

doi:10.3969/j.issn.1001-3539.2018.03.011

均匀设计优化湿法制备 PE-UHMW 锂离子电池隔膜

胡逸伦^{1,2,3}, 王新威^{1,2,3}, 张玉梅^{1,2,3}, 徐迅^{1,2,3}, 徐静安^{1,2,3}

(1. 上海化工研究院, 上海 200062; 2. 上海市聚烯烃催化技术重点实验室, 上海 200062;
3. 聚烯烃催化技术与高性能材料国家重点实验室, 上海 200062)

摘要:以黏均分子量为120万的超高分子量聚乙烯(PE-UHMW)树脂为原材料,液体石蜡为稀释剂,采取湿法[热致相分离法(TIPS)]制备PE-UHMW锂离子电池隔膜。该方法以液体石蜡为溶剂,在挤出机双螺杆剪切和热的作用下,将PE-UHMW溶解,再通过挤出机挤出成型、冷却后进行固液相分离,然后将液体石蜡萃取出来制得膜,依靠液体石蜡在晶体间或晶体中萃取后形成孔隙。使用均匀设计试验对PE-UHMW锂离子电池隔膜的加工工艺进行了优化,采用DPS软件对均匀设计试验结果进行了回归分析。结果表明,当口模温度为225℃、螺杆转速为36 r/min、溶液浓度为24%、冷却温度为55℃时,PE-UHMW锂离子电池隔膜的透气率为820 s/(100 mL),拉伸强度为173 MPa,穿刺强度为5.05 N(隔膜厚度为20 μm),与实验最优值相比,分别提高了53%、21%和11%;热收缩率为1.2%,与实验最优值相比下降了57%。

关键词:超高分子量聚乙烯;锂离子电池隔膜;均匀设计;多指标

中图分类号: TQ31 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3539(2018)03-0056-06

Optimized Wet Fabrication Process of PE-UHMW Lithium Ion Battery Separators via Uniform Design

Hu Yilun^{1,2,3}, Wang Xinwei^{1,2,3}, Zhang Yumei^{1,2,3}, Xu Xun^{1,2,3}, Xu Jingan^{1,2,3}

(1. Shanghai Research Institute of Chemical Industry, Shanghai 200062, China; 2. Shanghai Key Laboratory of Catalysis Technology for Polyolefin, Shanghai 200062, China; 3. State Key Laboratory of Polyolefin and Catalysis, Shanghai 200062, China)

Abstract: The ultra-high molecular weight polyethylene (PE-UHMW) lithium ion battery separators were prepared by wet method [thermally induced phase separation (TIPS)], using liquid paraffin (LP) as diluent and ultra-high molecular weight polyethylene (PE-UHMW) resin with 1.2 million viscosity molecular weight in average as raw material. The PE-UHMW resin can be dissolved by LP under the heat and shear of a twin-screw of twin screw extruder, then is processed to be film. The separator is cooling and the solid-liquid phase separates at the same time. The membrane is finished after extraction paraffin from the film. Paraffin is remained in the crystal or between crystals, the gaps are formed after the extraction of paraffin. The preparation process was optimized by uniform design, while the results was analyzed by DPS software. The results show that when the extrusion temperature is 225℃, the screw speed is 36 r/min, the solution concentration is 24% and the cooling temperature is 55℃, the the air permeability of PE-UHMW lithium ion battery separator is 820 s/(100 mL), the tensile strength is 173 MPa and the puncture intensity is 5.05 N (the separator thickness is 20 μm), which increases by 53%, 21% and 11% compared with the optimal value, respectively, the thermal shrinkage is 1.2%, which decreases by 57% compared with the optimal value.

Keywords: ultra-high molecular weight polyethylene; lithium ion battery separator; uniform design; multiple indicator

均匀设计是一种只考虑试验点在试验范围内均匀散布的一种试验设计方法。它着重在试验范围内考虑试验点均匀散布以求通过最少的试验来获得最多的信息,其试验次数比正交试验设计要少得多,

它适合于多因素多水平的试验以及系统模型完全未知的情况。例如,当试验中有 m 个因素,每个因素有 n 个水平时,若进行全面试验,共有 n^m 种组合;正交试验设计是从这些组合中挑选出 n^2 个进行试验,

基金项目:上海市国际科技合作基金项目(16160731300)

通讯作者:王新威,工学博士,高级工程师,从事功能高分子材料研究 E-mail: 56537858@qq.com

收稿日期: 2017-12-26

引用格式: 胡逸伦,王新威,张玉梅,等. 均匀设计优化湿法制备 PE-UHMW 锂离子电池隔膜[J]. 工程塑料应用, 2018, 46(3):56-61.

