

PLAN DE INVESTIGACIÓN (PI) ¹

Título:

Electrolitos sólidos basados en haluros para baterías de Li de estado sólido

Doctorando

Nombre:

Raul Artal López

e-mail:

r.artal@csic.es

Director

Nombre:

Ainara Aguadero Garín

Institución:

Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid (ICMM)

Co-Director

Nombre:

Ricardo Jiménez Riobóo

Institución:

Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid (ICMM)

Tutor

Nombre:

Pilar Ocón Esteban

Fecha de Matrícula:

10/2022

Fecha:

09/01/2023

Tesis en cotutela: ☒ SI ☐ NO

Universidad:

Universidad Autónoma de Madrid (UAM)

Doctorado Industrial: ☐ SI ☒ NO

Empresa en que el doctorado está contratado:

¹ Este documento deberá tener una extensión orientativa de entre cinco y diez páginas, anexos aparte. No será necesaria la cumplimentación de los subapartados 3.1 y 3.2 en aquellos programas en los que las comisiones académicas así lo establezcan.

1. Antecedentes y estado actual del tema

Ante el incesante auge de la globalización y la movilidad, las emisiones de CO₂ a la atmósfera no dejan de incrementar anualmente, generando un impacto claramente negativo en nuestro ecosistema. Ante esta situación, los vehículos eléctricos, juegan un papel fundamental para la mitigación de los daños causados por los vehículos de combustión. Actualmente, las baterías de ion litio (LIBs) son las más empleadas en cuanto a electro movilidad se refiere. Sin embargo, presentan una serie de limitaciones como son la baja densidad energética y los problemas de seguridad asociados a los disolventes orgánicos que emplean para solubilizar las sales de litio empleadas como electrolito. ¹

Una de las estrategias para resolver la problemática asociada a las baterías de ion litio, reside en substituir el electrolito líquido empleado tradicionalmente, por un electrolito sólido capaz de conducir iones litio. Esto permitiría no solo obtener baterías de mayor seguridad, si no también de mayor densidad energética. Además de evitar el uso de disolventes orgánicos generando así también un beneficio a nivel ecológico. ²

En este sentido, se han estudiado diferentes electrolitos sólidos (inorgánicos, poliméricos...) para su aplicación en baterías de litio de estado sólido (ASSLiBs). Entre estos, destacan los electrolitos inorgánicos cerámicos, ya que presentan mejores propiedades mecánicas, mayor seguridad, estabilidad térmica y conductividad iónica que otros electrolitos sólidos como los poliméricos. ²

Entre estos, destaca la familia de los haluros, del tipo Li₃MX₆ desde que demostraron en 2018 valores de conductividad iónica del orden de 10⁻³ S·cm⁻¹ para el caso del Li₃YCl₆ y el Li₃YBr₆. ³ Además de valores de conductividad iónica elevados, los haluros presentan una serie de ventajas como una amplia ventana de estabilidad electroquímica de alrededor de 4V, lo que permite emparejarlos con materiales catódicos de alto voltaje. Presentan también una buena compatibilidad química frente a cátodos del tipo LiCoO₂ (LCO). Además, este tipo de materiales pueden ser preparados a través de rutas sintéticas escalables y respetuosas con el medio ambiente como pueden ser la síntesis acuosa en disolución, la síntesis termoquímica o la síntesis mecanoquímica (HEBM).

Todo esto, hace de esta familia de electrolitos sólidos una alternativa prometedora para el desarrollo de baterías de estado sólido de altas prestaciones. Sin embargo, presentan una serie de limitaciones que deben ser debidamente estudiados para su correcta optimización, como puede ser la relación entre la estructura cristalina de dichos materiales y la conductividad iónica de los mismos, además de la influencia de la composición de dichos haluros en dicha conductividad.

