

**MISSION
INNOVATION**

accelerating the clean energy revolution

POA MATERIALI AVANZATI PER L'ENERGIA**PROGETTO IEMAP - Piattaforma Italiana Accelerata per i Materiali per
l'Energia**

Interazione/integrazione
laboratorio/testing automatizzabile con la
piattaforma computazionale

Alessandra Fava, Giovanni Battista Appetecchi

Deliverable D2.10 - Rapporto Finale

Alessandra Fava (ENEA, SSPT-PROMAS-MATPRO), Giovanni Battista Appetecchi (ENEA, TERIN-DEC-ACEL)

Maggio 2024

Report MISSION INNOVATION

Ministero dell'Ambiente e della Sicurezza Energetica - ENEA

Mission Innovation 2021-2024 - III annualità

Progetto: Piattaforma Italiana Accelerata per i Materiali per l'Energia (Italian Energy Materials Acceleration Platform - IEMAP)

Work package 2: Materiali sostenibili per accumulo elettrochimico dell'energia

Linea di attività 2.8: Interazione/integrazione laboratorio/testing automatizzabile con la piattaforma computazionale

Responsabile del Progetto: Massimo Celino (ENEA, TERIN-ICT)

Responsabile della LA2.8: Giovanni Battista Appetecchi (ENEA, TERIN-DEC-ACEL)

Indice

SOMMARIO	4
1 INTRODUZIONE	6
2 DESCRIZIONE DELLE ATTIVITÀ SVOLTE E RISULTATI	8
2.1 LIQUIDI IONICI PREPARATI MEDIANTE IL PROCESSO ONE-POT	8
2.2 SCHEMA TESTING RAPIDO E AUTOMATIZZABILE	9
2.3 INTERAZIONE CON LA PIATTAFORMA COMPUTAZIONALE	9
2.3.1 <i>Struttura della piattaforma informatica</i>	9
2.3.2 <i>Compilazione del Progetto</i>	9
2.3.3 <i>Caricamento dati sulla piattaforma IEMAP</i>	14
3 CONCLUSIONI	16
4 RIFERIMENTI BIBLIOGRAFICI	17
5 ABBREVIAZIONI ED ACRONIMI	18

Sommario

La linea di attività LA2.8 prevede l'interazione del *testing* automatizzabile (sviluppato nella linea di attività LA2.6) con la piattaforma computazionale IEMAP. In particolare, nella linea di attività LA2.6 è stato messo a punto un protocollo di test per la validazione/qualificazione dei liquidi ionici ottenuti mediante un processo innovativo, eco-sostenibile e automatizzabile, definito *one-pot*, sviluppato nell'ambito della linea di attività LA2.4.

Nel Deliverable D2.5 (Linea di attività LA2.4) è stata verificata la fattibilità di un processo innovativo (denominato *one-pot*) per la sintesi di liquidi ionici mediante test/indagini eseguiti in laboratorio, anche al fine di valutarne la possibilità di esecuzione in continuo e, pertanto, di automazione. Sono stati investigati differenti parametri operativi e particolare attenzione è stata posta alla riproducibilità dei risultati ottenuti. Il liquido ionico PYR₁₄TFSI, largamente investigato e proposto per batterie al litio, è stato selezionato in qualità di materiale di riferimento. La reazione *one-pot* può essere eseguita in un unico stadio, utilizza acqua come unico solvente di processo ed è auto-sostenibile ovvero non necessita di alcun riscaldamento esterno. I risultati ottenuti hanno dimostrato che il processo *one-pot* esibisce un'eccellente riproducibilità e può essere facilmente portato a completamento in mezzo acquoso semplicemente regolando la temperatura iniziale del processo, ovvero variando la quantità di solvente acquoso. Il processo *one-pot*, considerate pertanto le caratteristiche complessive di esecuzione, può essere condotto in continuo (senza interruzioni) ed è suscettibile di automazione.

I Deliverable D2.7 e D2.8 hanno riportato i risultati relativi alle attività eseguite durante la 1^a e la 2^a annualità, rispettivamente, nell'ambito della Linea LA2.6. In particolare, è stato messo a punto un protocollo di *testing* (collocato a valle del processo di produzione) al fine di validare i liquidi ionici ottenuti mediante il processo *one-pot* sviluppato in LA2.4. Tale protocollo è stato concepito in maniera tale da: (i) consentire l'automatizzazione dell'intera filiera di validazione, che dovrà essere posta a valle dell'intera filiera di produzione/purificazione del liquido ionico; (ii) essere eseguito velocemente e in sequenza al fine di ottenere informazioni il più possibile complete che permettano la qualificazione del liquido ionico (e del processo di produzione automatizzato) in tempi molto rapidi. Inoltre, i test di qualificazione dei liquidi ionici rappresentano una validazione anche per il protocollo di *testing* automatizzabile.

Il protocollo di *testing* è costituito dalle seguenti tecniche di indagine (che possono essere eseguite in serie e/o parallelo): (a) conduttimetria (determinazione della conducibilità ionica specifica); (b) densimetria (determinazione della densità); (c) spettroscopia FT-IR (verifica della struttura chimica); (d) analisi calorimetrica differenziale DSC (verifica proprietà termiche); (e) titolazione coulombometrica (determinazione tenore di umidità). Le metodologie (a) e (b) riguardano la caratterizzazione chimico-fisica mentre le metodologie (c), (d) ed (e) concernono il controllo di qualità del liquido ionico.

Sono stati scelti differenti tipologie di liquidi ionici (preparati mediante sintesi *one-pot*) al fine di validare la flessibilità del processo stesso: PYR₁₄TFSI (selezionato come materiale di riferimento sia per la messa a punto che la validazione del processo), EMITFSI, EMIFSI e N₁₁₁₄FSI. Nel corso della LA2.6, la conducibilità ionica specifica e la densità (a differenti tempi di reazione del riferimento PYR₁₄TFSI), il tenore di umidità, la struttura chimica, le proprietà termiche (dei liquidi ionici PYR₁₄TFSI, N₁₁₁₄FSI, EMITFSI, EMIFSI) sono state valutate e comparate con quelle di analoghi liquidi ionici disponibili in commercio.