Hu Yilun, Wang Xinwei, Zhang Yumei, et al. Optimized wet fabrication process of PE-UHMW lithium ion battery separators via uniform design[J]. Engineering Plastics Application, 2018, 46(3):56-61.

而均匀设计是选取 n 个点进行试验,可见其优越性非常突出^[1-2]。

超分子量聚乙烯 (PE-UHMW) 湿法制备的锂离子电池隔膜以 PE-UHMW 和液体石蜡 (LP) 为基础原料,通过对制备中的口模温度、螺杆转速、溶液浓度以及冷却温度等工艺条件进行优化,进而制备出锂电池隔膜^[3]。在 PE-UHMW 锂电池隔膜的制备方面,现有文献都是通过单因素试验进行探索,如杨晓娟^[4]用湿法制备 PE-UHMW 锂电隔膜,通过单因素试验考察 PE-UHMW 与 LP 的不同比对孔隙率、力学性能的影响规律来优化实验过程,得到优化工艺,但是单因素试验忽略了因素之间的交互作用,存在一定的劣势。

隔膜是锂离子电池的重要组成部分^[5-6],其具有电子绝缘性,因此可以隔离正负极,避免出现短路现象;具有离子导电性,可以保证电池的电化学性能。锂离子电池隔膜的性能对于电池的容量、循环性能^[7]及充放电倍率等关键特性有着显著影响,尤其对于电池的安全性有较大影响。

基于上述情况,笔者采用均匀设计试验优化多因素多水平 PE-UHMW 锂离子电池隔膜的制备工艺。

1 实验部分

1.1 主要原材料

PE-UHMW 树脂:工业级,黏均分子量为 120 万,自制;

68# 液体石蜡:工业级,浙江正信石油科技有限公司;

二氯甲烷:化学纯,上海凌峰化学试剂有限公司。

1.2 主要仪器与设备

湿法隔膜成套设备:自制;

手帕机:HY-230 型,青岛中科华联有限公司;

自动透气度测试仪:4340 型,美国 Gurley 公司;

烘箱:DGX-9053B-1 型,上海福玛实验设备有限公司;

电子天平:TP-213 型,赛多利斯丹佛公司;

万能材料试验机:3360 型,美国英斯特朗公司。

1.3 PE-UHMW 初生膜的制备

用湿法隔膜成套设备实现湿法制备 PE-UHMW 锂离子电池隔膜时,首先将 PE-UHMW 粉末与液体石蜡按照一定的配比配料,用乳化机完全混合均匀后通过双螺杆挤出机熔融挤出,PE-UHMW 受到加

热作用在液体石蜡中溶胀^[8],模口挤出成型制得初生膜。

1.4 PE-UHMW 锂离子电池隔膜的制备

制备好初生膜后,有两种方法制备最后的成品膜:第一种是先萃取稀释剂液体石蜡,将得到的微孔膜进一步双向热拉伸定型收卷;第二种是先将初生膜双向热拉伸,再萃取稀释剂液体石蜡^[9]。在预实验过程中对比了两种方法,结果表明:前者在热拉伸过程中由于微孔的存在,拉伸速率过快会导致孔洞破裂,孔径过大且分布不均匀,慢拉时效果较好但很难控制孔分布的均匀性;后者在热拉伸过程中,液体石蜡起到了增塑剂的作用,在较慢的热拉伸条件下有利于生成孔洞。因此笔者采用先拉伸后萃取的实验方法。整体的工艺流程见图 1。