En la literatura, se identifican diferentes estrategias para llevar a cabo el estudio de la relación entre estructura cristalina y conductividad, y para el aumento y optimización de esta última. ^{4,5}

Entre estas, destacan la modulación de la estructura cristalina mediante la substitución del metal central, la substitución aliovalente del metal central para la modulación de la concentración de transportadores de carga (Li⁺ o huecos), la substitución del haluro (*i.e.*, Cl por Br) y la síntesis de materiales análogos por distintas rutas sintéticas.

Para los materiales de esta familia, se reportan en la literatura valores en torno a 10⁻³ S·cm⁻¹ que se tomarán como punto de partida para el desarrollo de esta tesis doctoral.

1.1. Experiencia previa del Grupo de Investigación

Ainara Aguadero ha desarrollado su carrera en el estudio y optimización de propiedades de transporte iónico y electrónico en el estado sólido con énfasis en el desarrollo de nuevos materiales y la ingeniería de interfases. En la actualidad pertenece al grupo de materiales para la Energía del ICMM, que cuenta con gran experiencia en el estudio de diversos tipos de cerámicos conductores para aplicaciones en energía, desde conductores mixtos, iónicos puros, catalizadores para dispositivos electroquímicos de estado sólido como baterías, pilas de combustible y electrolizadores. Además, el grupo tiene amplia experiencia tanto en el desarrollo de propiedades de cristal como en el estudio y optimización de interfases de estado sólido. En cuanto a las técnicas de caracterización destacan la experiencia en técnicas de análisis químico superficial como en técnicas de determinación estructural avanzadas de neutrones y sincrotrón tanto *ex situ* como en el diseño de medidas operando.

Por otra parte, Ricardo Jiménez, realizó su tesis doctoral en el estudio de las propiedades eléctricas de electrolitos sólidos empleando técnicas como la espectroscopía electroquímica de impedancia (EIS), por lo que cuenta con gran experiencia en el campo de los electrolitos sólidos y su caracterización. Además, pertenece al grupo de óxidos electroactivos para dispositivos inteligentes, que cuenta con amplia experiencia en la preparación de capas delgadas y dispositivos inteligentes, abriendo así la posibilidad de integrar los materiales estudiados en esta tesis en baterías de alta superficie mediante técnicas de impresión.

2. Objetivos y planteamiento

Como objetivos de esta tesis se plantean:

- Síntesis y caracterización de diferentes haluros de la familia Li_3MX_6
- Estudio y optimización de la conductividad iónica de los diferentes haluros
- Realizar una caracterización exhaustiva de los materiales para el estudio de la correlación de los diferentes parámetros estructurales con la conductividad iónica
- Caracterización electroquímica de los electrolitos en semicelda y celda completa
- Estudiar la potencial aplicación de estos materiales en el desarrollo de baterías de alta superficie mediante *robot-casting*

3. Metodología y plan de trabajo

	1r año				2º año				3r año			
	T1	T2	T3	T4	T1	T2	T3	T4	T1	T2	T3	T4
A1. Revisión bibliográfica												
A2. Diseño experimental												
A3. Síntesis Haluros												
A4. Caracterización Haluros												
A5. Ensamblado baterías												
A6. Análisis y revisión de resultados												
A7. Redacción memoria tesis												

En este punto, se puede observar la distribución cronológica del plan de trabajo propuesto para el desarrollo de esta tesis. De forma más concreta, a continuación se detallan cada una de las actividades y la metodología que se va a seguir para su desempeño:

Actividad 1. Revisión bibliográfica

Durante el transcurso de toda la tesis doctoral, se va a llevar a cabo una revisión continua y sistemática del estado del arte en el tema de aplicación de la misma, para estar constantemente al día de estudios que se puedan estar llevando a cabo y a expensas de cualquier publicación altamente relevante que pudiese cambiar el rumbo de dicha tesis.

Actividad 2. Diseño experimental

En base a la revisión bibliográfica previa al inicio de la tesis y teniendo en cuenta los objetivos principales de la misma, se realizará una propuesta de diseño experimental más concreto por parte del doctorando a sus directores de tesis para dar comienzo al trabajo experimental.