I risultati raggiunti hanno mostrato che i liquidi ionici sintetizzati mediante processo *one-pot* esibiscono valori analoghi a quelli riscontrati sugli stessi materiali commerciali, indicando anche essi livelli di qualità /purezza comparabili.

È interessante notare come sia possibile preparare differenti tipologie di liquido ionico aventi, ciascuno, qualità analoga rispetto quella dei materiali commerciali, suggerendo elevata flessibilità e versatilità del

processo di sintesi *one-pot*. Queste evidenze sperimentali costituiscono una validazione sia dei liquidi ionici ottenuti che del processo di sintesi, anche nell'ottica di possibili applicazioni industriali.

Nel corso della LA2.8 i risultati ottenuti (misure di conducibilità ionica, densità, spettroscopia FT-IR, termografia DSC, tenore di umidità) sui quattro liquidi ionici investigati (PYR₁₄TFSI, N₁₁₁₄FSI, EMITFSI, EMIFSI) e processati con metodo *one-pot* sono stati caricati sulla piattaforma informatica IEMAP al fine di creare un database di facile accesso. L'interazione, le modalità di compilazione dei dati ed il loro caricamento sulla piattaforma IEMAP sono riportati nel presente Deliverable D2.10.

1 Introduzione

Nell'ambito della Linea di attività LA2.4 [1,2] è stata verificata la fattibilità di un processo innovativo, eco-sostenibile e automatizzabile, denominato *one-pot*, per la sintesi di fluidi alla temperatura ambiente, denominati liquidi ionici, proposti come solventi innovativi, non volatili e non infiammabili, al fine di incrementare il tenore di sicurezza e affidabilità delle batterie al litio e/o sodio. In particolare, il liquido ionico *N*-butil-*N*-metil-pirrolidinio bis(trifluorometilsulfonil)immide (PYR₁₄TFSI), largamente investigato e proposto per batterie al litio e al sodio [3,4], è stato selezionato in qualità di materiale di riferimento sia per la messa a punto che per la validazione del processo *one-pot*. Sono stati investigati in dettaglio differenti parametri operativi e particolare attenzione è stata posta alla riproducibilità dei dati ottenuti. I risultati ottenuti nella LA2.4 sono stati riportati in dettaglio nel Deliverable D2.5.

Nel corso della linea di attività LA2.6 [5,6], è stato messo a punto un protocollo di test per la validazione/qualificazione dei liquidi ionici ottenuti mediante il processo *one-pot* sviluppato nell'ambito della linea di attività LA2.4. La stesura del suddetto protocollo ha tenuto conto dei seguenti requisiti: 1) consentire l'automatizzazione dell'intera filiera di validazione, che dovrà essere posta a valle di quella di produzione/purificazione del liquido ionico; 2) necessità di essere eseguito velocemente e in sequenza al fine di ottenere informazioni il più possibile complete che permettano la qualificazione del liquido ionico (e del processo di produzione automatizzato) in tempi rapidi. Da tenere presente che i test di qualificazione dei liquidi ionici rappresentano anche una validazione sia del processo *one-pot* che del protocollo di *testing* automatizzabile.

Sulla base dei requisiti sopra-descritti, le seguenti tecniche di indagine sono state incluse nel protocollo: (a) conduttimetria (determinazione della conducibilità ionica); (b) densimetria (determinazione della densità); (c) spettroscopia FT-IR (verifica della struttura chimica); (d) analisi calorimetrica differenziale DSC (verifica proprietà termiche); (e) titolazione coulombometrica (determinazione tenore di umidità). Le metodologie (a) e (b) riguardano la caratterizzazione chimico-fisica mentre le metodologie (c), (d) ed (e) concernono il controllo di qualità del liquido ionico. La conducibilità ionica (ovvero la capacità a condurre ioni) è il requisito essenziale per un componente elettrolitico in dispositivi di accumulo elettrochimico dell'energia (al fine di garantirne il corretto funzionamento). La misura della densità permette di valutare rapidamente sia la correttezza del liquido ionico sintetizzato che la presenza significativa di contaminanti. La spettroscopia FT-IR (infrarossa) consente di verificare la struttura chimica (e, pertanto, la correttezza del processo di sintesi) del liquido ionico sintetizzato mentre l'analisi DSC permette di determinarne le proprietà termiche (che risultano collegate alla struttura e purezza del liquido ionico). Infine, la determinazione del tenore di umidità è essenziale al fine di verificare l'anidricità dei liquidi ionici poiché la presenza di acqua nell'elettrolita inficia le prestazioni in batteria.

Nell'ambito della Linea di attività 2.6, il protocollo di *testing* è stato condotto sul liquido ionico selezionato come riferimento (PYR₁₄TFSI) e sui liquidi ionici 1-etil-3-metil-imidazolio bis(trifluorometilsulfonil)immide (EMITFSI), 1-etil-3-metil-imidazolio bis(fluorosulfonil)immide (EMIFSI) e *N*-trimetil-*N*-butil-ammonio bis(fluorosulfonil)immide (N₁₁₁₄FSI). Questi materiali, i cui ioni differiscono rispetto a quello del PYR₁₄TFSI, sono stati preparati e comparati con analoghi materiali commerciali al fine di verificare la flessibilità del processo *one-pot* (anche nell'ottica di possibili applicazioni industriali). I risultati sono stati ampiamente discussi nei Deliverable D2.7 e D2.8.

Al termine della 3^a annualità i risultati ottenuti dalla LA2.6 sono stati caricati sulla piattaforma informatica IEMAP (*Italian Platform For The Accelerated Discovery Of Materials For Energy*) per la creazione di un database di facile accesso. La piattaforma computazionale IEMAP ha lo scopo di creare un'infrastruttura sperimentale e computazionale per un design accelerato e per la selezione di materiali avanzati per l'energia.

I materiali giocano un ruolo chiave nelle tecnologie energetiche, incluse batterie, celle solari, semiconduttori, catalisi e membrane per la cattura e l'immagazzinamento di CO₂, etc. L'identificazione di nuovi materiali richiede una procedura lunga di ricerca e sviluppo che include simulazione, sintesi, caratterizzazione sperimentale e numerica con l'esecuzione di numerose prove.

