25.9/1	乙二醇二甲醚	400	六苯基环三硅氧烷	654.3/1.1	1.1	60	12	二氟磷酸锂	89.5	99.0
实	氟	25.9/1	乙二	400	三氟丙基甲	515.4/1.1	1.1	60	12	二氟	90.3	99.3

[0101]

Zhuhai CosMX Battery Co. - EX1005
Zhuhai CosMX Battery Co. v. Ningde Amperex Tech. Ltd.
IPR2026-00402 - Page 10 of 27

施例12	化锂		醇二甲醚		基环三硅氧烷					磷酸锂		
实施例13	氟化钠	42.0/1	乙二醇二甲醚	400	六甲基二硅氧烷	357.3/2.2	1.1	60	12	二氟磷酸钠	94.5	99.7
实施例14	氟化钾	58.1/1	乙二醇二甲醚	400	六甲基二硅氧烷	357.3/2.2	1.1	60	12	二氟磷酸钾	95.1	99.8
实施例15	氟化铵	37.1/1	乙二醇二甲醚	400	六甲基二硅氧烷	357.3/2.2	1.1	60	12	二氟磷酸铵	94.1	97.8
实施例16	氟化钠	42.0/1	乙二醇二甲醚	400	八甲基环四硅氧烷	163.1/0.55	1.1	60	12	二氟磷酸钠	95.3	99.8
实施例17	氟化钾	58.1/1	乙二醇二甲醚	400	八甲基环四硅氧烷	163.1/0.55	1.1	60	12	二氟磷酸钾	96.1	99.9
实施例18	氟化铵	37.1/1	乙二醇二甲醚	400	八甲基环四硅氧烷	163.1/0.55	1.1	60	12	二氟磷酸铵	93.9	97.9
实施例19	氟化钾	58.1/1	乙二醇二甲醚	400	八苯基环四硅氧烷	436.2/0.55	1.1	60	12	二氟磷酸钾	91.5	98.8
实施例20	氟化钾	58.1/1	乙二醇二甲醚	400	三氟丙基甲基环三硅氧烷	515.4/1.1	1.1	60	12	二氟磷酸钾	92.1	99.6
实施例21	氟化钙	78.1/1	乙二醇二甲醚	400	六甲基二硅氧烷	357.3/2.2	1.1	60	12	二氟磷酸钙	85.0	98.2
实施例22	氟化钙	78.1/1	乙二醇二甲醚	400	八甲基环四硅氧烷	163.1/0.55	1.1	60	12	二氟磷酸钙	86.0	97.7

[0102] 由上述表1所示结果可知，在使用本发明的二氟磷酸盐的制备方法的实施例1～22中，可以通过在温和条件下进行比较短时间的反应，用氟化盐、特定结构化合物和五氟化磷为原料，以非常高的回收率得到高纯度的二氟磷酸盐。

Zhuhai CosMX Battery Co. - EX1005
Zhuhai CosMX Battery Co. v. Ningde Amperex Tech. Ltd.
IPR2026-00402 - Page 11 of 27

[0103] 实施例23～204以及比较例1～7

[0104] 电解液的制备

[0105] 在标称1L(实际容积1.3L)的SUS316L制密闭容器的盖子上安装阀、温度计、压力计和安全阀，作为反应装置。将该反应装置充分干燥后，放入到充满非活性气体(氮气、氩气、氦气等)的手套箱中，向反应槽装置中加入二氟磷酸盐、非水溶剂和功能添加剂，再放入用于磁力搅拌器的搅拌子，在该状态下盖上盖子并密闭，将锂盐溶解。表2所记载的是所配制的电解液配方。

[0106] 表2 含二氟磷酸盐非水电解液配方

[0107]