Actividad 3. Síntesis de nuevos haluros de la familia Li_3MCl_6 o similar

Esta actividad se centra en la síntesis y preparación de nuevos haluros metálicos de las familias Li_3MX_6 y Li_2MX_4 donde $\text{M} = \text{Y}, \text{In}, \text{Al}, \text{Zr}, \text{Fe}, \text{Mg}, \dots$ y $\text{X} = \text{Cl}, \text{Br}, \dots$

La síntesis de dichos materiales se llevará a cabo principalmente por rutas sintéticas en estado sólido, como pueden ser la molienda de alta energía (HEBM) o la síntesis termoquímica.

En esta actividad también se va a estudiar el dopado de dichos materiales de partida con cantidades menores de otros metales centrales M, que pueda llevar a diferencias en la estructura cristalina de dichos materiales y en sus conductividades iónicas, siendo posible así la optimización de electrolitos sólidos con buenos valores de conductividad iónica en base a su composición y estructura cristalina.

Actividad 4. Caracterización de los haluros

Se van a realizar estudios de caracterización exhaustivos de los nuevos materiales preparados tanto a nivel estructural, como composicional y electroquímico.

Para la caracterización estructural se va a hacer uso de técnicas de análisis como la difracción de rayos X (DRX) y técnicas de determinación estructural avanzadas como la difracción de neutrones y sincrotrón tanto *ex-situ* como operando.

Para la caracterización química de los materiales preparados, se va a hacer uso de técnicas de análisis químico como el ICP-OES, análisis mediante EDX o mediante XPS o fluorescencia de rayos X (XRF).

En cuanto a la caracterización electroquímica, se estudiarán los nuevos materiales mediante técnicas como la espectroscopia electroquímica de impedancias (EIS), tanto a altas como a bajas temperaturas mediante el uso de criostato. También se estudiará su ventana de estabilidad electroquímica mediante voltamperometría cíclica (CV).

Actividad 5. Ensamblado de las baterías de Li de estado sólido (ASSLiBs)

Una vez sintetizados y caracterizados los nuevos electrolitos sólidos preparados, se ensamblarán celdas tanto en configuración de semicelda como de celda completa para su estudio electroquímico en el contexto de aplicación.

Para ello, se realizarán estudios de ciclado galvanostático a diferentes valores de C-rate para determinar la estabilidad de las celdas conformadas. Estudios de compatibilidad química y electroquímica con diferentes materiales catódicos y anódicos mediante voltamperometría cíclica y EIS.

Actividad 6. Análisis y revisión de resultados

Esta actividad se va a llevar a cabo paralelamente desde el inicio de los trabajos experimentales con la intención de mantener una investigación de calidad.

Esta consiste en un constante análisis y revisión crítica de los resultados obtenidos lo antes posible, para evitar dirigir la tesis hacia caminos erróneos y evitar la reproducción de experimentos que se hayan llevado a cabo con mal resultado.

Actividad 7. Redacción de la tesis doctoral

Esta actividad corresponde con el fin de la tesis doctoral, en ella se realizará una memoria descriptiva de los trabajos realizados durante la misma y una defensa de los mismos frente a un tribunal experto.

3.1. Impacto previsto

La tecnología de baterías de estado sólido está en un punto crítico entre el gran potencial que presenta y la inviabilidad hasta la fecha de integrar una celda completa de estado sólido que al menos iguale el funcionamiento de las celdas actuales comerciales. Es por esto vital centrar esfuerzos en diseñar dispositivos que puedan ser viables y escalables. Todo esto hace que nuestro **proyecto sea extremadamente importante y necesario a desarrollar en el momento actual**.

El tema de estudio es un tema candente y de gran relevancia en esta área ya que pretende estabilizar el ciclado de baterías de estado sólido de Li metal a altas densidades de corriente por lo que cualquier avance o buen resultado podría generar un gran impacto y un nuevo punto de vista para la comunidad científica trabajando en este campo. El desarrollo de un electrolito sólido con un buen desempeño y que, a su vez, presente capacidad de ser procesado mediante técnicas de impresión para el desarrollo de una buena batería de alta superficie capaz de trabajar sin presión, sería un avance de alto impacto en el campo.