Per identificare e selezionare un materiale adatto per una determinata applicazione, è necessario implementare un processo, spesso piuttosto costoso, che può richiedere molto tempo (sino ad alcuni decenni). Al fine di accelerare questo processo, Mission Innovation prevede la creazione di una *Materials Acceleration Platform* (MAP) che possa automaticamente raggiungere un'accelerazione del processo di analisi dei dati sperimentali e computazionali per identificare i materiali più adatti per una opportuna applicazione [7,8].

Il metodo di compilazione e la procedura di caricamento dei dati ottenuti nella LA2.6 sono riportati nel presente Deliverable D2.10.

2 Descrizione delle attività svolte e risultati

In questo paragrafo sono riassunti i liquidi ionici e il processo di sintesi *one-pot* adottato, (sezione 2.1), e lo schema di *testing* automatizzabile (sezione 2.2). Infine, è descritta l'interazione con la piattaforma computazionale IEMAP (sezione 2.3). La sezione 2.1 e 2.2 saranno illustrate brevemente (poiché ampiamente discusse nei Deliverable D2.4, D2.5, D2.7 e D2.8) al solo scopo di meglio comprendere come sono stati gestiti, compilati e caricati i dati ottenuti sulla piattaforma IEMAP (sezione 2.3).

2.1 Liquidi ionici preparati mediante il processo one-pot

La Figura 1 riporta la struttura chimica dei liquidi ionici sottoposti a protocollo di *testing*. I liquidi ionici sintetizzati nell'ambito della Linea di attività LA2.4 mediante il processo *one-pot* (PYR₁₄TFSI, EMITFSI, EMIFSI, N₁₁₁₄FSI) sono stati comparati con analoghi materiali commerciali e sottoposti allo stesso protocollo di *testing*. I risultati sono stati descritti nel Deliverable D2.5.

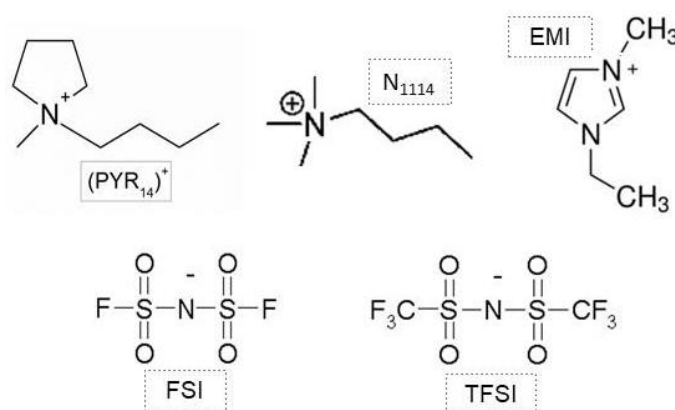


Figura 1. Struttura chimica degli ioni costituenti i liquidi ionici PYR₁₄TFSI, EMITFSI, EMIFSI, N₁₁₁₄FSI.

Lo schema del processo di sintesi adottato per la produzione dei liquidi ionici è riportato in Figura 2.

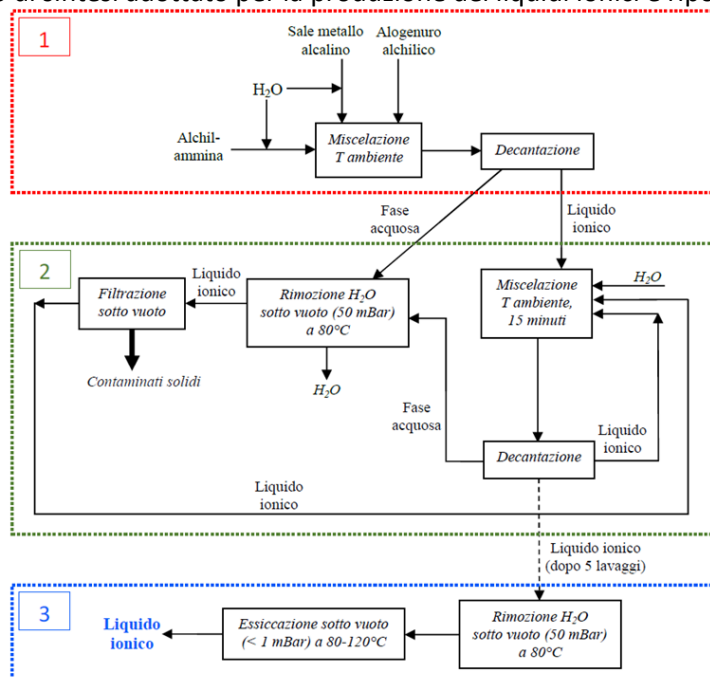


Figura 2. Schema del processo complessivo *one-pot*, eseguito in solvente acquoso, per la sintesi di liquidi ionici idrofobici. Area tratteggiata rossa (1): sintesi *one-pot* del liquido ionico. Area tratteggiata verde (2): purificazione liquido ionico. Area tratteggiata blu: anidrifazione liquido ionico.

2.2 Schema testing rapido e automatizzabile

Il protocollo di test per la validazione/qualificazione dei liquidi ionici ottenuti mediante il processo *one-pot* è posto a valle della filiera di sintesi ed è costituito da cinque stadi distinti connessi in serie e/o parallelo: (a) misura conduttimetrica; (b) misura densità; (c) misura spettroscopica FT-IR; (d) analisi termica DSC; (e) titolazione coulombometrica umidità. La Figura 3 illustra uno schema del suddetto protocollo suddiviso nei differenti stadi investigativi. Gli stadi (a) e (b) sono costituiti da tecniche di indagine (riguardanti la caratterizzazione chimico-fisica) non distruttive e, pertanto, sono posti all'inizio della filiera. Maggiori dettagli sono riportati nei Deliverable D2.7 e D2.8.