	二氟磷酸盐		其它碱金属盐		非水溶剂		其它添加剂	
	种类	浓度/mol	种类	浓度/mol	种类	比例v/v	种类	含量/%
电解液1	Li	1	-	-	DME	1	-	-
电解液2	Li	1	-	-	DDME	1	-	-
电解液3	Li	1	-	-	TDME	1	-	-
电解液4	Li	1	-	-	DME:DDME	1:1	-	-
电解液5	Li	1	-	-	DME:DDME:TDME	1:1:1	-	-
电解液6	Li	1.5	-	-	DME:DDME	1:1	-	-
电解液7	Li	2.0	-	-	DME:DDME	1:1	-	-
电解液8	Li	2.5	-	-	DME:DDME	1:1	-	-
电解液9	Li	1	-	-	DME:PC	9:1	-	-
电解液10	Li	0.9	$LiPF_6$	0.1	DME:PC	9:1	-	-
电解液11	Li	0.8	$LiPF_6$	0.2	DME:PC	9:1	-	-
电解液12	Li	0.7	$LiPF_6$	0.3	DME:PC	9:1	-	-

[0108]

Zhuhai CosMX Battery Co. - EX1005
Zhuhai CosMX Battery Co. v. Ningde Amperex Tech. Ltd.
IPR2026-00402 - Page 12 of 27

电解液14	Li	0.9	LiFSI	0.1	DME:PC	9:1	-	-
电解液15	Li	1	-	-	DME:EC	2:1	-	-
电解液16	Li	1	-	-	DME:EC	1:1	-	-
电解液17	Li	0.9	LiFSI	0.1	DME:EC	9:1	-	-
电解液18	Li	0.9	LiFSI	0.1	DME:EC	4:1	-	-
电解液19	Li	0.9	LiFSI	0.1	DME:EC	2:1	-	-
电解液20	Li	0.9	LiFSI	0.1	DME:EC	1:1	-	-
电解液21	Li	1	-	-	DME:AN	2:1	-	-
电解液22	Li	1.5	-	-	DME:AN	2:1	-	-
电解液23	Li	2.5	-	-	DME:AN	2:1	-	-
电解液24	Li	1	-	-	DME:DMSO	4:1	-	-
电解液25	Li	1.5	-	-	DME:DMSO	4:1	-	-
电解液26	Li	2.5	-	-	DME:DMSO	4:1	-	-

[0109] 续表2 含二氟磷酸盐非水电解液配方

[0110]

Zhuhai CosMX Battery Co. - EX1005
Zhuhai CosMX Battery Co. v. Ningde Amperex Tech. Ltd.
IPR2026-00402 - Page 13 of 27

	二氟磷酸盐		其它碱金属盐		非水溶剂		其它添加剂	
	种类	浓度/mol	种类	浓度/mol	种类	比例 v/v	种类	含量/%
电解液 27	Li	0.9	$LiPF_6$	0.1	DME:AN	2:1	-	-
电解液 28	Li	0.9	LiTFSI	0.1	DME:AN	2:1	-	-
电解液 29	Li	0.9	LiFSI	0.1	DME:AN	2:1	-	-

[0111]

Zhuhai CosMX Battery Co. - EX1005
Zhuhai CosMX Battery Co. v. Ningde Amperex Tech. Ltd.
IPR2026-00402 - Page 14 of 27

电解液 30	Li	0.9	LiBOB	0.1	DME:AN	2:1	-	-
电解液 31	Li	0.5	$LiPF_6$	0.5	DME:DDME:TDME	1:1:1	-	-
电解液 32	Li	0.9	$LiPF_6$	0.1	DME:DDME	1:1	-	-
电解液 33	Li	0.9	LiBOB	0.1	DME:DDME	1:1	-	-
电解液 34	Li	0.9	LiODFB	0.1	DME:DDME	1:1	-	-
电解液 35	Li	1	-	-	DME:DDME	1:1	BDN	5
电解液 36	Li	1	-	-	DME:DDME	1:1	PDN	5
电解液 37	Li	1	-	-	DME:DDME	1:1	SN	5
电解液 38	Li	1	-	-	DME:DDME	1:1	AN	2
电解液 39	Li	1	-	-	DME:DDME	1:1	ACN	1
电解液 40	Li	1	-	-	DME:DDME	1:1	-BL	2
电解液 41	Li	1	-	-	DME:DDME	1:1	PS	1
电解液 42	Li	1	-	-	DME:DDME	1:1	ES	1
电解液 43	Na	1	$LiPF_6$	0.1	DME:DDME	1:1	-	-
电解液 44	K	1	$LiPF_6$	0.1	DME:DDME	1:1	-	-
电解液 45	Ca	1	$LiPF_6$	0.1	DME:DDME	1:1	-	-
电解液 A	-	-	$LiPF_6$	1	EC:EMC:DMC	1:1:1	-	-
电解液 B	-	-	$LiPF_6$	1.2	EC:DMC	3:7	-	-
电解	-	-	$LiPF_6$	1	EC:DMC	3:7	-	-

