



**MISSION
INNOVATION**

accelerating the clean energy revolution

POA MATERIALI AVANZATI PER L'ENERGIA

**PROGETTO IEMAP - Piattaforma Italiana Accelerata per i Materiali per
l'Energia**

Sviluppo metodologia di sintesi
automatizzata di materiali
catodici per batterie di nuova generazione
e selezione delle tecniche di
caratterizzazione

Nicola Lisi, Aniello Vitulano, Margherita Moreno



D2.1, Sviluppo metodologia di sintesi automatizzata di materiali catodici per batterie di nuova generazione e selezione delle tecniche di caratterizzazione

Nicola Lisi (ENEA), Aniello Vitulano (IONVACPROCESS Srl) Margherita Moreno (ENEA)

Giugno 2022

Report MISSION INNOVATION

Ministero dell'Ambiente e della Sicurezza Energetica - ENEA

Mission Innovation 2021-2024 - II annualità

Progetto: IEMAP: Italian Energy Materials Acceleration Platform

Work package: Materiali sostenibili per accumulo elettrochimico dell'energia

Linea di attività: LA2.1 - Sviluppo di una metodologia di sintesi automatizzata di materiali da utilizzare come catodi in batterie a base Li e/o Na

Responsabile del Progetto: Massimo Celino, ENEA

Responsabile della LA: Margherita Moreno, ENEA

Indice

SOMMARIO	4
1 INTRODUZIONE	5
2 DESCRIZIONE DELLE ATTIVITÀ SVOLTE E RISULTATI	5
3 CONCLUSIONI	8

Sommario

Nel corso della prima annualità sono stati realizzati i disegni tecnici del sistema di sintesi e caratterizzazione automatizzata.

1 Introduzione

La tecnica di sintesi dei materiali catodici è stata la co-deposizione per sputtering multi-sorgente abbinata ad una glove-box per l'estrazione delle librerie di materiali prodotte. La tecnica di sputtering ha un grado di maturazione tecnologica molto elevato ed è comunemente applicata in molti settori industriali per la deposizione di film sottili e di ricoprimenti in generale. La tecnica di co-deposizione in questo caso consiste nell'operare simultaneamente due o più sorgenti di sputtering in modo da permettere la formazione di film con stechiometrie complesse.

2 Descrizione delle attività svolte e risultati

Come substrati di deposizione sono state scelte delle bobine in nastro di acciaio inox con spessore inferiore a 0.1mm e larghezza inferiore a 20mm.

Nel corso della deposizione sarà possibile riscaldare il nastro metallico tramite lampada IR. A valle del sistema di deposizione, nel corso dell'avanzamento del nastro sarà possibile effettuare trattamenti termici, sempre tramite lampade IR, fino alla temperatura di 1000°C.

La successiva co-deposizione di campioni di materiali con stechiometrie diverse sulla lunghezza del nastro sottile ed i successivi trattamenti termici, permetterà la formazione di bobine, costruendo librerie programmabili di materiali con composizione e fase diversa.

Il sistema quindi permette la costruzione di una serie programmabile di campioni, ogni campione può essere costituito da una combinazione diversa di 4 sorgenti (che a loro volta possono essere sostituite per specifici esperimenti), a loro volta soggetti a trattamenti termici diversi.

Le sequenze di deposizione saranno controllate da un apposito software di controllo.

A valle del sistema di deposizione sono previsti due modalità operative: 1) il nastro metallico viene fatto passare attraverso una vasca contenente un elettrolita liquido con bassa tensione di vapore e caratterizzato in situ dal punto di vista funzionale (CV, Carica e scarica, EIS); 2) le librerie, o bobine, sono estratte dal sistema di deposizione in una glove-box e lì caratterizzate oppure trasferite verso altri strumenti di caratterizzazione.

Nella prima modalità operativa la macchina potrà operare in modalità interamente automatica alla ricerca di nuove combinazioni di materiali ottimizzate per le proprietà funzionali "obiettivo".

Il sistema è al momento in fase di progettazione tramite CAD e sono state effettuate molte scelte tecniche, puntando alla semplificazione dei processi alla luce della loro automazione.