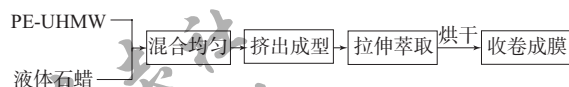


图1 PE-UHMW 锂离子电池隔膜制备工艺流程图

将制备好的初生膜放置于手帕机中进行同步双向热拉伸。热定型后,张紧萃取,去除稀释剂液体石蜡。最后将拉伸萃取后的薄膜进一步小幅度拉伸热定型制得成品 PE-UHMW 锂离子电池隔膜。热拉伸过程中,拉伸比的范围为 1~1.5,拉伸速率为 10 mm/min,拉伸温度为 110℃;热定型过程中,温度为 120℃,时间为 5 min;萃取剂为二氯甲烷,萃取时间为 30 min。

1.5 性能测试

(1) 透气率测试。

按照 GB/T 458-2008 中的 Gurley 法进行测试,定义为 100 mL 气体在压力 275.79 kPa 条件下通过 25.4 mm² (1 in²) 面积的隔膜所需要的时间。

(2) 拉伸强度测试。

按照 GB/T 1040.3-2006 测试。试样类型选取 II 型试样,样条长 150 mm、宽 15 mm,夹具间距离为 (100±5 mm),拉伸速率为 (250±10) mm/min。

(3) 穿刺强度测试。

按照 GB/T 6672-2001 测试。隔膜厚度为 20 μm,穿刺针直径为 1.0 mm,尖端球面半径为 0.5 mm,样品固定夹具的内直径为 10 mm,穿刺速率为 (100±10) mm/min。

(4) 热收缩率测试。

按照 GB/T 12027-2004 测试。测试条件为 90℃,2 h。

1.6 均匀设计试验安排

采取湿法即热致相分离法(TIPS)制备PE-UHMW 锂离子电池隔膜。关于TIPS的机理研究已有近三十年。20世纪80年代末至90年代初,美国德克萨斯大学聚合物研究中心对TIPS法制备微孔膜做了非常系统的研究^[10]。国内研究中,潘波等^[11]最早对聚合物-稀释剂二元体系的TIPS过程制备微孔膜的意义、原理、过程及研究现状进行了评述。应该说,采用TIPS法制备PE-UHMW微孔膜的研究已经有了一定的理论基础^[12],但是应用较少,因此笔者将不再讨论实验中的机理,重点探讨实验过程中各因素对于成膜性的影响。

隔膜的性能主要受PE-UHMW浓度以及加工工艺的影响。通过单因素实验以及过去的实验经验发现,口模温度、螺杆转速、冷却温度会影响膜的成型过程,进而影响隔膜的性能。液体石蜡的含量多少也会对成膜性能造成影响。若液体石蜡含量过多会产生挤出机机筒积油、物料打滑,因其流动性过好而不能成膜;若液体石蜡含量过少,则混合液黏度过大,会出现堵螺杆状况。当口模温度比较低时,树脂的流动性不好,初生膜容易出现褶皱,成膜性差;但当口模温度过高时,树脂本身会发生轻微的氧化降解,降低后续成品膜的性能。螺杆转速在一定程度上反映了双螺杆挤出机的挤出能力和混炼能力。若螺杆的转速较小,会增加物料的停留时间,但是剪切力小;若转速过大,剪切力可能变大,造成物料的降解,熔体破裂,故选择合适的螺杆转速的上下限范围非常有意义。冷却温度越低,孔径越小,但是对透气率的影响不会很大。当冷却温度较低时,在降温结晶过程中,PE-UHMW的链段能够自由运动的时间较短,晶片之间的液体石蜡来不及扩散聚集成更大的液滴,故而萃取后得到的PE-UHMW微孔膜的孔径会减小,孔的分布较均匀。因此,影响因素主要有溶液浓度、口模温度、螺杆转速及冷却温度。

根据初步探索试验及工艺的大致水平,以口模温度(X_1)、螺杆转速(X_2)、溶液浓度(X_3)及冷却温度(X_4)为影响因素,每个因素选择9个水平,故选择均匀设计试验表 $U_9(9^4)$ 设计试验。各因素水平见表1。

隔膜性能的优劣直接影响电池的综合性能,一般对于隔膜的要求有:力学性能和尺寸稳定性好、透气率高、热收缩率低、厚度及其它性能均一等^[13]。显然如果只优化一个响应指标,无法同时满足其它指标优化的需求。因此对透气率(Y_1)、拉伸强度

