Grant agreement no:	Project Acronym:	Project title:
711792	**LiRichFCC**	**Novel Cathode Materials for Lithium Ion Batteries**

Organization name of lead contractor:	Document version:
Karlsruhe Institute of Technology	**2017-02-28**

Work package:
WP 1: Disordered Bulk Structures

Title:
D1.1: Material Synthesis (Milestone 1)

Start date of project:	Contractual Delivery Date:	Actual Delivery Date:
Oct. 1st 2016 **(duration 36 months)**	**2017-03-31**	**2017-03-31**

Dissemination level:

☒ **PU (Public)**

☐ **CO (Confidential, only members of the consortium + Commission)**

Authors (beneficiary name):

Christian Baur (KIT)

Johann Chable (KIT)

Maximilian Fichtner (KIT)

This project has received funding from the European Union's Horizon 2020 research and innovation programme under grant agreement No 711792.

1 SUMMARY

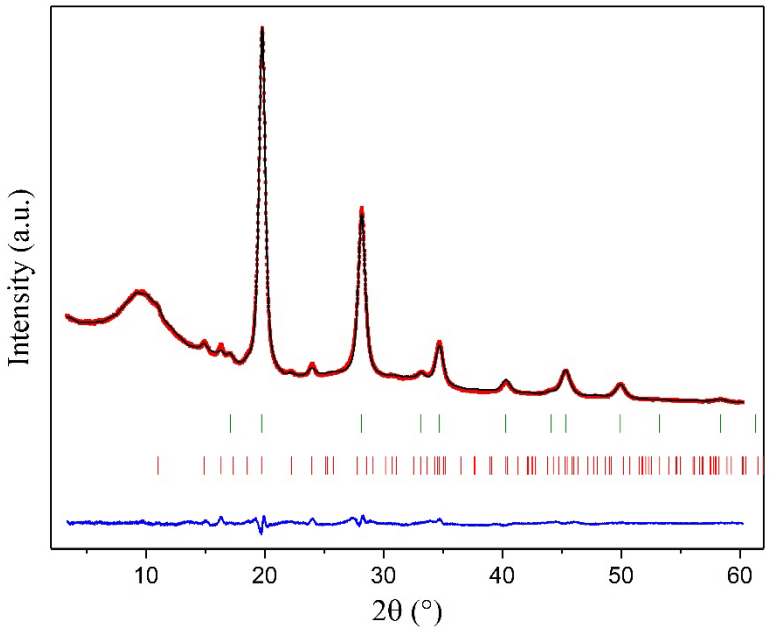
The LiRichFCC consortium has successfully synthesized a first set of test materials and distributed it to the partners. In the following, the nature of the synthesized materials is briefly described and basic characterization data are shown. Lastly, shipment documents prove distribution of materials to the project partners.

2 MATERIAL SYNTHESIS

The Li_2VO_2F compound sent to the project partners was synthesized by a simple mechanochemical ball milling approach using a Fritsch Pulverisette 6 planetary ball mill. The precursor compounds Li_2O, V_2O_3 and LiF were loaded into a Si_3N_4 milling vial with Si_3N_4 balls under argon atmosphere in a glove box. The powder mixture was milled in the sealed vial at 600 rpm for 40 h.
Electrodes films were prepared by ball milling the active material Li_2VO_2F with acetylene black under argon atmosphere in a Si_3N_4 milling vial with Si_3N_4 balls. Afterwards, the active material/ acetylene black composite was added to a solution of Polyvinylidene fluoride (PVDF) binder dissolved in N-Methyl-2-pyrrolidone (NMP) and mixed at high rpm in a ball mill. The resulting electrode slurry was casted on Al foil using a doctor blade. The final composition of the electrode film was 70 wt.% Li_2VO_2F, 20 wt.% acetylene black and 10 wt.% PVDF-binder.

3 MATERIAL CHARACTERIZATION

The Li_2VO_2F compound shipped to the project partners was characterized through powder X-Ray Diffraction (XRD).
Obtained diffraction patterns show an almost pure compound with a small apparent V_2O_3 impurity amount. A Rietveld refinement of the shipped compound was undertaken with the Fullprof software, in order to quantify the obtained or remaining phases. The chosen space group for this disordered rock salt structure was Fm-3m and 18 profile and structure parameters were refined. The refinement reliability parameters were very good as presented in the refinement outcome in Figure 1. It confirms the samples purity: 98% of Li_2VO_2F with only 2% of unreacted V_2O_3, in weight.