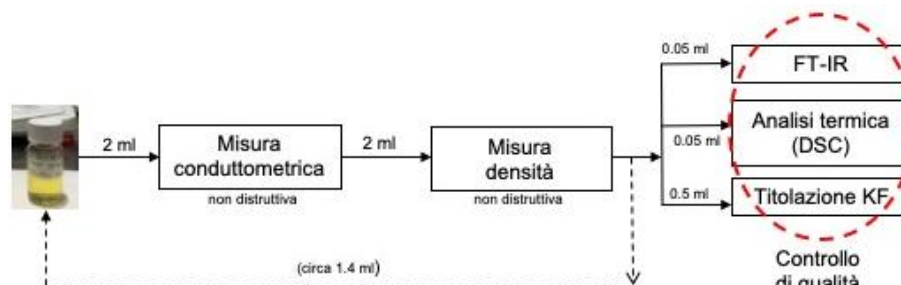


Figura 3. Schema del protocollo di *testing* per la validazione/qualifica dei liquidi ionici sintetizzati mediante il processo *one-pot* sviluppato nell'ambito della linea di attività LA2.6.

2.3 Interazione con la piattaforma computazionale

Il paragrafo 2.3 illustra l'interazione con la piattaforma computazionale IEMAP descrivendo la struttura della piattaforma stessa, la compilazione dei file riguardanti i "Progetti" con i dati ottenuti sui liquidi ionici della linea di attività LA2.6 e la procedura di caricamento dei singoli "Progetti" sul sito web <https://iemap.enea.it/>.

2.3.1 Struttura della piattaforma informatica

Entrando nel sito della piattaforma IEMAP (<https://iemap.enea.it/>), nella sezione dedicata "IEMAP User Projects Dashboard" è possibile scaricare il "Template" in formato Excel che permette la creazione di un "Progetto". Il metodo di compilazione sarà indicato nella sezione 2.3.2. Una volta prodotto il "Progetto", sarà possibile caricarlo sulla piattaforma, prima attraverso la creazione di un file *Metadata* e, successivamente, caricato in modo definitivo sulla piattaforma stessa. Il "Progetto" in questione, sarà ora visibile nella schermata "IEMAP Research Data Dashboard" insieme alla lista di tutti i "Progetti" caricati sulla piattaforma computazionale IEMAP.

2.3.2 Compilazione del Progetto

Per ogni liquido ionico (PYR₁₄TFSI, EMITFSI, EMIFSI, N₁₁₁₄FSI) sintetizzato tramite il processo *one-pot* sono stati creati cinque "Progetti", ossia compilati dei "Template" Excel per permettere il caricamento del "Progetto" sulla piattaforma IEMAP. Ognuno di essi riguarda un singolo stadio del protocollo di *testing* per la validazione/qualifica dei liquidi ionici, descritto nella sezione 2.2 contenente i dati ottenuti dalle misure sperimentali di seguito elencate:

- (a) Conducibilità ionica
- (b) Densità
- (c) Spettroscopia FT-IR
- (d) Analisi termica DSC
- (e) Tenore di umidità

Il “*Template*” Excel è formato da sei schede: cinque di esse (*project*, *process*, *material*, *parameters* e *properties*) sono quelle che appariranno nel database della piattaforma IEMAP mentre l’ultima (*how to*) è una guida per la compilazione delle varie caselle di ogni singolo foglio (Figura 4).

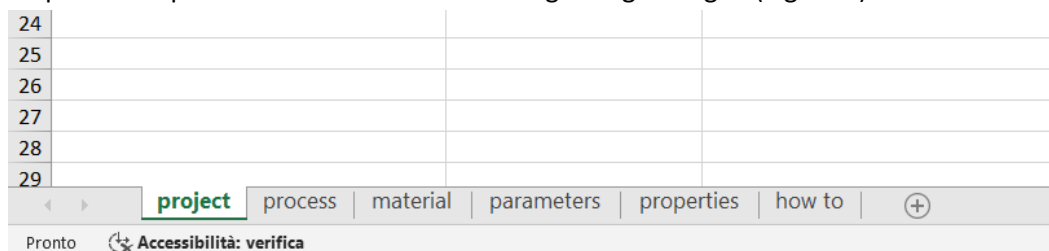


Figura 4. Immagine delle schede che compongono il “*Template*” Excel: *project*, *process*, *material*, *parameters*, *properties* e *how to*. Ognuna di esse è stata compilata per ogni Progetto relativo a ciascun liquido ionico sintetizzato.

Nella scheda “*Project*” è stato inserito, per ogni “Progetto” di ciascun liquido ionico investigato, il nome (*name*), l’etichetta (*label*) e la descrizione (*description*) dello stesso che, rispettivamente, sono definiti nel modo seguente: “*Materials for Batteries*”, “MB” e “*IEMAP - eco-sustainable synthesis of ionic liquids as innovative solvents for lithium/sodium batteries*” (Tabella 1).

Tabella 1. Compilazione della scheda “*Project*” del *template* Excel utilizzata per tutti i Progetti caricati sulla piattaforma IEMAP.

Scheda	name	label	description
<i>Project</i>	Materials for Batteries	MB	IEMAP - eco-sustainable synthesis of ionic liquids as innovative solvents for lithium/sodium batteries

Nella scheda “*Material*” è indicato l’acronimo commerciale del liquido ionico sintetizzato mediante processo *one-pot*, come di seguito riportato:

- ionic liquid PYR_{1,4}TFSI
- ionic liquid N₁₁₁₄FSI
- ionic liquid EMITFSI
- ionic liquid EMIFSI

Per ciascun “Progetto” (che coincide con ogni stadio del protocollo di *testing* illustrato nella Figura 3) di ciascun liquido ionico investigato, è stato indicato nella scheda “*Process*” il metodo/*method* (ossia il tipo di misura effettuata: conduttimetria, densità, spettroscopia FT-IR, calorimetria a scansione differenziale DSC, titolazione Karl-Fischer), il modello/*agent.name* (ossia la strumentazione utilizzata per quel tipo di metodo ovvero: conduttimetro Amel 160, pallone volumetrico tarato, spettrometro FTIR (ThermoFisher - Nicolet iS5 provvisto di modulo ATR iD7), calorimetro DSC Perkin-Elmer 8500 attrezzato di CLN2 Cryofill, titolatore umidità Karl-Fischer Mettler Toledo) e se trattasi di esperimento (*True* nel caso di ogni singolo progetto in questione).