(Y_2)、穿刺强度(Y_3)和热收缩率(Y_4)共4个主要性能指标进行综合评价优化。均匀设计试验安排列于表2。

表1 因素水平表

水平	因素			
	$X_1 / ^\circ\text{C}$	$X_2 / (\text{r} \cdot \text{min}^{-1})$	$X_3 / \%$	$X_4 / ^\circ\text{C}$
1	185	20	16	20
2	190	22	17	25
3	195	24	18	30
4	200	26	19	35
5	205	28	20	40
6	210	30	21	45
7	215	32	22	50
8	220	34	23	55
9	225	36	24	60

表2 均匀设计试验安排及结果

序号	$X_1 / ^\circ\text{C}$	$X_2 / (\text{r} \cdot \text{min}^{-1})$	$X_3 / \%$	$X_4 / ^\circ\text{C}$	$Y_1 / [\text{s} \cdot (100 \text{ mL})^{-1}]$	Y_2 / MPa	Y_3 / N	$Y_4 / \%$
1	185	24	22	60	405	106	2.99	5.6
2	190	30	19	55	436	125	3.45	5.1
3	195	36	16	50	418	137	3.73	5.2
4	200	22	23	45	453	143	4.31	4.6
5	205	28	20	40	535	151	4.56	2.8
6	210	34	17	35	450	136	4.42	4.8
7	215	20	24	30	442	109	3.94	5.3
8	220	26	21	25	416	124	3.84	6.2
9	225	32	18	20	402	116	3.47	6.8

1.7 评价方法

常用的多指标评价方法有层次分析加权法(AHP法)、主成分分析法、改进简易公式法、TOPSIS法、人工神经网络法、模糊综合评判法、因子分析法、综合指数法等^[14]。笔者采取改进简易公式法对隔膜的技术指标: Y_1 , Y_2 , Y_3 和 Y_4 进行综合评分寻优。改进简易公式法的基本思想是:样本多响应指标的无量纲隶属度具有可加性,通过“加权求和”得到单一综合评价指标集。该方法的优势在于将多指标化为单指标,根据实际情况确定各指标的权重系数,最后按照归一化的公式计算综合评分,寻找优化条件。

2 结果与讨论

2.1 二次多项式逐步回归分析

采用DPS数据软件,利用二次多项式逐步回归法对透气率(Y_1)指标建立模型^[15],得:

$$Y_1 = 2798.389893 - 10.377095338X_1 - 0.014968193664X_2^2 - 0.12858869173X_4^2 \quad (1)$$

综合9组 Y_1 数据的误差分析结果见表3。

采用同样的建模方法,分别对 Y_2 , Y_3 , Y_4 进行数据拟合,各指标的统计模型中变量的偏相关系数的显著性水平 P 均小于0.05,检验显著。各指标的统计量汇总结果见表4。

表 3 Y_1 模型的误差分析结果

序号	观测值 / [s · 100 mL) ⁻¹]	拟合值 / [s · 100 mL) ⁻¹]	拟合误差 / [s · 100 mL) ⁻¹]	相对误差 / %
1	405	407.09	-2.09	0.515
2	436	424.29	11.71	2.686
3	418	433.99	-15.99	3.824
4	453	455.33	-2.33	0.515
5	535	524.64	10.39	2.239
6	450	444.38	5.62	1.250
7	442	445.60	-3.60	0.814
8	416	424.94	-8.94	2.150
9	402	396.78	5.22	1.298

表 4 各指标统计量汇总结果

指标	P	R^2	R_a^2	d
Y_1	0.021 52	0.833 837	0.734 139	2.480 4
Y_2	0.044 53	0.898 892	0.765 189	1.749 8
Y_3	0.002 232	0.933 921	0.894 273	1.853 1
Y_4	0.004 019	0.916 169	0.865 871	2.030 0