Los dos **tutores** presentan alta **complementariedad** para poder llevar a cabo el proyecto con éxito. Por un lado, RJ tiene amplia experiencia en el procesado a baja temperatura de electrolitos sólidos mediante técnicas impregnación. Preparación de láminas gruesas (10-200 μm) mediante tape-casting y "robo-casting". Láminas delgadas mediante depósito de soluciones (sol-gel) y "spin-coating" o "dip-coating". Realización de diseños de batería mediante impresión aditiva por "robo-casting" 3D. Por otro lado, AA ha centrado sus últimos años de carrera en el estudio y optimización de intercaras de estado sólido incluyendo la funcionalización y su análisis *operando* mediante diferentes técnicas de análisis superficial. AA ha demostrado la estabilización de la interfase metal alcalino/electrolito sólido a altas densidades de corriente mediante ingeniería de superficie, logrando un funcionamiento óptimo de la intercara.

Los resultados de esta tesis serán difundidos mediante su publicación en las revistas científicas más relevantes del área de energía y materiales, así como su divulgación a través de conferencias y simposio nacionales e internacionales.

Ambos directores poseen una amplia trayectoria científica en el área con un elevado número de publicaciones en revistas de alto impacto y visibilidad internacional estando implicados en la organización de importantes conferencias en el área, lo que asegurará la integración del candidato en los foros fundamentales para divulgar su investigación.

3.2. Plan de financiación y movilidad

La tesis doctoral tratada en este documento, se realiza financiada dentro del marco de un Proyecto europeo dentro del programa HORIZON. (HORIZON-CL5-2021-D2-01-03).

Dentro del proyecto los diferentes colaboradores introducen plataformas de interacción y posibilidades de movilidad para el doctorando. Cabe resaltar que AA tiene una posición de Visiting Reader en el Departamento de Materiales del Imperial College London y que se provee que el doctorando haga 2-3 estancias allí de 2 semanas de duración durante su tesis. Estos viajes han sido contemplados en el presupuesto de viajes concedido en el proyecto europeo en el que este programa se engloba.

Además, debido a la necesidad de realizar medidas en grandes instalaciones de neutrones y sincrotrón, esta también previsto en el presupuesto estancias varias de 2-3 días en Grenoble y Alba.

Finalmente, dado que es proyecto pretende formar al doctorado se ha contemplado en el presupuesto su asistencia a congresos, simposios y workshops.

Está previsto que el doctorando forme parte del equipo investigador del proyecto MOS-CSIC 2021 OSTW200002 "Low-Temperature Integration of Composite Electrodes for Competitive All Solid State Li Batteries". Este proyecto está muy relacionado con la temática de investigación del doctorando.

4. Bibliografía inicial

1. Tomita, Y., Matsushita, H., Maeda, Y., Kobayashi, K. & Yamada, K. Synthesis and characterization of lithium ion conductors, Li₃InBr₆ and their substituted compounds. *Defect and Diffusion Forum* **242–244**, 17–25 (2005).
2. Luo, X. *et al.* A Novel Ethanol-Mediated Synthesis of Superionic Halide Electrolytes for High-Voltage All-Solid-State Lithium-Metal Batteries. *ACS Appl Mater Interfaces* **14**, 29844–29855 (2022).
3. Li, X. *et al.* Progress and perspectives on halide lithium conductors for all-solid-state lithium batteries. *Energy and Environmental Science* vol. 13 1429–1461 Preprint at <https://doi.org/10.1039/c9ee03828k> (2020).
4. Kwak, H. *et al.* Emerging Halide Superionic Conductors for All-Solid-State Batteries: Design, Synthesis, and Practical Applications. *ACS Energy Letters* vol. 7 1776–1805 Preprint at <https://doi.org/10.1021/acseenergylett.2c00438> (2022).
5. Liang, J. *et al.* A Series of Ternary Metal Chloride Superionic Conductors for High-Performance All-Solid-State Lithium Batteries. *Adv Energy Mater* **12**, (2022).