La scheda “*Parameters*” mostra i parametri utilizzati per ogni processo di quel Progetto: *name* indica la grandezza fisica usata come parametro (temperatura per le misure di conducibilità, volume per la densità, intervallo di lunghezze d’onda per l’analisi FT-IR, intervallo di temperatura e velocità di scansione per le misure calorimetriche, tempo e massa per la determinazione del contenuto di umidità), *value* indica i valori numerici delle differenti grandezze mentre in *unit* l’unità di misura utilizzata.

Nella scheda “*Properties*” saranno presentati, analogamente alla scheda “*Parameters*”, con la dicitura *name* il nome della proprietà investigata (conducibilità ionica, densità, picchi dello spettro ATR-FTIR, picchi

endotermici ed esotermici del termogramma DSC, valore di umidità), con *value* e *unit* il valore e l'unità di misura della grandezza sperimentale investigata.

Nella Tabella 2 sono riportate a titolo di esempio la compilazione delle schede “*Process*”, “*Parameters*” e “*Properties*” dei vari “Progetti” riguardanti il liquido ionico PYR₁₄TFSI. Gli altri liquidi ionici (EMITFSI, EMIFSI, N₁₁₁₄FSI) hanno seguito la stessa tipologia di creazione e caricamento.

Tabella 2. Compilazione delle schede “*Process*”, “*Parameters*” e “*Process*” dei diversi Progetti: (a) conducibilità ionica, (b) Densità, (c) Spettroscopia FT-IR, (d) Analisi termica DSC, (e) Contenuto di umidità. A titolo di esempio sono riportate le schede dei Progetti del liquido ionico PYR₁₄TFSI.

(a) Progetto: Conducibilità ionica				
Scheda <i>Process</i>	method	agent.name	agent.version	isExperiment
	Conductivity-meter	Conductivity-meter Amel 160	1	True
Scheda <i>Parameters</i>	name	value	unit	
	Temperature	0	°C	
	Temperature	10	°C	
	Temperature	20	°C	
	Temperature	30	°C	
	Temperature	40	°C	
	Temperature	50	°C	
	Temperature	60	°C	
	Temperature	70	°C	
	Temperature	80	°C	
Scheda <i>Process</i>	name	value	unit	
	ionic conductivity	7,05E-04	S*cm ⁻¹	
	ionic conductivity	1,20E-03	S*cm ⁻¹	
	ionic conductivity	1,89E-03	S*cm ⁻¹	
	ionic conductivity	2,99E-03	S*cm ⁻¹	
	ionic conductivity	4,20E-03	S*cm ⁻¹	
	ionic conductivity	5,49E-03	S*cm ⁻¹	
	ionic conductivity	7,05E-03	S*cm ⁻¹	
	ionic conductivity	8,67E-03	S*cm ⁻¹	
	ionic conductivity	1,04E-02	S*cm ⁻¹	

(b) Progetto: Densità				
Scheda <i>Process</i>	method	agent.name	agent.version	isExperiment
	Density measurements	Volumetric flask	1	True
Scheda <i>Parameters</i>	name	value	unit	
	Volume	10,00 ± 0,05	ml	
Scheda <i>Process</i>	name	value	unit	
	density	1,389 ± 0,006	g/cm ³	

(c) Progetto: Spettroscopia FT-IR				
-----------------------------------	--	--	--	--

Scheda <i>Process</i>	method <i>FT-IR spectroscopy</i>	agent.name FTIR spectrometer (ThermoFisher - Nicolet iS5 provided with ATR iD7 module)	agent.version 1	isExperiment True
Scheda <i>Parameters</i>	name <i>Wavenumber range</i>	value 400-4000	unit cm ⁻¹	
Scheda <i>Process</i>	name	value	unit	
	ATR-FTIR spectrum	2968	cm ⁻¹	
	ATR-FTIR spectrum	2941	cm ⁻¹	
	ATR-FTIR spectrum	2880	cm ⁻¹	
	ATR-FTIR spectrum	1475	cm ⁻¹	
	ATR-FTIR spectrum	1466	cm ⁻¹	
	ATR-FTIR spectrum	1431	cm ⁻¹	
	ATR-FTIR spectrum	1347	cm ⁻¹	
	ATR-FTIR spectrum	1328	cm ⁻¹	
	ATR-FTIR spectrum	1225	cm ⁻¹	
	ATR-FTIR spectrum	1175	cm ⁻¹	
	ATR-FTIR spectrum	1131	cm ⁻¹	
	ATR-FTIR spectrum	1050	cm ⁻¹	
	ATR-FTIR spectrum	1005	cm ⁻¹	
	ATR-FTIR spectrum	964	cm ⁻¹	
	ATR-FTIR spectrum	928	cm ⁻¹	
	ATR-FTIR spectrum	788	cm ⁻¹	
	ATR-FTIR spectrum	762	cm ⁻¹	
	ATR-FTIR spectrum	739	cm ⁻¹	
	ATR-FTIR spectrum	654	cm ⁻¹	
	ATR-FTIR spectrum	641	cm ⁻¹	
	ATR-FTIR spectrum	611	cm ⁻¹	
	ATR-FTIR spectrum	599	cm ⁻¹	
	ATR-FTIR spectrum	569	cm ⁻¹	
	ATR-FTIR spectrum	537	cm ⁻¹	
	ATR-FTIR spectrum	530	cm ⁻¹	
	ATR-FTIR spectrum	511	cm ⁻¹	
(d) Progetto: Analisi termica DSC				
Scheda <i>Process</i>	method <i>Differential Scanning Calorimetry (DSC)</i>	agent.name DSC Perkin-Elmer 8500 equipped with CLN2 Cryofill	agent.version 1	isExperiment True
Scheda <i>Parameters</i>	name <i>Temperature range</i> <i>Scan rate</i>	value -150 - 50 10	unit °C °C/min	
Scheda <i>Process</i>	name	value	unit	
	DSC thermograms	-84	°C	
	DSC thermograms	-53	°C	
	DSC thermograms	-24	°C	
	DSC thermograms	-16	°C	
	DSC thermograms	-7	°C	