[0112]

Zhuhai CosMX Battery Co. - EX1005
Zhuhai CosMX Battery Co. v. Ningde Amperex Tech. Ltd.
IPR2026-00402 - Page 15 of 27

液C								
电解液D	-	-	$LiPF_6$	1	EC:EMC	3:7	-	-
电解液E	-	-	$LiPF_6$	1.2	EC:EMC	3:7	-	-

[0113] 二次电池的制作与组装

[0114] 二次电池1的制作与组装

[0115] 正极1的制作：在N-甲基吡咯烷酮溶剂中混合90％的作为正极活性物质的钴酸锂($LiCoO_2$)、5％的作为导电材料的乙炔黑和5％作为粘合剂的聚偏氟乙烯(PVdF)，并制成浆料。将得到的浆料涂布在厚度15μm的铝箔两面，并干燥，用压制机压延成厚度为80μm，再将其切成具有宽100mm、长100mm大小的活性物质层和宽30mm的未涂布部分的形状，作为正极。

[0116] 负极1的制作：在98份重量人造石墨粉末KS-44中添加100份重量作为增稠剂的羧甲基纤维素钠的水性分散液(羧甲基纤维素钠的浓度为1％)、2份重量作为粘合剂的苯乙烯-丁二烯橡胶的水性分散液(苯乙烯-丁二烯橡胶的浓度为50％)，用分散器进行混合，制成浆料。将得到的浆料涂布在厚度10μm的铜箔两面，并干燥，用压制机压延成厚度为75μm，再将其切成具有宽104mm、长104mm大小的活性物质层和宽30mm的未涂布部分的形状，作为负极。

[0117] 二次电池1的组装：将正极和负极与聚乙烯制的隔板一起重叠卷绕以使正极与负极不直接接触，制成电极体。使正极和负极的端子露出外部地装在电池罐中。然后，向其中注入5mL后述的电解液后，进行铆接成型，制备18650型圆筒电池，将其作为二次电池1。

[0118] 二次电池2的制作与组装

[0119] 除了使用镍锰钴酸锂($LiNi_{1/3}Mn_{1/3}Co_{1/3}O_2$)来代替钴酸锂作为正极活性物质，并将充电电压设定为4.30V以外，与二次电池1同样地制作电池，将其作为二次电池2。

[0120] 二次电池3的制作与组装

[0121] 除了使用铁磷酸锂($LiFePO_4$)来代替钴酸锂作为正极活性物质，并将充电电压设定为4.20V以外，与二次电池1同样地制作电池，将其作为二次电池3。

[0122] 二次电池4的制作与组装

[0123] 使用作为非碳材料的73.2份重量硅和8.1份重量的铜、以及12.2份重量人造石墨粉末(timcal公司制备的商品名“KS-6”)作为负极活性物质，在其中添加含有12份重量的聚偏氟乙烯(poly(vinylidene fluoride)：下面简称为“PVDF”)的N-甲基吡咯烷酮溶液54.2份重量、以及N-甲基吡咯烷酮50份重量，用分散器进行混合，制成浆料。将得到的浆料均匀地涂布在作为负极集电体的厚度18μm的铜箔上，自然干燥后，最终在85℃下减压干燥24小时。然后加压使得电极密度为1.5g·cm^{-3}左右，冲压成直径为12.5mm的圆盘状，制成负极(硅合金负极)，除此之外，与二次电池1同样地制作电池，将其作为二次电池4。

[0124] 二次电池5的制作与组装

[0125] 在N-甲基吡咯烷酮溶剂中混合90份重量负极活性物质($Li_{4/3}Ti_{5/3}O_4$)、5％的作为导电材料的乙炔黑和5％作为粘合剂的聚偏氟乙烯(PVDF)，制成浆料。将得到的浆料涂布在厚度10μm的压延铜箔的一面上，并干燥，用压制机压延成厚度为90μm，再将其切成具有宽