Firma Doctorando

Vº Bº Director

Vº Bº Tutor

ANEXO I : *Curriculum vitae del director o directores de la tesis*

Adjuntar en documento aparte un *CV abreviado* del director o directores, preferentemente en el formato utilizado por el MINECO, indicando únicamente méritos de investigación y transferencia, referidos solo a los últimos 6 años.

ANEXO II: Cuestionario sobre implicaciones éticas

Indicar si la propuesta del plan de investigación contempla alguno/s de los siguientes aspectos:

- A: Investigación con seres humanos o uso de datos personales..... ☐ SI ☐ NO
- B: La investigación implica contacto habitual con menores..... ☐ SI ☐ NO
- C: Utilización de muestras biológicas humanas o información genética..... ☐ SI ☐ NO
- D: Experimentación animal..... ☐ SI ☐ NO
- E: Utilización de agentes biológicos de riesgo para la salud humana, animal o para las plantas ☐ SI ☐ NO
- F: Uso de organismos modificados genéticamente (OMGs)..... ☐ SI ☐ NO

En caso de haber contestado afirmativamente a uno o más ítems, y después de que el Plan de Investigación haya sido evaluado por la Comisión Académica del Programa de Doctorado, el doctorando debe enviar copia de este anexo (junto con la documentación requerida) al Comité de Ética de la Investigación (CEI) de la UAM a la dirección de correo electrónico:

comite.eticainvestigacion@uam.es

Si el trabajo se hace dentro de un Proyecto de Investigación más amplio que cuenta con la aprobación de un Comité de Ética de la Investigación (CEI), especificar:

- Título del proyecto:
- Investigador Principal:
- Fecha y código de aprobación por el CEI-UAM²:

Si el trabajo de investigación no se enmarca en un Proyecto ya aprobado, se ha de enviar, junto al presente Anexo, el Plan de Investigación, que debe incluir las actividades a realizar, y especificar la metodología y el material –en su caso- que se va a utilizar.

Aparte del Plan de Investigación con sus anexos, se adjuntará la siguiente documentación:

- En el **supuesto A**, si la investigación es prospectiva, se deberá aportar el documento de **consentimiento informado** que se utilizará, donde conste la información detallada que recibirá el participante en el estudio. Si la investigación es retrospectiva se deberá establecer un **compromiso de confidencialidad** sobre los posibles datos identificativos de los participantes. En cualquier caso, se detallará si los datos o el material obtenido serán **anonimizados o codificados** y cómo se custodiarán. También deberá indicarse el **modo de reclutamiento** de los participantes. Si se trata de experimentación clínica se debe adjuntar el informe del Comité de Ética del Centro en el que se llevará a cabo la experimentación, señalando la extensión de esta autorización (usos restringidos al proyecto, o para otros usos relacionados).

² Que puede ser el CEI-UAM o, en su caso, el CEI de otra institución colaboradora con el Programa de Doctorado, que tendrá que especificarse y adjuntarse.

- En el **supuesto B**, se deberá adjuntar el documento del Registro Central de Delincuentes Sexuales.³ En el caso de estudiantes extranjeros (incluidos los nacionales de Estados miembros de la Unión Europea), este certificado deberá ser complementado con certificado equivalente expedido por el país de su nacionalidad, pudiendo aceptarse la aportación por parte del interesado del resguardo de haber solicitado el certificado a las autoridades de su país junto con una declaración responsable⁴ con carácter provisional hasta la aportación del certificado original.
- En el **supuesto C**, si la investigación es prospectiva, se deberá aportar el documento de **consentimiento informado** a utilizar donde conste la información detallada que recibirá el participante en el estudio. Si la investigación es retrospectiva deberá presentarse la autorización del uso de las muestras, que deberán tratarse de forma **anónima**, a menos que se justifique adecuadamente la necesidad del tratamiento de forma no anónima, en cuyo caso se necesitará **consentimiento informado y documento de confidencialidad**.
- En el **supuesto D**, se deberá adjuntar el Informe del Órgano Encargado del Bienestar de los Animales (OEBA) y, en su caso, del Órgano Habilitado.
- En el **supuesto E**, se debe adjuntar el informe del Comité de Bioseguridad o del Servicio de Prevención de Riesgos Laborales del Centro en el que se llevará a cabo la experimentación. Asimismo, se deberán enumerar los agentes biológicos a utilizar y describir las medidas de contención del laboratorio donde se van a realizar los trabajos.
- En el **supuesto F**, se debe adjuntar el informe del Comité de Bioseguridad o del Servicio de Prevención de Riesgos Laborales del Centro en el que se llevará a cabo la experimentación. Se debe declarar la categoría de riesgo de los OMGs empleados y su procedencia, así como los organismos receptores y donantes empleados y los vectores utilizados.