(e) Progetto: Contenuto di umidità				
Scheda <i>Process</i>	method	agent.name		agent.version isExperiment
	Karl-Fischer titration	Karl-Fischer titrator Mettler Toledo		1 True
Scheda <i>Parameters</i>	name	value	unit	
	time	20	s	
	weight	0,5	gr	
Scheda <i>Process</i>	name	value	unit	
	Moisture content	<2	ppm	

Inoltre, insieme ai singoli “Progetti”, sono stati allegati alcuni file per rendere maggiormente comprensibile il tipo di esperimento o di analisi effettuata. Tutti i file di tutti “Progetti” possiedono in allegato un file .jpg con descritta la sintesi (riportata in Figura 2), specifica per ogni liquido ionico, ed il file Excel contenente il “Template” compilato ed utilizzato per creare il “Progetto”. I Progetti di conducibilità ionica, FT-IR e DSC allegano file in formato .csv (con i dati sperimentali delle singole misure conduttimetriche, spettroscopiche e calorimetriche) e grafici in formato .jpg (con l’andamento della conducibilità ionica in funzione della temperatura, lo spettro FT-IR ed il termogramma DSC), rispettivamente, di ogni liquido ionico sintetizzato tramite processo *one-pot* e dell’analogo commerciale. I progetti di densità e contenuto di umidità allegano anche un file .jpg con i parametri di processo ed i valori sperimentali ottenuti dalle misure. Uno schema riepilogativo della struttura dei vari Progetti è riportato nella Figura 5.

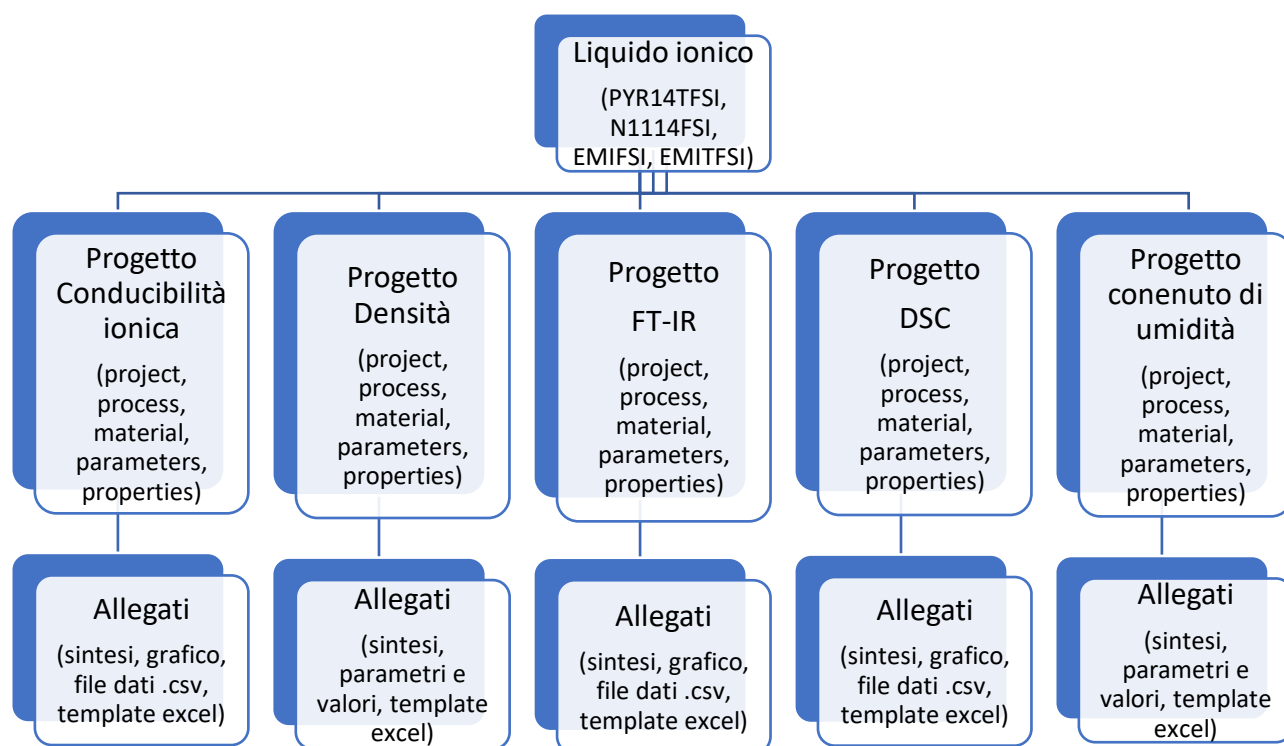


Figura 5. Schema riepilogativo con il contenuto dei vari “Progetti” (conducibilità ionica, densità, FT-IR, DSC, contenuto di umidità) ed i relativi Allegati di ciascun liquido ionico sintetizzato tramite processo *one-pot*.

2.3.3 Caricamento dati sulla piattaforma IEMAP

I singoli “Progetti” (file “*Template*” Excel) dei diversi liquidi ionici sono stati caricati sulla piattaforma informatica IEMAP attraverso la procedura di seguito descritta. A titolo di esempio sono riportati i processi di caricamento dei “Progetti” densità e DSC per il liquido ionico PYR₁₄TFSI.

I “Progetti” sono stati caricati a partire dal “*Template*” compilato descritto nella sotto-sezione 2.3.2 creando prima un file *Metadata* (Figura 6) in formato .json e, successivamente, generando il “Progetto” (Figura 7) sulla piattaforma IEMAP. In questa schermata è possibile vedere le informazioni quali tipo di materiale, parametri e proprietà.

Metadata

To create a new project, you have to upload a metadata file.
Allowed formats are: .xlsx (from template above), .json.