Zhuhai CosMX Battery Co. - EX1005
Zhuhai CosMX Battery Co. v. Ningde Amperex Tech. Ltd.
IPR2026-00402 - Page 16 of 27

104mm、长104mm大小的活性物质层和宽30mm的未涂布部分的形状，作为负极，除此之外，与二次电池1同样地制作电池，将其作为二次电池5。

[0126] 二次电池6的制作与组装

[0127] 除了使用镍锰钴酸锂($Li_{1.2}Ni_{1/6}Mn_{1/6}Co_{4/6}O_2$)来代替钴酸锂作为正极活性物质，并将充电电压设定为4.8V。除此之外，与二次电池1同样地制作电池，将其作为二次电池6。

[0128] 二次电池7的制作与组装

[0129] 除了使用镍锰钴酸锂($Li_{1.2}Ni_{1/6}Mn_{1/6}Co_{4/6}O_2$)来代替钴酸锂作为正极活性物质，并将充电电压设定为3.45V。除此之外，与二次电池5同样地制作电池，将其作为二次电池7。

[0130] 实施例23～204以及比较例1～7

[0131] 作为实施例23～204以及比较例1～7，对每个实施例/比较例都按照表2、表3所示的实验条件(电解液和二次电池的种类)的组合进行实验，并对下面所述的评价项进行评价。其结果也示于表3中。

[0132] 二次电池的评价

[0133] 二次电池的评价是对每个电池在下面的条件下进行评价。

[0134] 二次电池1的评价

[0135] 循环保持率

[0136] 初期充放电：在25℃下用0.2C的恒定电流恒定电压充电法充电至4.3V后，以0.2C的恒定电流放电至3.0V。将其进行5个循环使电池稳定。将此时的第5个循环的放电容量作为初期容量。而且，将1小时放电额定容量的电流值作为1C。

[0137] 循环试验：对实施了初期充放电的电池，在60℃下进行500个如下的循环：以1C的恒定电流恒定电压充电至4.3V后，再以1C的恒定电流放电至3.0V的充放电。将此时的第500个循环放电容量相对于第1个循环放电容量的比例作为循环保持率。

[0138] 二次电池2的评价

[0139] 对二次电池1的评价中相同的项目同样地进行评价。

[0140] 二次电池3的评价

[0141] 除了将各试验中的充电电压由4.3V变为4.2V，并将放电电压由3.0V变为2.5V以外，对二次电池1的评价中相同的项目同样地进行评价。

[0142] 二次电池4的评价

[0143] 除了将各试验中的放电电压由3.0V变为2.5V以外，对二次电池1的评价中相同的项目同样地进行评价。

[0144] 二次电池5的评价

[0145] 除了将各试验中的充电电压由4.3V变为2.7V，并将放电电压由3.0V变为1.9V以外，对二次电池1的评价中相同的项目同样地进行评价。

[0146] 二次电池6的评价

[0147] 除了将各试验中的充电电压由4.3V变为4.8V，并将放电电压由3.0V变为1V以外，对二次电池1的评价中相同的项目同样地进行评价。

[0148] 二次电池7的评价

[0149] 除了将各试验中的充电电压由4.3V变为3.45V，并将放电电压由3.0V变为0.5V以外，对二次电池1的评价中相同的项目同样地进行评价。

Zhuhai CosMX Battery Co. - EX1005
Zhuhai CosMX Battery Co. v. Ningde Amperex Tech. Ltd.
IPR2026-00402 - Page 17 of 27

[0150] 表3 二次电池的性能测定

[0151]

	电解液	电池	初期克容量/ $mAh.g^{-1}$	循环保持率 /%
实施例 23	电解液 1	二次电池 1	155	67
实施例 24	电解液 2	二次电池 1	155	68
实施例 25	电解液 3	二次电池 1	155	67
实施例 26	电解液 4	二次电池 1	155	66
实施例 27	电解液 5	二次电池 1	155	65
实施例 28	电解液 6	二次电池 1	154	68
实施例 29	电解液 7	二次电池 1	154	67
实施例 30	电解液 8	二次电池 1	155	67
比较例 1	电解液 A	二次电池 1	155	65
实施例 31	电解液 9	二次电池 1	155	67
实施例 32	电解液 10	二次电池 1	157	69
实施例 33	电解液 11	二次电池 1	157	70
实施例 34	电解液 12	二次电池 1	158	71