Datos necesarios para la tramitación por el CEI:

- Título de la Tesis:
- Doctorando:
- Teléfono del doctorando:
- Correo electrónico del doctorando:
- Programa de Doctorado en:
- Director:
- Tutor (si el Director es externo):

Firma Doctorando

Fecha:

Vº Bº Director

(y del Codirector en su caso)

Vº Bº Tutor

(en su caso)

³ <http://www.mjusticia.gob.es/cs/Satellite/Portal/es/ciudadanos/tramites-gestiones-personales/certificado-delitos>

⁴ <http://www.uam.es/otros/ceiuam/documentCEI.htm>

Parte A. DATOS PERSONALES

Fecha del CVA 30/01/2023

Nombre y apellidos	Ricardo Jiménez Riobóo		
DNI/NIE/pasaporte	02610106c	Edad	56
Núm. identificación del investigador	Researcher ID	A-6141-2011	
	Código Orcid	0000-0001-9174-6569	

A.1. Situación profesional actual

Organismo	CONSEJO SUPERIOR DE INVESTIGACIONES CIENTÍFICAS (CSIC)		
Dpto./Centro	INSTITUTO DE CIENCIA DE MATERIALES DE MADRID (ICMM)		
Dirección	C/ Sor Juana Inés de la Cruz, 3. Cantoblanco. 28049 – Madrid. Spain		
Teléfono	913349065	correo electrónico	rigjim@icmm.csic.es
Categoría profesional	Investigador Científico	Fecha inicio	Marzo 2021
Espec. cód. UNESCO	2210.02,2210.07,2210.05,2210.02,2210.08,2210.90,3311.08,3312.03,2210.28-1		
Palabras clave	Propiedades funcionales, óxidos complejos, electrolitos sólidos, difusión en sólidos, materiales cerámicos, electroquímica de sólidos, láminas delgadas estructura-propiedades, funcionalidad ferroeléctrica,.		

A.2. Formación académica (título, institución, fecha)

Licenciatura/Grado/Doctorado	Universidad	Año
Ciencias Químicas	Autónoma de Madrid	06/ 1989
Grado en Ciencias Químicas	Autónoma de Madrid	01/1990
Doctor en Ciencias Químicas	Autónoma de Madrid	10/1994

A.3. Indicadores generales de calidad de la producción científica (véanse instrucciones)

5 Six-year terms; 5th: 2016-2021. 3 Doctoral Theses directed 2TFM, 2 TFG. 3231 total citations, 2754 without self-citations. 250 citations/year in the last 5 years. 115 articles in Q1 in the year of its publication (183 articles in total). h = 30..

Parte B. RESUMEN LIBRE DEL CURRÍCULUM**Líneas prioritarias de investigación:**

- 1.- Materiales para generadores electroquímicos de energía (Electrolitos sólidos y Electroodos)
2. Estudio de la ferroelectricidad en cerámicas en volumen.
3. Preparación y caracterización de Materiales Funcionales Ferroeléctricos para su aplicación en dispositivos integrados.

Líneas de investigación futura.