Project metadata correctly parsed!
Below are metadata as JSON:

```

{
  "project": {
    "name": "Materials for Batteries",
    "label": "MB",
    "description": "IEMAP - eco-sustainable synthesis of ionic liquids as innovative solvents for lithium/sodium batteries"
  },
  "process": {
    "method": "Density measurements",
    "agent": {
      "name": "Volumetric flask",
      "version": "1"
    }
  },
  "isExperiment": true,
  "material": {
    "formula": "ionic liquid PYR1,4TFSI"
  },
  "properties": [
    {
      "name": "density",
      "value": "1,389 ± 0,006",
      "unit": "g/cm3"
    }
  ]
}

```

Metadata

To create a new project, you have to upload a metadata file.
Allowed formats are: .xlsx (from template above), .json.

Project metadata correctly parsed!
Below are metadata as JSON:

```

{
  "project": {
    "name": "Materials for Batteries",
    "label": "MB",
    "description": "IEMAP - eco-sustainable synthesis of ionic liquids as innovative solvents for lithium/sodium batteries"
  },
  "process": {
    "method": "Differential Scanning Calorimetry (DSC)",
    "agent": {
      "name": "DSC Perkin-Elmer 8500 equipped with CLN2 Cryofill",
      "version": "1"
    }
  },
  "isExperiment": true,
  "material": {
    "formula": "ionic liquid PYR1,4TFSI"
  }
}

```

```

},
  properties: [
    {
      name: "density",
      value: "1,389 ± 0,006",
      unit: "g/cm3"
    }
  ],
  parameters: [
    {
      name: "Volume",
      value: "10,00 ± 0,05",
      unit: "ml"
    }
  ]
}

```

DATA HAS NOT UPLOADED YET, CLICK ON CREATE PROJECT...

Clear Metadata

Create Project

```

properties: [
  {
    name: "DSC thermograms",
    value: -84,
    unit: "°C"
  },
  {
    name: "DSC thermograms",
    value: -53,
    unit: "°C"
  },
  {
    name: "DSC thermograms",
    value: -24,
    unit: "°C"
  },
  {
    name: "DSC thermograms",
    value: -16,
    unit: "°C"
  },
  {
    name: "DSC thermograms",
    value: -7,
    unit: "°C"
  }
],
parameters: [
  {
    name: "Temperature range",
    value: "-150 - 50",
    unit: "°C"
  },
  {
    name: "Scan rate",
    value: 10,
    unit: "°C/min"
  }
]
}

```

DATA HAS NOT UPLOADED YET, CLICK ON CREATE PROJECT...

Clear Metadata

Create Project

(a)

(b)

Figura 6. File *Metadata* generato dal caricamento dei Progetti: (a) Densità, (b) DSC del liquido ionico PYR1,4TFSI.

Materials for Batteries

MB

ID project: 662774b2a0eae07510cc1769

Project created by ENEA



Material
ionic liquid PYR1,4TFSI
["P", "Y", "R", "T", "F", "S", "I"]



Created
2024-04-23



Type
Volumetric flask - (1)

Experiment



Parameters

Name: Volume Value: 10,00 ± 0,05

Materials for Batteries

MB

ID project: 66277314a0eae07510cc1764

Project created by ENEA



Material
ionic liquid PYR1,4TFSI
["P", "Y", "R", "T", "F", "S", "I"]



Created
2024-04-23



Type
DSC Perkin-Elmer 8500 equipped with
CLN2 Cryofill - (1)

Experiment



Parameters

Name: Temperature range Value: -150 - 50

Name: Scan rate Value: 10

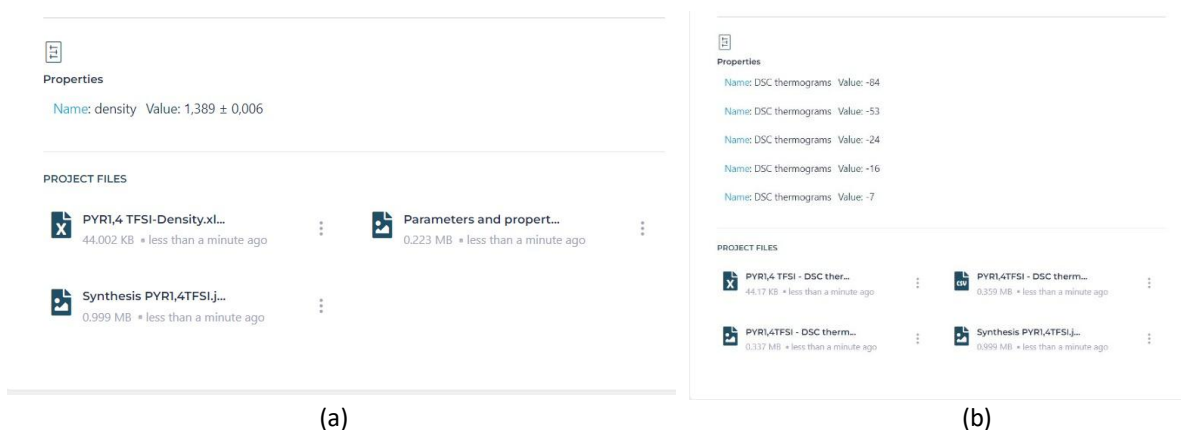


Figura 7. Progetto creato dal caricamento dei Progetti: (a) Densità, (b) DSC del liquido ionico PYR₁₄TFSI.

Una volta caricato il “Progetto”, sono stati allegati tutti i file descritti nella Figura 5. A questo punto, è possibile consultare tutte le informazioni inserite in ogni singolo “Progetto” (Figura 8). Sulla schermata principale del “Research Data Dashboard” è possibile vedere il “Progetto” caricato che, attraverso un menù a tendina, mostra alcune schede del “Template” ed i file allegati (che possono essere scaricati). Complessivamente, sono stati caricati 20 Progetti.