[0152]

实施例 35	电解液 13	二次电池 1	158	72
实施例 36	电解液 14	二次电池 1	158	78
实施例 37	电解液 15	二次电池 1	155	69
实施例 38	电解液 16	二次电池 1	157	71
实施例 39	电解液 17	二次电池 1	158	79
实施例 40	电解液 18	二次电池 1	159	81
实施例 41	电解液 19	二次电池 1	156	80
实施例 42	电解液 20	二次电池 1	157	80
实施例 43	电解液 21	二次电池 1	156	78

Zhuhai CosMX Battery Co. - EX1005
Zhuhai CosMX Battery Co. v. Ningde Amperex Tech. Ltd.
IPR2026-00402 - Page 18 of 27

[0153] 表3[续]

[0154]

	电解液	电池	初期克容量/ $mAh.g^{-1}$	循环保持率 /%
实施例 44	电解液 22	二次电池 1	156	77
实施例 45	电解液 23	二次电池 1	157	76
实施例 46	电解液 24	二次电池 1	156	76
实施例 47	电解液 25	二次电池 1	156	76
实施例 48	电解液 26	二次电池 1	156	75
实施例 49	电解液 27	二次电池 1	156	74
实施例 50	电解液 28	二次电池 1	156	80
实施例 51	电解液 29	二次电池 1	157	81
实施例 52	电解液 30	二次电池 1	157	82
实施例 53	电解液 31	二次电池 1	156	85
实施例 54	电解液 32	二次电池 1	156	86
实施例 55	电解液 33	二次电池 1	156	87
实施例 56	电解液 34	二次电池 1	156	87

[0155]

实施例 57	电解液 35	二次电池 1	156	89
实施例 58	电解液 36	二次电池 1	156	88
实施例 59	电解液 37	二次电池 1	156	85
实施例 60	电解液 38	二次电池 1	156	81
实施例 61	电解液 39	二次电池 1	156	82
实施例 62	电解液 40	二次电池 1	156	87
实施例 63	电解液 41	二次电池 1	156	85
实施例 64	电解液 42	二次电池 1	156	85

[0156] 表3[续]

Zhuhai CosMX Battery Co. - EX1005
Zhuhai CosMX Battery Co. v. Ningde Amperex Tech. Ltd.
IPR2026-00402 - Page 19 of 27

[0157]

	电解液	电池	初期克容量/ $mAh.g^{-1}$	循环保持率 /%
实施例 65	电解液 43	二次电池 1	156	67
实施例 66	电解液 44	二次电池 1	156	65
实施例 67	电解液 45	二次电池 1	156	63
实施例 68	电解液 9	二次电池 2	160	71
实施例 69	电解液 10	二次电池 2	160	72
实施例 70	电解液 11	二次电池 2	160	70
实施例 71	电解液 12	二次电池 2	160	77
实施例 72	电解液 13	二次电池 2	160	72
实施例 73	电解液 14	二次电池 2	161	73
实施例 74	电解液 15	二次电池 2	161	68
实施例 75	电解液 16	二次电池 2	161	69
实施例 76	电解液 17	二次电池 2	161	68
实施例 77	电解液 18	二次电池 2	161	67

[0158]

实施例 78	电解液 19	二次电池 2	162	66
实施例 79	电解液 20	二次电池 2	161	67
实施例 80	电解液 21	二次电池 2	161	59
实施例 81	电解液 22	二次电池 2	162	61
实施例 82	电解液 23	二次电池 2	160	62
实施例 83	电解液 24	二次电池 2	161	61
实施例 84	电解液 25	二次电池 2	161	60

[0159] 表3[续]

[0160]

Zhuhai CosMX Battery Co. - EX1005
Zhuhai CosMX Battery Co. v. Ningde Amperex Tech. Ltd.
IPR2026-00402 - Page 20 of 27