Phase 1 : Li_2VO_2F	
R_{bragg}	2.58
Cell parameter a (Å)	4.108(2)
wt%	98
Phase 2 : V_2O_3	
Cell parameter a (Å)	4.96(2)
Cell parameter c (Å)	14.02(8)
wt%	2

Figure 1: Rietveld refinement outcome of the XRD pattern of the Li_2VO_2F compound.

Further characterization of the Li_2VO_2F compound was conducted by galvanostatic cycling of the prepared electrodes. 2-electrode Swagelok-type cells were assembled in a glovebox using Li metal as counter electrode, glass fiber separators (Whatman) and LP30 electrolyte (1 M $LiPF_6$ in EC/DMC 1:1 by weight). The discharge capacity within the first 20 cycles is depicted in Figure 2. The measured discharge capacity is in agreement with the literature[1].

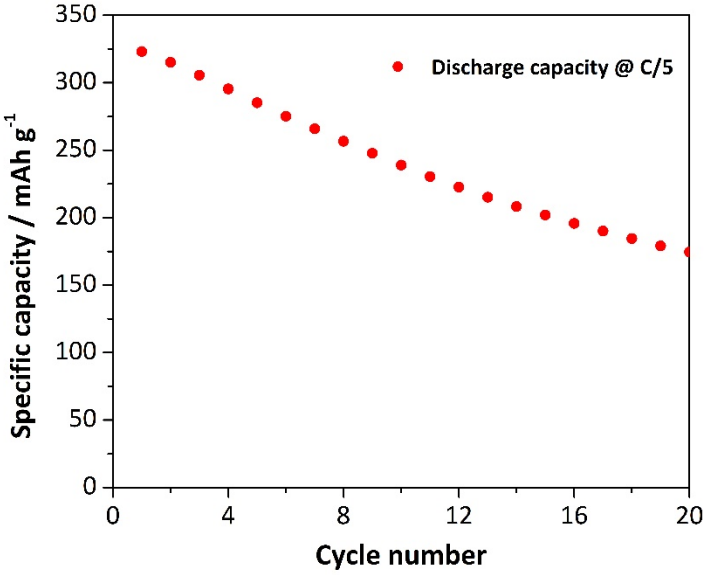


Figure 2: Discharge capacity of Li_2VO_2F / Li half cells cycled at 25 °C at a C/5 rate with $LiPF_6$ 1 M in EC/DMC 1:1 (by weight) electrolyte.

Figure 3 shows the voltage profile of Li_2VO_2F / Li half cells. The sloping profile of the charge/discharge curves indicates a single-phase intercalation process as described in the literature[1].

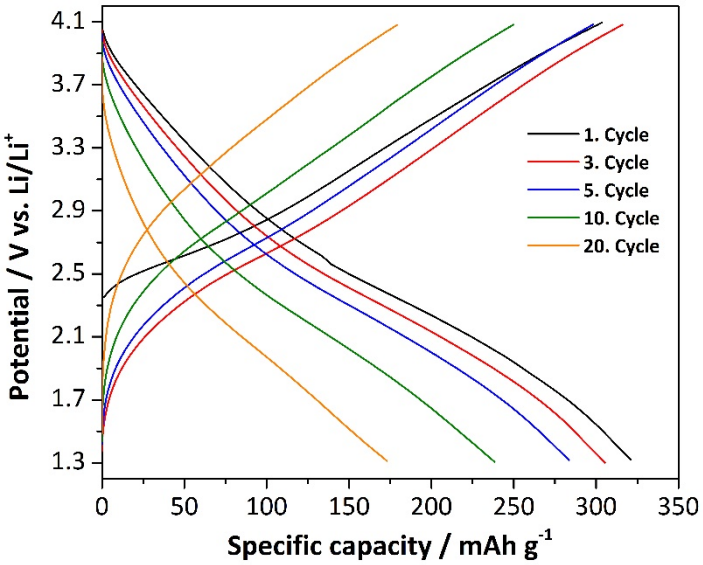


Figure 3: Voltage profile of Li_2VO_2F / Li half cells cycled at 25 °C at a C/5 rate with $LiPF_6$ 1 M in EC/DMC 1:1 (by weight) electrolyte.