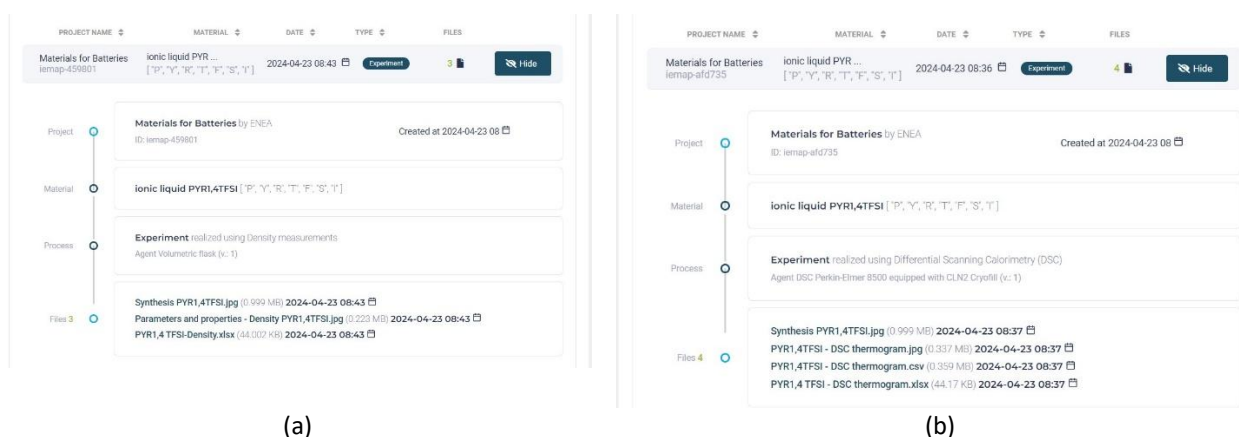


Figura 8. Visualizzazione del Progetto nella schermata “Research Data Dashboard” di: (a) Densità, (b) DSC del liquido ionico PYR₁₄TFSI.

3 Conclusioni

Il Deliverable D2.10 riporta le attività intraprese e i risultati conseguiti relativamente all’interazione del laboratorio/testing automatizzabile per la sintesi/validazione di liquidi ionici, preparati mediante processo *one-pot* descritto nei Deliverable D2.4 e D2.5, con la piattaforma computazionale IEMAP. Sono descritti il metodo di compilazione dei vari “Progetti”: *i*) conducibilità ionica, *ii*) densità, *iii*) FT-IR, *iv*) DSC e *v*) contenuto di umidità per ogni singolo liquido ionico sintetizzato (PYR₁₄TFSI, N₁₁₁₄FSI, EMITFSI, EMIFSI). Complessivamente, sono stati caricati 20 progetti e per ognuno è possibile consultare, direttamente sulla piattaforma IEMAP, materiale, strumentazione, parametri di processo e i risultati ottenuti dalle diverse prove sperimentali condotte sui liquidi ionici. Ai singoli progetti sono stati allegati file di supporto (grafici, file dati, schema procedura di sintesi) con l’obiettivo di fornire dettagli/chiarimenti riguardo i dati ed i risultati ottenuti. Pertanto, la piattaforma IEMAP si propone come un valido strumento per la consultazione e l’accesso a dati per accelerare la ricerca di materiali avanzati per l’energia.

4 Riferimenti bibliografici

- [1] Deliverable D2.4 - Rapporto intermedio, Report D2.4 Progetto IEMAP (Mission Innovation 2021-2024 - I annualità, Linea di attività LA2.4), E. Simonetti, C. Giuliani, G.B. Appetecchi, ENEA (SSPT-PROMAS-MATPRO), luglio 2022.
- [2] Deliverable D2.5 - Rapporto finale, Report D2.5 Progetto IEMAP (Mission Innovation 2021-2024 - II annualità, Linea di attività LA2.4), E. Simonetti, C. Giuliani, G.B. Appetecchi, ENEA (SSPT-PROMAS-MATPRO), maggio 2023.
- [3] *Ionic liquid-based electrolytes for high-energy lithium batteries*, G. B. Appetecchi, M. Montanino, S. Passerini in: *Ionic Liquids Science and Applications*, ACS Symposium Series 1117, eds.: A.E. Visser, N.J. Bridges, R.D. Rogers, American Chemical Society, Washington, DC, 2013.
- [4] S. Brutti, M.A. Navarra, G. Maresca, S. Panero, J. Manzi, E. Simonetti, G.B. Appetecchi, *Electrochimica Acta* 306 (2019) 317-319.
- [5] Deliverable D2.7 - Rapporto intermedio, Report D2.7 Progetto IEMAP (Mission Innovation 2021-2024 - I annualità, Linea di attività LA2.6), E. Simonetti, A. Fava, C. Giuliani, G.B. Appetecchi, ENEA (SSPT-PROMAS-MATPRO), maggio 2023.
- [6] Deliverable D2.8 - Rapporto finale, Report D2.8 Progetto IEMAP (Mission Innovation 2021-2024 - II annualità, Linea di attività LA2.6), A. Fava ENEA (SSPT-PROMAS-MATPRO), G.B. Appetecchi ENEA (TERIN-DEC-ACEL), maggio 2024.
- [7] <https://iemap.enea.it/>
- [8] C. Ronchetti, S. Ferlito, M. Puccini, S. Giusepponi, F. Buonocore, M. Celino, S. Marchio, G. Ponti, La piattaforma IEMAP (Italian Energy Materials Acceleration Platform): Il ruolo dei dati aperti e condivisi, GARR-Conf23-proceedings-02, Conferenza GARR 2023 - Saperi interconnessi, Firenze, 14-16 giugno 2023

5 Abbreviazioni ed acronimi

DSC: calorimetria scansione differenziale

EMI: 1-etil-3-metil-imidazolio

EMIFSI: 1-etil-3-metil-imidazolio bis(fluorosulfonil)immide

EMITFSI: 1-etil-3-metil-imidazolio bis(trifluorometilsulfonil)immide

FSI: bis(fluorosulfonil)immide

FT-IR: Fourier transformer infrared spectroscopy

N₁₁₁₄: *N*-trimetil-*N*-butil-ammonio

N₁₁₁₄FSI: *N*-trimetil-*N*-butil-ammonio bis(fluorosulfonil)immide

PYR₁₄: *N*-butil-*N*-metil-pirrolidinio

PYR₁₄Br: *N*-butil-*N*-metil-pirrolidinio bromuro

PYR₁₄TFSI: *N*-butil-*N*-metil-pirrolidinio bis(trifluorometilsulfonil)immide

ppm: parti per milione

TFSI: bis(trifluorometilsulfonil)immide

IEMAP: Italian Platform For The Accelerated Discovery Of Materials For Energy