	电解液	电池	初期克容量/ $mAh.g^{-1}$	循环保持率 /%
实施例 85	电解液 26	二次电池 2	161	59
实施例 86	电解液 27	二次电池 2	161	60
实施例 87	电解液 28	二次电池 2	161	58
实施例 88	电解液 29	二次电池 2	161	58
实施例 89	电解液 30	二次电池 2	161	60
实施例 90	电解液 31	二次电池 2	161	72
实施例 91	电解液 32	二次电池 2	161	78
实施例 92	电解液 33	二次电池 2	161	80
实施例 93	电解液 34	二次电池 2	161	81
实施例 94	电解液 35	二次电池 2	161	83
实施例 95	电解液 36	二次电池 2	161	81
实施例 96	电解液 37	二次电池 2	161	84
实施例 97	电解液 38	二次电池 2	161	80
实施例 98	电解液 39	二次电池 2	160	81

[0161]

实施例 99	电解液 40	二次电池 2	160	85
实施例 100	电解液 41	二次电池 2	159	86
实施例 101	电解液 42	二次电池 2	160	84
实施例 102	电解液 43	二次电池 2	160	75
实施例 103	电解液 43	二次电池 2	161	74
实施例 104	电解液 44	二次电池 2	160	77
对比例 2	电解液 B	二次电池 2	162	75

[0162] 表3[续]

[0163]

Zhuhai CosMX Battery Co. - EX1005
Zhuhai CosMX Battery Co. v. Ningde Amperex Tech. Ltd.
IPR2026-00402 - Page 21 of 27

	电解液	电池	初期克容量/ $mAh.g^{-1}$	循环保持率 /%
实施例 105	电解液 2	二次电池 3	166	59
实施例 106	电解液 4	二次电池 3	166	60
实施例 107	电解液 5	二次电池 3	166	58
实施例 108	电解液 10	二次电池 3	166	58
实施例 109	电解液 17	二次电池 3	165	61
实施例 110	电解液 18	二次电池 3	165	60
实施例 111	电解液 19	二次电池 3	167	63
实施例 112	电解液 20	二次电池 3	167	61
实施例 113	电解液 21	二次电池 3	167	62
实施例 114	电解液 24	二次电池 3	167	63
实施例 115	电解液 27	二次电池 3	167	61
实施例 116	电解液 31	二次电池 3	167	64
实施例 117	电解液 34	二次电池 3	167	60
实施例 118	电解液 35	二次电池 3	167	61

[0164]

实施例 119	电解液 38	二次电池 3	167	60
实施例 120	电解液 39	二次电池 3	166	59
实施例 121	电解液 41	二次电池 3	167	66
实施例 122	电解液 42	二次电池 3	167	65
实施例 123	电解液 43	二次电池 3	167	58
实施例 124	电解液 44	二次电池 3	167	57
对比例 3	电解液 C	二次电池 3	167	59

[0165] 表3[续]

[0166]

Zhuhai CosMX Battery Co. - EX1005
Zhuhai CosMX Battery Co. v. Ningde Amperex Tech. Ltd.
IPR2026-00402 - Page 22 of 27

	电解液	电池	初期克容量/ $mAh.g^{-1}$	循环保持率 /%
实施例 125	电解液 2	二次电池 4	155	59
实施例 126	电解液 4	二次电池 4	155	60
实施例 127	电解液 5	二次电池 4	156	58
实施例 128	电解液 10	二次电池 4	156	58
实施例 129	电解液 17	二次电池 4	155	61
实施例 130	电解液 18	二次电池 4	155	62
实施例 131	电解液 19	二次电池 4	155	68
实施例 132	电解液 20	二次电池 4	155	60
实施例 133	电解液 21	二次电池 4	155	61
实施例 134	电解液 24	二次电池 4	155	63
实施例 135	电解液 27	二次电池 4	155	61
实施例 136	电解液 31	二次电池 4	155	64
实施例 137	电解液 34	二次电池 4	155	60
实施例 138	电解液 35	二次电池 4	155	61

[0167]

实施例 139	电解液 38	二次电池 4	155	65
实施例 140	电解液 39	二次电池 4	155	66
实施例 141	电解液 41	二次电池 4	155	64
实施例 142	电解液 42	二次电池 4	155	65
实施例 143	电解液 43	二次电池 4	155	64
实施例 144	电解液 44	二次电池 4	155	63
比较例 4	电解液 D	二次电池 4	155	65