In **figura 1** è riportata la visione d'insieme della macchina e la sua integrazione con una glove box.

Per motivi tecnici ed anche per una serie di valutazioni di carattere economico si è optato per l'automazione della tecnica di caratterizzazione funzionale, senza inserire sistemi automatici di caratterizzazione strutturale (XRD, XRF, Raman, XPS) che sarebbero risultati estremamente onerosi e non compatibili con il bilancio del progetto. D'altra parte l'inserimento delle caratterizzazioni funzionali in camera (sotto vuoto) dal punto di vista dell'efficacia della "ricerca automatica" è la soluzione più soddisfacente, dato che offre all'algoritmo di controllo un feedback estremamente breve verso la ricerca della soluzione più vantaggiosa. A valle dell'ottimizzazione sarà poi possibile caratterizzare in maniera

esaustiva solo lo soluzioni più efficaci, con l'obiettivo di riprodurre la stechiometria e la struttura del materiale in quantità compatibili con l'applicazione.

Riportiamo in seguito alcuni disegni CAD del sistema. In **figura 1** la visione d'insieme della camera di deposizione (cilindro orizzontale) integrato con la glove box, in una configurazione tale da favorire l'accesso all'operatore. La camera si aprirà anche sul retro, verso l'atmosfera per operazioni che non richiedono l'atmosfera controllata.

In **figura 2** e **figura 3** viene illustrato il concetto del sistema di avanzamento del nastro e del sistema di caratterizzazione in situ.