[1] R. Chen, S. Ren, M. Knapp, D. Wang, R. Witter, M. Fichter, H. Hahn, *Adv. Energy Mater.* **2015**, 1401814

4 SHIPMENT DOCUMENTATION

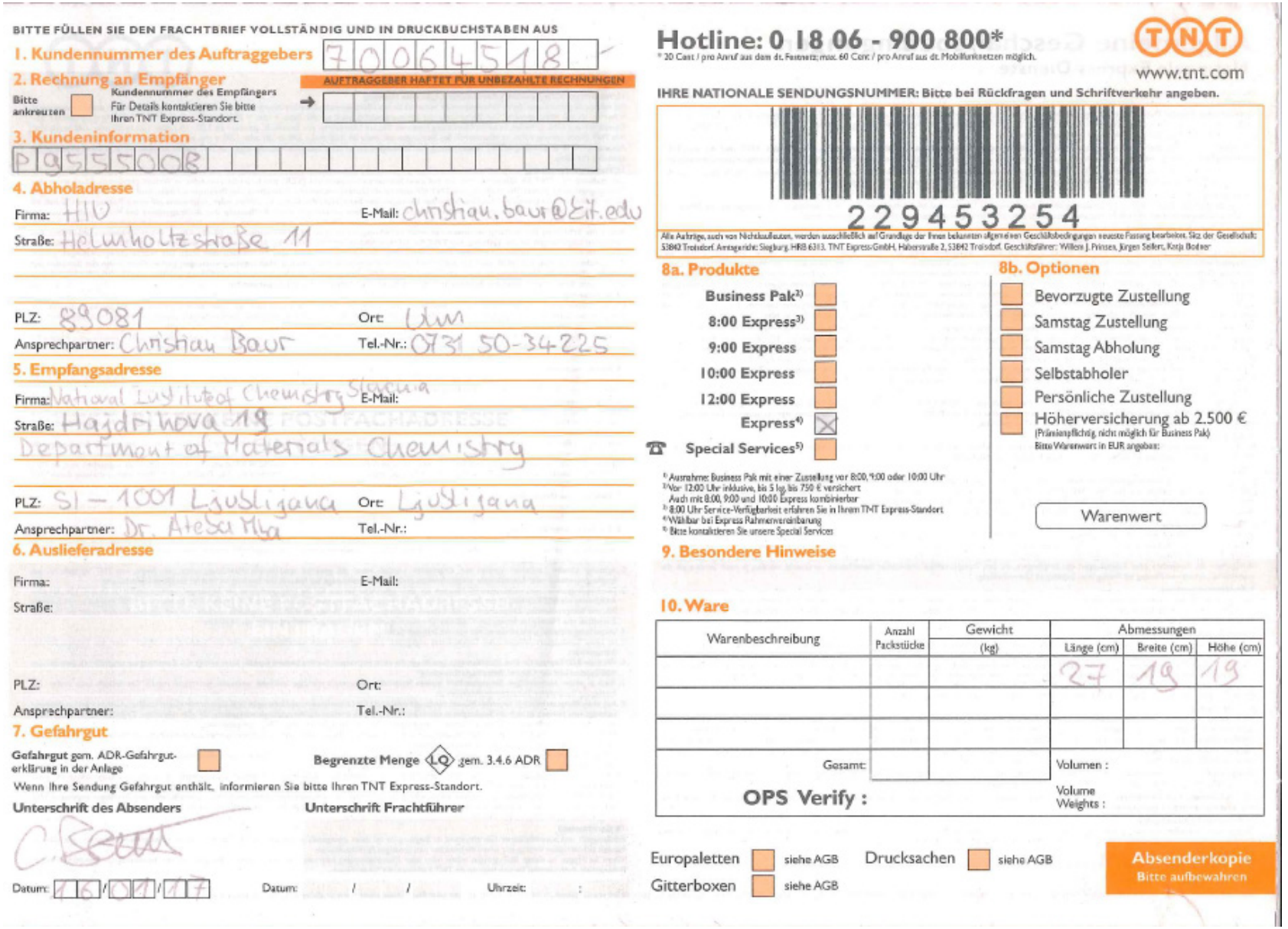
The pure compound has been shipped to the following project partners (Figure 3: Shipment documentation 1.; Figure 4: Shipment documentation 2.):