注: R^2 表示决定系数, R_a^2 表示调整系数, d 表示残差统计量。

由表 4 可见, 对各指标进行多元回归统计检验, 统计模型显著性水平 P 均小于 0.05, 检验显著; 调整系数 R_a^2 是对模型的决定系数作自由度的调整, 调整系数接近 1 为模型检验正常; 残差统计量 d 满足 $0 < d < 4$, d 值接近 2, 处于 1~3 之间, 表明残差独立性正常, 上述统计量检验通过^[2]。说明模型拟合情况良好, 拟合情况具有统计显著性, 对于后续综合评价的统计模型寻优奠定了基础。

2.2 各指标的隶属度计算

系统科学家扎德^[16]曾提出模糊集合的新概念, 用隶属度表示某元素与相应子集的关系, 笔者引用隶属度 Y_{ij} 表示各指标的隶属排序。其中, 在数据可接受的一定范围内, Y_1 , Y_2 和 Y_3 , 为高优指标, Y_4 为低优指标, 因此分别采用不同的公式进行计算。

根据公式 (2) 可计算 Y_1 的隶属度:

$$Y_{1j} = \frac{Y_{1i} - Y_{1\min}}{Y_{1\max} - Y_{1\min}} = \frac{Y_{1i} - 402}{464 - 402} = \frac{Y_{1i} - 402}{62} \quad (2)$$

根据公式 (3) 可计算 Y_2 的隶属度:

$$Y_{2j} = \frac{Y_{2i} - Y_{2\min}}{Y_{2\max} - Y_{2\min}} = \frac{Y_{2i} - 106}{151 - 106} = \frac{Y_{2i} - 106}{45} \quad (3)$$

根据公式 (4) 可计算 Y_3 的隶属度:

$$Y_{3j} = \frac{Y_{3i} - Y_{3\min}}{Y_{3\max} - Y_{3\min}} = \frac{Y_{3i} - 2.99}{4.56 - 2.99} = \frac{Y_{3i} - 2.99}{1.57} \quad (4)$$

根据公式 (5) 可计算 Y_4 的隶属度:

$$Y_{4j} = \frac{Y_{4\max} - Y_{4i}}{Y_{4\max} - Y_{4\min}} = \frac{6.8 - Y_{4i}}{6.8 - 4.1} = \frac{6.8 - Y_{4i}}{2.7} \quad (5)$$

利用上述 4 个公式, 分别将每个指标的实验数据与其最大值、最小值的差值进行相应的无量纲化

计算, 使指标的隶属度归一于 $[0, 1]$ 之间。各指标的隶属度结果见表 5。

表 5 各指标隶属度结果

序号	$Y_1 /$ [s · (100 mL) ⁻¹]	$Y_2 /$ MPa	$Y_3 /$ N	$Y_4 /$ %	Y_{1j}	Y_{2j}	Y_{3j}	Y_{4j}
1	405	106	2.99	5.6	0.048	0	0	0.444
2	436	125	3.45	5.1	0.548	0.422	0.294	0.630
3	418	137	3.73	5.2	0.258	0.689	0.475	0.593
4	453	143	4.31	4.6	0.823	0.822	0.844	0.815
5	535	151	4.56	2.8	1	1	1	1
6	450	136	4.42	4.8	0.774	0.667	0.913	0.741
7	442	109	3.94	5.3	0.645	0.067	0.631	0.556
8	416	124	3.84	6.2	0.226	0.400	0.544	0.222
9	402	116	3.47	6.8	0	0.222	0.288	0

2.3 权重系数的选择

按照传统方法, 根据专业知识, 实验数据选择“经验权”, 人为选择三组权重系数进行试算, 按照能兼顾各指标优化的权重进行合理分配。公式 (6) 为改进的简单评分公式:

$$Y_j = 0.2 \times Y_{1j} + 0.2 \times Y_{2j} + 0.2 \times Y_{3j} + 0.4 \times Y_{4j} \quad (6)$$

式中: Y_j ——综合评分的隶属度;

Y_{1j} —— Y_1 的隶属度;

Y_{2j} —— Y_2 的隶属度;

Y_{3j} —— Y_3 的隶属度;