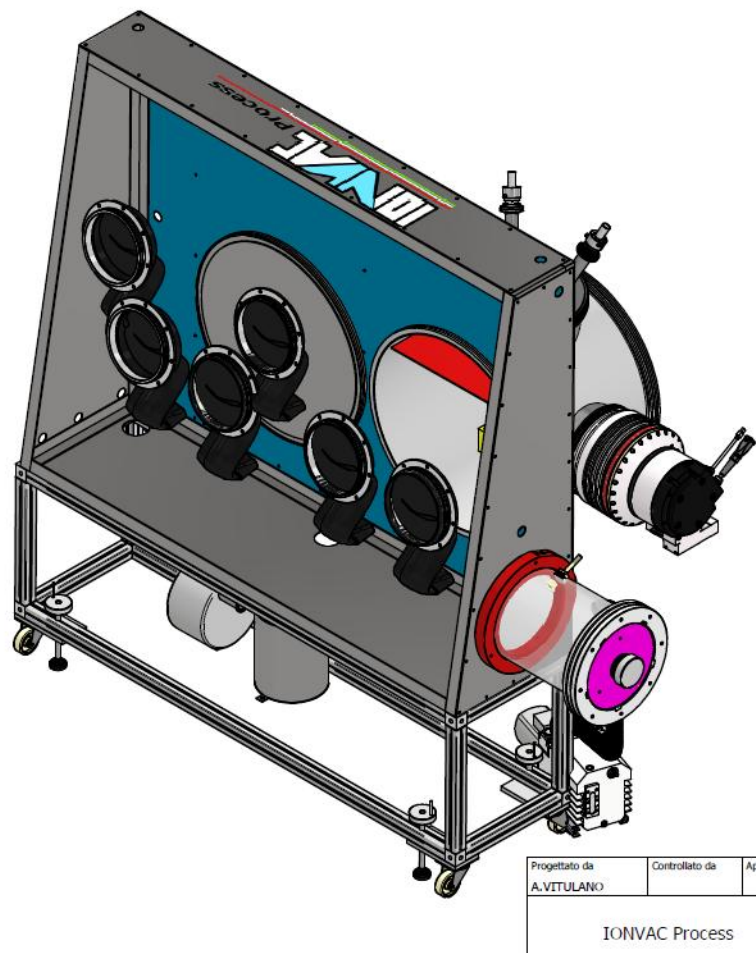


Figura 1. Visione d'insieme del sistema integrato con glove-box

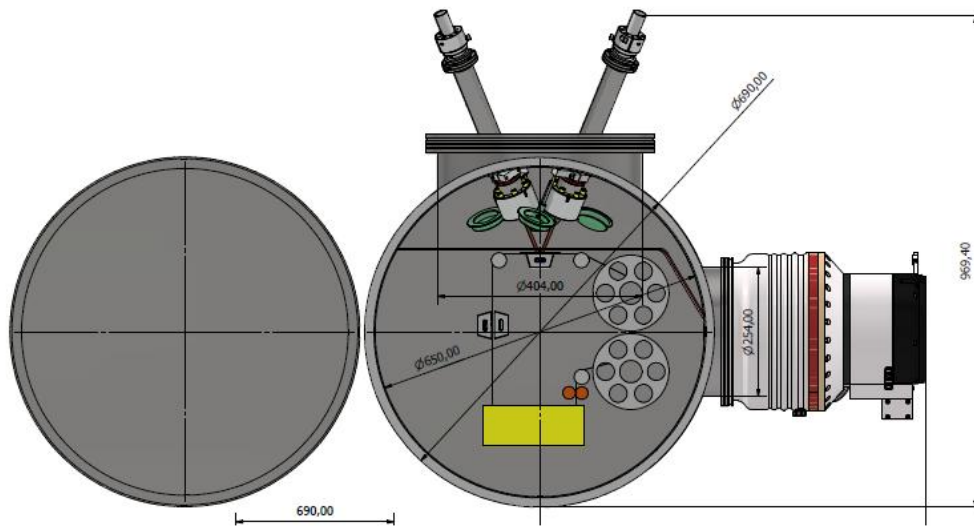


Figura 2. Visione d'insieme della camera di sputtering e della disposizione delle sorgenti

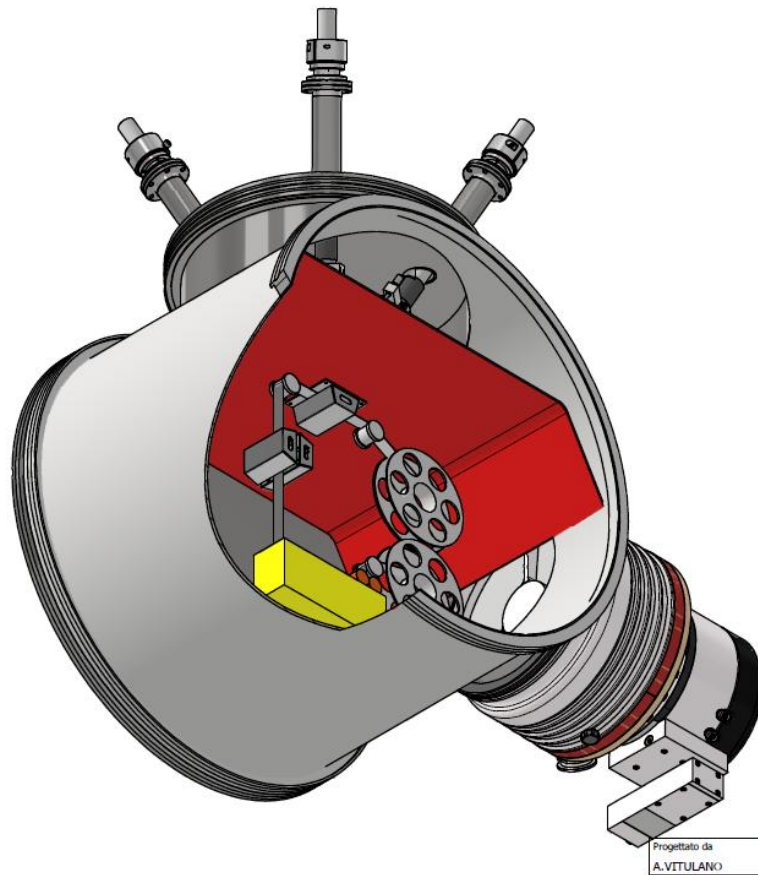


Figura 3. Visione d'insieme della camera di sputtering e della disposizione delle sorgenti

3 Conclusioni

Questa sezione sintetizza i risultati complessivi del lavoro e riporta eventuali raccomandazioni per possibili ulteriori sviluppi della ricerca.