Daniel Brandell
Department of Chemistry - Ångström Laboratory
Lägerhyddsvägen 1
75121 Uppsala (Sweden)

Ateba Mba Jean-Marcel
Kemijski inštitut
Hajdrihova 19
SI-1000 Ljubljana
Odsek za kemijo materialov

The prepared electrode film was send to:

Matthieu Le Digabel
CEA Le Ripault
Bâtiment 375
Place Raoul Dautry
37260 MONTS (France)



BITTE FÜLLEN SIE DEN FRACHTBRIEF VOLLSTÄNDIG UND IN DRUCKBUCHSTABEN AUS

1. Kundennummer des Auftraggebers 70064518

2. Rechnung an Empfänger — AUFTRAGGEBER HAFTET FÜR UNBEZAHLTE RECHNUNGEN
Bitte ankreuzen. Kundennummer des Empfängers. Für Details kontaktieren Sie bitte Ihren TNT Express-Standort.

3. Kundeninformation
P95550GB

4. Abholadresse
Firma: HIU — E-Mail: christian.baur@kit.edu
Straße: Helmholtzstraße 11
PLZ: 89081 — Ort: Ulm
Ansprechpartner: Christian Baur — Tel.-Nr.: 0731 50-34225

5. Empfangsadresse
Firma: National Institute of Chemistry Slovenia — E-Mail:
Straße: Hajdrihova 19
Department of Materials Chemistry
PLZ: SI – 1001 Ljubljana — Ort: Ljubljana
Ansprechpartner: Dr. Ateša Mla — Tel.-Nr.:

6. Auslieferadresse
Firma: — E-Mail:
Straße:
PLZ: — Ort:
Ansprechpartner: — Tel.-Nr.:

7. Gefahrgut
Gefahrgut gem. ADR-Gefahrgut-erklärung in der Anlage ☐ — Begrenzte Menge LQ gem. 3.4.6 ADR ☐
Wenn Ihre Sendung Gefahrgut enthält, informieren Sie bitte Ihren TNT Express-Standort.

Unterschrift des Absenders — Unterschrift Frachtführer
C. Baur
Datum: 16/01/17 — Datum: / / — Uhrzeit: :

Hotline: 0 18 06 - 900 800*
* 20 Cent / pro Anruf aus dem dt. Festnetz; max. 60 Cent / pro Anruf aus dt. Mobilfunknetzen möglich.
TNT www.tnt.com

IHRE NATIONALE SENDUNGSNUMMER: Bitte bei Rückfragen und Schriftverkehr angeben.
229453254

Alle Aufträge, auch von Nichtkaufleuten, werden ausschließlich auf Grundlage der Ihnen bekannten allgemeinen Geschäftsbedingungen neueste Fassung bearbeitet. Sitz der Gesellschaft: 53842 Troisdorf. Amtsgericht: Siegburg, HRB 6313. TNT Express GmbH, Habersstraße 2, 53842 Troisdorf. Geschäftsführer: Willem J. Prinsen, Jürgen Sellers, Katja Bottner

8a. Produkte
- Business Pak[2] ☐
- 8:00 Express[3] ☐
- 9:00 Express ☐
- 10:00 Express ☐
- 12:00 Express ☐
- Express[4] ☒
- Special Services[5] ☐

8b. Optionen
- ☐ Bevorzugte Zustellung
- ☐ Samstag Zustellung
- ☐ Samstag Abholung
- ☐ Selbstabholer
- ☐ Persönliche Zustellung
- ☐ Höherversicherung ab 2.500 € (Prämienpflichtig, nicht möglich für Business Pak) Bitte Warenwert in EUR angeben:

Warenwert

[2] Ausnahme: Business Pak mit einer Zustellung vor 8:00, 9:00 oder 10:00 Uhr
[3] Vor 12:00 Uhr inklusive, bis 5 kg, bis 750 € versichert. Auch mit 8:00, 9:00 und 10:00 Express kombinierbar
[3] 8:00 Uhr Service-Verfügbarkeit erfahren Sie in Ihrem TNT Express-Standort
[4] Wählbar bei Express Rahmenvereinbarung
[5] Bitte kontaktieren Sie unsere Special Services