Y_{4j} —— Y_4 的隶属度。

2.4 加权计算

将表 5 中各指标的隶属度按照样本序号带入改进的简单评分公式 (6), 得到综合评分的隶属度, 结果见表 6。

表 6 综合评分的隶属度结果

序号	$X_1 /$ ℃	$X_2 /$ (r · min ⁻¹)	$X_3 /$ %	$X_4 /$ ℃	综合评分 隶属度
1	185	24	22	60	0.187
2	190	30	19	55	0.505
3	195	36	16	50	0.522
4	200	22	23	45	0.824
5	205	28	20	40	1
6	210	34	17	35	0.767
7	215	20	24	30	0.491
8	220	26	21	25	0.323
9	225	32	18	20	0.102

2.5 综合建模优化

采用 DPS 数据软件, 利用二次多项式逐步回归法对综合评分的隶属度 Y 建立模型, 得:

$$Y = -5.654\ 182\ 91 - 0.001\ 537\ 279\ 485\ 2X_4^2 + 0.000\ 561\ 934\ 258\ 5X_1X_4 + 0.005\ 553\ 412\ 369X_2X_3 + 0.001\ 680\ 660\ 307\ 8X_3X_4 \quad (7)$$

模型的检验结果见表 7。

表7 数据模型的检验结果

项目	数值
决定系数 R^2	0.983 916
F 值	61.172 834
P 值	0.000 767 782
剩余标准差 S	0.053 4
Durbin-Watson 统计量	2.324 4

根据 DPS 软件的拟合结果,回归方程的 $P=0.000\ 767\ 782 < 0.05$,模型检验显著;决定系数 $R^2=0.983\ 916 \approx 1$,模型检验正常;剩余标准差 $S=0.053\ 4$,Durbin-Watson 统计量 $d=2.324\ 4$,与 2 接近,残差独立性正常。因此上述统计量均通过检验,说明模型拟合情况良好,拟合情况具有统计显著性。

根据拟合公式 (7) 预测出的最优工艺见表 8。

表8 根据拟合公式 (7) 预测出的最优工艺

Y	$X_1 / ^\circ\text{C}$	$X_2 / (\text{r} \cdot \text{min}^{-1})$	$X_3 / \%$	$X_4 / ^\circ\text{C}$
2.76	225	36	24	55

2.6 优化验证实验

拟合公式 (7) 预测的最佳工艺条件的综合评分的隶属度 $Y=2.76$ 。从理论上说, $Y \geq 1.00$ 是可能的,因为在进行各指标的隶属度计算时,把实际测定的综合评分的隶属度最大值定义为 1,模型优化值很可能超过样本的实测最优值。

对最优工艺进行实验验证,各指标的测量值列于表 9。

表9 验证综合评分实验

$Y_1 /$ [$\text{s} \cdot 100\ \text{mL}^{-1}$]	$Y_2 /$ MPa	$Y_3 /$ N	$Y_4 /$ %
820	173	5.05	1.2

由表 9 可知,优化后 PE-UHMW 锂离子电池薄膜的透气率能达到 $820\ \text{s}/(100\ \text{mL})$,与实验最优值 $535\ \text{s}/(100\ \text{mL})$ 相比,提高了 53%;拉伸强度为 $173\ \text{MPa}$,与实验最优值 $143\ \text{MPa}$ 相比,提高了 21%;穿刺强度为 $5.05\ \text{N}$,与实验最优值 $4.56\ \text{N}$ 相比,提高了 11%;热收缩率为 1.2%,与实验最优值 2.8% 相比,下降了 57%。

根据表 9 中的数据,按照公式 (2)~公式 (5) 进行计算,可分别得到相应指标的隶属度,并由公式 (6) 计算获得综合评分隶属度验证的优化值,结果见表 10。根据综合评分的隶属度 Y 建立的模型公式 (7) 预报的最优工艺条件 $Y=2.76$,验证实验 $Y=2.74$,预报相对偏差 $(2.76-2.74)/2.74=0.7\%$,偏差可接受,证明多指标综合评分建模综合寻优的可行性。

表10 各指标及综合评分隶属度验证实验结果

$Y_1 /$ [$\text{s} \cdot 100\ \text{mL}^{-1}$]	$Y_2 /$ MPa	$Y_3 /$ N	$Y_4 /$ %	Y
6.741 9	1.488 9	1.312 5	2.074 1	2.74