[0168] 表3[续]

[0169]

Zhuhai CosMX Battery Co. - EX1005
Zhuhai CosMX Battery Co. v. Ningde Amperex Tech. Ltd.
IPR2026-00402 - Page 23 of 27

	电解液	电池	初期克容量/ $mAh.g^{-1}$	循环保持率 /%
实施例 145	电解液 2	二次电池 5	161	83
实施例 146	电解液 4	二次电池 5	161	80
实施例 147	电解液 5	二次电池 5	161	88
实施例 148	电解液 10	二次电池 5	161	88
实施例 149	电解液 17	二次电池 5	161	80
实施例 150	电解液 18	二次电池 5	162	82
实施例 151	电解液 19	二次电池 5	161	88
实施例 152	电解液 20	二次电池 5	161	80
实施例 153	电解液 21	二次电池 5	161	81
实施例 154	电解液 24	二次电池 5	161	83
实施例 155	电解液 27	二次电池 5	161	87
实施例 156	电解液 31	二次电池 5	161	84
实施例 157	电解液 34	二次电池 5	161	85
实施例 158	电解液 35	二次电池 5	161	87

[0170]

实施例 159	电解液 38	二次电池 5	160	82
实施例 160	电解液 39	二次电池 5	159	81
实施例 161	电解液 41	二次电池 5	160	84
实施例 162	电解液 42	二次电池 5	161	85
实施例 163	电解液 43	二次电池 5	161	84
实施例 164	电解液 44	二次电池 5	160	82
比较例 5	电解液 D	二次电池 5	162	73

[0171] 表3[续]

[0172]

Zhuhai CosMX Battery Co. - EX1005
Zhuhai CosMX Battery Co. v. Ningde Amperex Tech. Ltd.
IPR2026-00402 - Page 24 of 27

	电解液	电池	初期克容量/ $mAh.g^{-1}$	循环保持率 /%
实施例 165	电解液 2	二次电池 6	255	65
实施例 166	电解液 4	二次电池 6	255	66
实施例 167	电解液 5	二次电池 6	255	68
实施例 168	电解液 10	二次电池 6	255	77
实施例 169	电解液 17	二次电池 6	255	72
实施例 170	电解液 18	二次电池 5	255	71
实施例 171	电解液 19	二次电池 6	256	75
实施例 172	电解液 20	二次电池 6	256	70
实施例 173	电解液 21	二次电池 6	256	74
实施例 174	电解液 24	二次电池 6	256	73
实施例 175	电解液 27	二次电池 6	255	69
实施例 176	电解液 31	二次电池 6	255	74
实施例 177	电解液 34	二次电池 6	255	75
实施例 178	电解液 35	二次电池 6	255	77

[0173]

实施例 179	电解液 38	二次电池 6	255	72
实施例 180	电解液 39	二次电池 6	256	71
实施例 181	电解液 41	二次电池 6	255	74
实施例 182	电解液 42	二次电池 6	255	75
实施例 183	电解液 43	二次电池 6	255	73
实施例 184	电解液 44	二次电池 6	255	73
比较例 6	电解液 E	二次电池 6	255	67

[0174] 表3[续]

[0175]

Zhuhai CosMX Battery Co. - EX1005
Zhuhai CosMX Battery Co. v. Ningde Amperex Tech. Ltd.
IPR2026-00402 - Page 25 of 27

	电解液	电池	初期克容量/ $mAh.g^{-1}$	循环保持率 /%
实施例 185	电解液 2	二次电池 7	251	82
实施例 186	电解液 4	二次电池 7	251	87
实施例 187	电解液 5	二次电池 7	251	85
实施例 188	电解液 10	二次电池 7	251	85
实施例 189	电解液 17	二次电池 7	249	81
实施例 190	电解液 18	二次电池 7	251	81
实施例 191	电解液 19	二次电池 7	251	85
实施例 192	电解液 20	二次电池 7	250	83
实施例 193	电解液 21	二次电池 7	251	82
实施例 194	电解液 24	二次电池 7	251	83
实施例 195	电解液 27	二次电池 7	250	81
实施例 196	电解液 31	二次电池 7	251	87
实施例 197	电解液 34	二次电池 7	251	88
实施例 198	电解液 35	二次电池 7	249	87