9. Besondere Hinweise

10. Ware

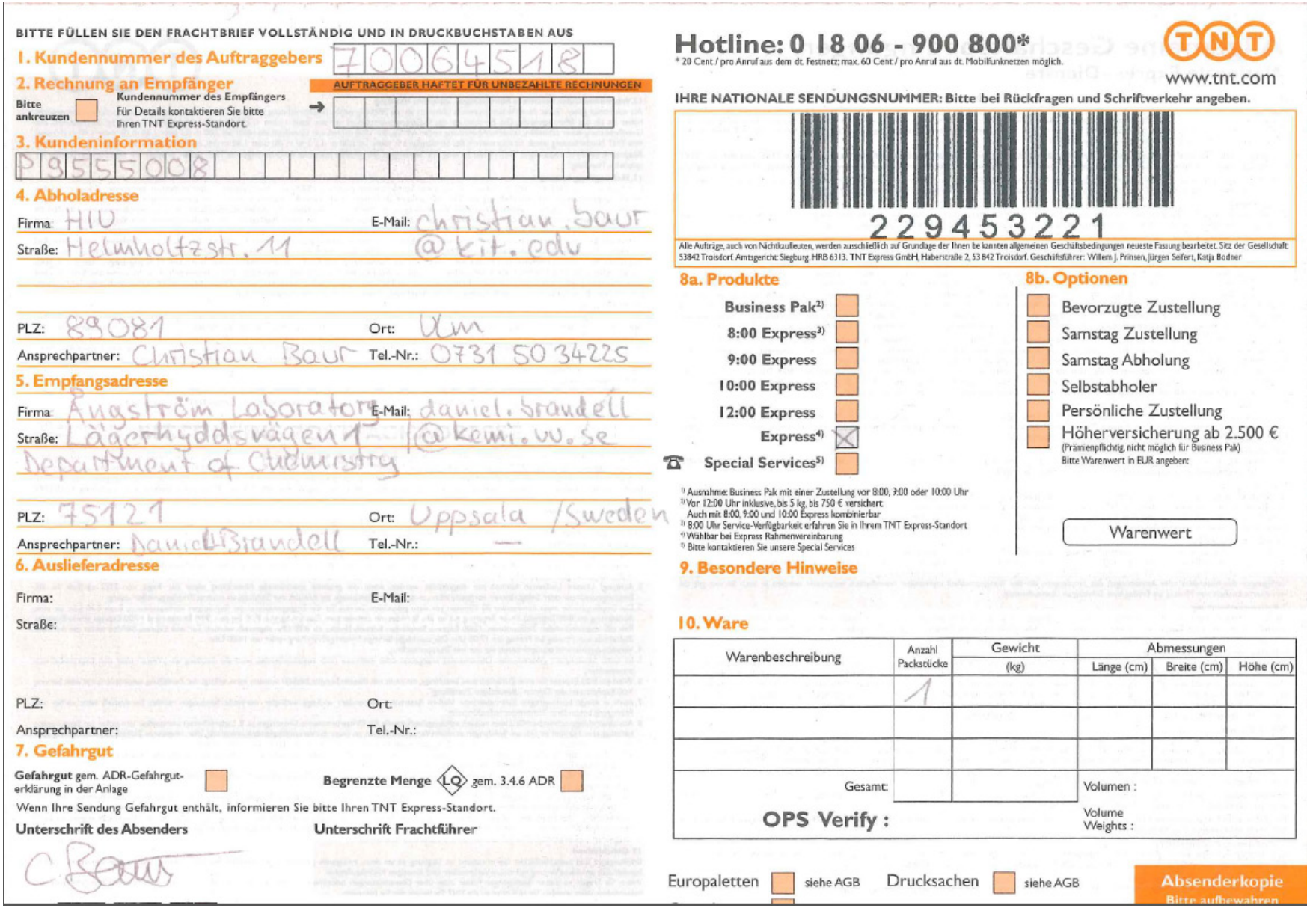
Warenbeschreibung	Anzahl Packstücke	Gewicht (kg)	Abmessungen Länge (cm)	Breite (cm)	Höhe (cm)
			27	19	19
Gesamt:			Volumen :		

OPS Verify : — Volume Weights :

Europaletten ☐ siehe AGB — Drucksachen ☐ siehe AGB
Gitterboxen ☐ siehe AGB

Absenderkopie
Bitte aufbewahren

Figure 4: Shipment documentation 1.