3 结论

(1) 在湿法制备 PE-UHMW 锂离子电池隔膜实验中,采用均匀设计试验方法对实验过程进行了优化设计,实验综合评分隶属度 (Y) 与口模温度 (X_1)、螺杆转速 (X_2)、溶液浓度 (X_3)、冷却温度 (X_4) 之间满足二次多项式回归方程:

$$Y = -5.654\ 182\ 91 - 0.001\ 537\ 279\ 485\ 2X_4^2 + 0.000\ 561\ 934\ 258\ 5X_1X_4 + 0.005\ 553\ 412\ 369X_2X_3 + 0.001\ 680\ 660\ 307\ 8X_3X_4$$

(2) 回归方程的预测值与实验指标的实测结果能很好地吻合。湿法制备 PE-UHMW 锂离子电池隔膜的优化工艺条件为:口模温度 $225\ ^\circ\text{C}$,螺杆转速 $36\ \text{r}/\text{min}$,溶液浓度 24%,冷却温度 $55\ ^\circ\text{C}$ 时,锂离子电池隔膜的透气率能达到 $820\ \text{s}/(100\ \text{mL})$,拉伸强度为 $173\ \text{MPa}$,穿刺强度为 $5.05\ \text{N}$,与实验最优值相比,分别提高了 53%,21%,11%;热收缩率为 1.2%,与实验最优值相比下降了 57%。

参考文献

- [1] 方开泰,马长兴.正交与均匀实验设计[M].北京:科学出版社,2001:83-106.
Fang Kaitai, Ma Changxing. Orthogonal and uniform experimental design[M]. Beijing: Science Press, 2001:83-106.
- [2] 李云雁,胡传荣.试验设计与数据处理[M].第2版.北京:化学工业出版社,2008:162-170.
Li Yunyan, Hu Chuanrong. Experiment design and data processing [M]. 2nd ed. Beijing: Chemical Industry Press, 2008:162-170.
- [3] 赵云腾,刘太奇,马福瑞,等.超高分子量聚乙烯锂电池隔膜的制备及其改性研究进展[J].新技术新工艺,2015(12):105-109.
Zhao Yunteng, Liu Taiqi, Ma Furui, et al. Research progress in preparation and modification of UHMWPE lithium ion battery separator[J]. New Technology & New Process, 2015(12):105-109.
- [4] 杨晓娟.超高分子量聚乙烯电池膜成型研究[D].北京:北京化工大学,2012.
Yang Xiaojuan. UHMWPE cell membrane forming research[D]. Beijing: Beijing University of Chemical Technology, 2012.
- [5] Ceder G, Chiang Y M, Sadoway D R, et al. Identification of cathode materials for lithium batteries guided by first-principles calculations [J]. Nature, 1998, 392:694-696.
- [6] Wu Chuan, Huang Zhaoxiang, Wuet Feng, et al. Spectroscopic studies on cation doped spinel LiMn_2O_4 for lithium ion batteries[J]. Solid State Ionics, 2001, 144(3-4):277-285.
- [7] Bohnstedt W. A review of future directions in automotive battery separators[J]. Journal of Power Sources, 2004, 133(4):59-66.
- [8] 运新华,侯秀红,张玉梅,等.溶胀对 UHMWPE 锂电池隔膜性能的影响[J].塑料工业,2016,44(7):147-152.