- 1.- Baterías secundarias de litio y sodio todo sólido en lámina gruesa mediante procesos sol-gel.
- 2.- Procesado de láminas funcionales de óxidos complejos a baja temperatura (< 300°C) a partir de disoluciones activadas para su empleo en el diseño de nuevos dispositivos en electrónica flexible.

Parte C. MÉRITOS MÁS RELEVANTES (ordenados por tipología)**C.1. Publicaciones 2018-2023 (24) relevantes para esta petición:**

1. Title: "A Sustainable Self-Induced Solution Seeding Approach for Multipurpose BiFeO₃ Active Layers in Flexible Electronic Devices". Óscar Barrios, Ricardo Jiménez, Jesús Ricote Santamaría, Pedro Tartaj, M Lourdes Calzada, Íñigo Breto. ADVANCED FUNCTIONAL MATERIALS. 2022.32(27),2112944
2. Title"Enhanced "overall" ionic conductivity in Li_{1+x}Al_xTi_{2-x}(PO₄)₃ (0.3 ≤ x ≤ 0.7) ceramics prepared from sol-gel powders by spark plasma sintering".Martínez-Chaparro, S., Kobylanska, S., Sobrados, I., Jiménez, R., Sanz, J.2022.Journal of the European Ceramic Society.42(10), pp. 4248-4258.
3. Title: "Li conductivity in Li_{1+x}Ti_{2-x}Al_x(PO₄)₃ (0.3 ≤ x ≤ 0.7) ceramics prepared from sol-gel precursors". **Jimenez, R.**; Sobrados, I.; Martinez, S.; et ál. JOURNAL OF ALLOYS AND COMPOUNDS. Volumen: ,156051 ,844 DEC 5 2020
4. Title: "Photoferroelectric Thin Films for Flexible Systems by a Three-in-One Solution-Based Approach". Bretos, I; **Jimenez, R.**; et ál. Volumen: 32 , 30 ,N: 2001897. Fecha: AUG 2020. 7 citas

5. Title: "Influence of preparation temperature on ionic conductivity of titanium-defective $\text{Li}_{1+4x}\text{Ti}_{2-x}(\text{PO}_4)_3$ NASICON-type materials".: Kahlaoui, R; Arbi, K; **Jimenez, R**; et ál. JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE 20, 55 , Páginas: 8464-8476 Fecha: JUL 2020. Citas : 3
6. Title: "Improved conductivity in tape tasted Li-NASICON supported thick films: Effect of temperature treatments and lamination". **Jimenez, R.**; del Campo, A.; Calzada, M. L.; et ál.. Journal of the European Ceramic Society. 38,4 , Páginas: 1679-1687 Fecha: APR 2018 citas 9

C.2. Participation in Scientific competitive projects, total 42.

Projects as IP from 2018 (3).

1. Título: "Planar architecture all solid state batteries". M ERA - net 2016 Entidades participante: ICMM/CSIC, NATIONAL CHENG KUNG UNIVERSITY (TAIWAN) . Vilnius Universitetas (Lituania), Diniya Company (Taiwan) Duración: 1/12/2017-30/11/2020. **Coordinador & IP: R. Jiménez** Investigadores participantes: 5 (CSIC). Financiación: MINECO (PCIN-2017-110) 172000 Euros. Total: 477430 euros. Grupo español 172000 euros.

2. Título: "OPTIMIZACIÓN DE LAS PROPIEDADES DE TRANSPORTE EN ELECTROLITOS SÓLIDOS CON ESTRUCTURA NASICON. IMPORTANCIA DE LA LOCALIZACIÓN Y DISTRIBUCIÓN DE LOS PORTADORES DE CARGA EN ELECTROLITOS.". ICOOP_2021 (COOPB20630) Entidades participante: ICMM/CSIC, Facultad de Ciencias de Bizerta, Universidad de Carthago. **IP: R. Jiménez** Investigadores participantes: 4 (CSIC). Financiación: CSIC : 23.920,32 Euros.