[0176]

实施例 199	电解液 38	二次电池 7	249	83
实施例 200	电解液 39	二次电池 7	249	82
实施例 201	电解液 41	二次电池 7	251	87
实施例 202	电解液 42	二次电池 7	251	83
实施例 203	电解液 43	二次电池 7	249	85
实施例 204	电解液 44	二次电池 7	248	83
比较例 7	电解液 E	二次电池 7	249	68

[0177] 由表3的结果，可知下述结论：

[0178] 首先，将实施例23～实施例30与比较例1相比较，使用本发明的非水电解液的实施例23～实施例30与比较例1相比，循环保持率略有提高。

Zhuhai CosMX Battery Co. - EX1005
Zhuhai CosMX Battery Co. v. Ningde Amperex Tech. Ltd.
IPR2026-00402 - Page 26 of 27

[0179] 将实施例31～实施例64与比较例1相比较，使用本发明的非水电解液实施例31～实施例64与比较例1相比，循环保持率显著提高。

[0180] 另外，将实施例65～实施例67与比较例1相比较，使用本发明的非水电解液的实施例65～实施例67与比较例1相比，循环保持率略有提高。

[0181] 此外，将实施例68～实施例79与比较例2相比较，在非水电解液中加入环状碳酸酯的情况下，使用本发明的非水电解液的实施例68～实施例79与比较例2相比，循环保持率显著提高。

[0182] 将实施例80～实施例89与比较例2相比较，在非水电解液中加入乙腈或DMSO的情况下，使用本发明的非水电解液的实施例80～实施例89与比较例2相比，循环保持率略有降低。

[0183] 将实施例90～实施例104与比较例2相比较，在非水电解液中加入其他碱金属锂盐或功能添加剂的情况下，使用本发明的非水电解液的实施例90～实施例104与比较例2相比，循环保持率显著提高。

[0184] 将实施例105～实施例124与比较例3相比较，在非水电解液中加入其他溶剂、添加锂盐或者其他功能添加剂的情况下，使用本发明的非水电解液的实施例105～实施例124与比较例3相比，循环保持率略有提高。

[0185] 将实施例125～实施例144与比较例4相比较，在非水电解液中加入其他溶剂、添加锂盐或者其他功能添加剂的情况下，使用本发明的非水电解液的实施例125～实施例144与比较例4相比，循环保持率持平。

[0186] 将实施例145～实施例164与比较例5相比较，在非水电解液中加入其他溶剂、添加锂盐或者其他功能添加剂的情况下，使用本发明的非水电解液的实施例145～实施例164与比较例5相比，循环保持率显著提高。

[0187] 将实施例165～实施例184与比较例6相比较，在非水电解液中加入其他溶剂、添加锂盐或者其他功能添加剂的情况下，使用本发明的非水电解液的实施例165～实施例184与比较例6相比，循环保持率显著提高。

[0188] 将实施例185～实施例204与比较例7相比较，在非水电解液中加入其他溶剂、添加锂盐或者其他功能添加剂的情况下，使用本发明的非水电解液的实施例185～实施例204与比较例7相比，循环保持率显著提高。

[0189] 由以上结果可知，使用了本发明的非水电解液的非水电解质二次电池的大电流放电特性和循环保持率优异，并且高温保存特性和循环特性也优异。

[0190] 本发明可以优选使用在二氟磷酸盐所使用的任意的领域，例如反应润滑油的催化剂、牙刷的杀菌剂、氯乙烯聚合物的稳定剂、以及木材的保存剂等领域中。另外，本发明还可以优选使用在非水电解质二次电池等领域中。

[0191] 以上所述仅是本发明的优选实施方式，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，还可以做出若干改进和润饰，这些改进和润饰也应视为本发明的保护范围。

Zhuhai CosMX Battery Co. - EX1005
Zhuhai CosMX Battery Co. v. Ningde Amperex Tech. Ltd.
IPR2026-00402 - Page 27 of 27