- Yun Xinhua, Hou Xiuhong, Zhang Yumei, et al. Effect of UHMWPE swelling on properties of lithium battery separator[J]. China Plastics Industry, 2016, 44(7):147-152.
- [9] 石文强. 热致相分离法制备 UHMWPE 多孔膜及性能研究 [D]. 广州: 广东工业大学, 2014.
- Shi Wenqiang. Preparation of UHMWPE porous membrane via thermally induced phase separation and properties research[D]. Guangzhou:Guangdong University of Technology, 2014.
- [10] Castro A J. Preparation of microporous polymer membrane via thermal phase separation :US,247498[P].1981-10-14.
- [11] 潘波,李文俊. 热致相分离聚合物微孔膜 [J]. 膜科学与技术, 1995, 15(1):1-7.
- Pan Bo, Li Wenjun. Polymer microporous membrane via thermal induced phase separation[J]. Membrane Science and Technology, 1995, 15(1):1-7.
- [12] 骆峰,张军,王晓琳,等. 热诱导相分离法制备高分子微孔膜的原理与进展 [J]. 南京工业大学学报:自然科学版, 2001, 23(4):91-96.
- Luo Feng, Zhang Jun, Wang Xiaolin, et al. Principle and development of polymer microporous membrane prepared by thermal induced phase separation[J]. Journal of Nanjing University of Technology:Natural Science Edition, 2001, 23(4):91-96.
- [13] 汤雁,苏晓倩,刘浩杰. 锂电池隔膜测试方法评述 [J]. 信息记录材料, 2014, 15(2):13-19.
- Tang Yan, Su Xiaoqian, Liu Haojie. Review of the lithium battery separator test method[J]. Information Recording Materials, 2014, 15(2):13-19.
- [14] 贺佳,高尔生,楼超华. 综合评价中权重系数及标准化方法的研究 [J]. 中国公共卫生, 2001, 17(11):1 048-1 050.
- He Jia, Gao Ersheng, Lou Chaochua. Study on weight and standardization methods in comprehensive evaluation[J]. China Public Health, 2001, 17(11):1048-1050.
- [15] 郭文欣,凌钦才,谢国庆,等. 均匀设计优化制备电子封装用单组分加成型液体硅橡胶 [J]. 有机硅材料, 2012, 26(6):383-386.
- Guo Wenxin, Ling Qincai, Xie Guoqing, et al. Uniform design optimization of single component addition-type liquid silicone rubber for electronic packaging adhesive[J]. Silicone Material, 2012, 26(6):383-386.
- [16] 扎德. 模糊集合语言变量及模糊逻辑 [M]. 北京:科学出版社, 1982.
- Zadeh L A. Fuzzy set linguistic variables and fuzzy logic[M]. Beijing:Science Press, 1982.

欢迎订阅 2018 年《工程塑料应用》、《化学分析计量》及合订本光盘

邮发代号 24-42, 24-138 全国各地邮局均可订阅

也可直接通过邮局或银行汇款向《工程塑料应用》杂志社订阅《工程塑料应用》、《化学分析计量》及合订本光盘,请注明订阅期刊/光盘的名称、收件人、邮编及地址。

《工程塑料应用》国内外公开发行的全国性塑料专业技术类刊物,月刊,大 16 开本,每月 10 日出版。本刊为中文核心期刊,是中国合成树脂供销协会会刊,荣获首届、第二届、第三届全国期刊奖等多项国家、省部级优秀期刊奖,入选美国化学文摘(CA)千种表。2018 年定价 15 元/期,全年 180 元。目前杂志社尚有部分 2000 年以来的单册和合订本库存,如需订阅,请联系杂志社。

《化学分析计量》国内外公开发行的全国性分析、计量专业技术类刊物,双月刊,大 16 开本,单月 20 日出版。本刊为中国科技核心期刊,荣获多项省部级优秀期刊奖,入选美国化学文摘(CA)千种表。2018 年定价 15 元/期,全年 90 元。目前杂志社尚有部分 2000 年以来的单册和合订本库存,如需订阅,请联系杂志社。

《工程塑料应用》、《化学分析计量》合订本光盘 杂志社已将《工程塑料应用》自创刊号(1973 年)至 2017 年底共 45 卷 338 期的期刊电子化,并制成合订本光盘,现公开发售;同时也将《化学分析计量》自创刊号(1992 年)至 2017 年底

共 26 卷 121 期的期刊电子化,并制成合订本光盘,现公开发售。合订本光盘既可按作者、文题、关键词、年、期等分类查阅各期刊已发表的所有科技文章和科技信息的全文,又可根据读者自定义的关键词进行全文检索,非常方便、实用。《工程塑料应用》合订本光盘优惠售价 550 元;《化学分析计量》合订本光盘优惠售价 250 元。

邮局汇款:

收款地址:济南市天桥区田庄东路 3 号

收款单位:《工程塑料应用》杂志社

邮编:250031

电话:(0531)85878223 85878057 85878278

传真:(0531)85947355

银行汇款:

户 名:山东非金属材料研究所

开户银行:济南市工商银行经十一路支行

账 号:1602001229014425546

网上订阅: <http://www.epa1973.com>