BITTE FÜLLEN SIE DEN FRACHTBRIEF VOLLSTÄNDIG UND IN DRUCKBUCHSTABEN AUS

1. Kundennummer des Auftraggebers 70064518

2. Rechnung an Empfänger — AUFTRAGGEBER HAFTET FÜR UNBEZAHLTE RECHNUNGEN
Bitte ankreuzen ☐ Kundennummer des Empfängers Für Details kontaktieren Sie bitte Ihren TNT Express-Standort.

3. Kundeninformation P955500 8

4. Abholadresse
Firma: HIU E-Mail: christian.baur@kit.edu
Straße: Helmholtzstr. 11
PLZ: 89081 Ort: Ulm
Ansprechpartner: Christian Baur Tel.-Nr.: 0731 50 34225

5. Empfangsadresse
Firma: Ångström Laboratory E-Mail: daniel.brandell@kemi.uu.se
Straße: Lägerhyddsvägen 1
Department of Chemistry
PLZ: 75121 Ort: Uppsala / Sweden
Ansprechpartner: Daniel Brandell Tel.-Nr.: —

6. Auslieferadresse
Firma: E-Mail:
Straße:
PLZ: Ort:
Ansprechpartner: Tel.-Nr.:

7. Gefahrgut
Gefahrgut gem. ADR-Gefahrgut-erklärung in der Anlage ☐ Begrenzte Menge LQ gem. 3.4.6 ADR ☐
Wenn Ihre Sendung Gefahrgut enthält, informieren Sie bitte Ihren TNT Express-Standort.

Unterschrift des Absenders: C Baur Unterschrift Frachtführer

Hotline: 0 18 06 - 900 800*
* 20 Cent / pro Anruf aus dem dt. Festnetz; max. 60 Cent / pro Anruf aus dt. Mobilfunknetzen möglich.
TNT www.tnt.com

IHRE NATIONALE SENDUNGSNUMMER: Bitte bei Rückfragen und Schriftverkehr angeben.
229453221

Alle Aufträge, auch von Nichtkaufleuten, werden ausschließlich auf Grundlage der Ihnen bekannten allgemeinen Geschäftsbedingungen neueste Fassung bearbeitet. Sitz der Gesellschaft: 53842 Troisdorf. Amtsgericht: Siegburg. HRB 6313. TNT Express GmbH, Haberstraße 2, 53842 Troisdorf. Geschäftsführer: Willem J. Prinsen, Jürgen Seifert, Katja Bodner

8a. Produkte
- Business Pak[2] ☐
- 8:00 Express[3] ☐
- 9:00 Express ☐
- 10:00 Express ☐
- 12:00 Express ☐
- Express[4] ☒
- Special Services[5] ☐

8b. Optionen
- ☐ Bevorzugte Zustellung
- ☐ Samstag Zustellung
- ☐ Samstag Abholung
- ☐ Selbstabholer
- ☐ Persönliche Zustellung
- ☐ Höherversicherung ab 2.500 € (Prämienpflichtig, nicht möglich für Business Pak) Bitte Warenwert in EUR angeben:

Warenwert

[1] Ausnahme: Business Pak mit einer Zustellung vor 8:00, 9:00 oder 10:00 Uhr
[2] Vor 12:00 Uhr inklusive, bis 5 kg, bis 750 € versichert. Auch mit 8:00, 9:00 und 10:00 Express kombinierbar
[3] 8:00 Uhr Service-Verfügbarkeit erfahren Sie in Ihrem TNT Express-Standort
[4] Wählbar bei Express Rahmenvereinbarung
[5] Bitte kontaktieren Sie unsere Special Services

9. Besondere Hinweise

10. Ware

Warenbeschreibung	Anzahl Packstücke	Gewicht (kg)	Abmessungen Länge (cm)	Breite (cm)	Höhe (cm)
	1				
Gesamt:			Volumen :		

OPS Verify : Volume Weights :

Europaletten ☐ siehe AGB Drucksachen ☐ siehe AGB

Absenderkopie Bitte aufbewahren

Figure 5: Shipment documentation 2.