3. Título: "Low-Temperature Integration of Composite Electrodes for Competitive All Solid State Li Batteries". CSIC-MOST 2021. (COOPB20630) Entidades participante: ICMM/CSIC, NATIONAL CHENG KUNG UNIVERSITY (TAIWAN). OSTW200002 **IP: R. Jiménez** Investigadores participantes: 5 (CSIC). Financiación: CSIC : 23.337,12 Euros.

Participación en Proyectos desde 2018. Relevantes para esta petición:

1. Project title: "LAMINAS DELGADAS DE PEROVSKITAS FERROELECTRICAS SIN PLOMO INTEGRADAS EN DISPOSITIVOS FLEXIBLES PARA RECOLECCION DE ENERGIA DE MULTIPLES FUENTES". PID2019-104732RB-I00. Participating entities: ICMM / CSIC; Duration: 3 years 01/06/2020 - 31/05/2023. Main researcher: M.L. Calzada Number of participating researchers: 5 Financing: Ministerio ciencia e Inovación .Total amount: € 108.900,00

2. "Materiales para la energía: eléctricos, magnéticos y superconductores". MATERYENER-3. Referencia: S2013/MIT-2753. I.P. J. Sanz (Coordinador: E. Morán). Entidad financiadora: CAM. Duración: 01/10/2014-30/09/2018. Entidades participante: ICMM/CSIC, CEU, UC3M, UCM Subproyecto ICMM: 129.083,5 euros. (Proyecto Total: 751.000 eu).

3. "Materiales para la energía: eléctricos, magnéticos y superconductores. MATERYENER3". Referencia: S2013/MIT-2753. I.P. J. Sanz, I. Sobrados. CAM 2014-2018. Subp. ICMM: 129.083 eu .

4. "Materiales con altas prestaciones para baterías más seguras, y pilas de combustible de óxido sólido simétricas más económicas: desarrollo de materiales y prototipos", PID 2019-10666-2RB-042 2019-2022. I.P: I. Sobrados y J. Sanz. 75.000 eu.

C.4 Capítulos de libros, desde 2018.

1.-Autores (p.o. de firma): Bretos I.; **Jiménez R.** ; Ricote J.; Calzada M.L. Título: "Synthesis by Low temperature Solution processing of Ferroelectric perovskite oxide thin films ..." Libro: The future of semiconductors oxides in next-generation solar cells. Clave: L Fecha: 2018. Editorial: Elsevier Lugar de publicación: U.K. ISBN: 978-0-12-811165-9.

C.5 . Conferencias Invitadas impartidas por el solicitante, desde 2017

1. Title: "Preparation of structured thick film microelectrodes for Li all solid state secondary batteries." Conference: ACTSEA 2017 Conference: International City: Kaohsiung (Taiwan). Date: 21/10/2017 End date: 03/11/2017 . **R. Jiménez**. Colaborators: Kuan-Zong Fung, I. Sobrados, M.L. Calzada, S. Martínez Chaparro, M. Godoy, J. Sanz.

2.-Title: " Solid electrolytes for reliable Li/Na all solid state batteries " Conference: Hi-GEM 2023 Conference: International City: Tainan (Taiwan). Date: 10/01/2023 End date: 11/01/2023 . **R. Jiménez**..

C6. Cursos Especialización.

Es profesor invitado del Master en " Ciencia e Ingeniería de Materiales " de la UC3M desde 2009-2021.

C7. Formación desde 2017

1.- Daniel Ramiro Rodríguez : “PREPARACIÓN DE ELECTROLITOS SÓLIDOS DE GRAN ÁREA PARA EL DESARROLLO DE BATERIAS DE Li Y POST-Li DE TODO ESTADO SÓLIDO” ESCUELA SUPERIOR DE INGENIEROS DE MINAS Y ENERGÍA. Titulación: GRADUADO EN INGENIERÍA DE MINAS Y ENERGÍA. Diploma theses. DEPARTAMENTO DE ENERGÍA Y COMBUSTIBLES.

2.- Teresa Moránt. "Preparation and characterization of electrochemical electrochemical interfaces Electrode / Solid electrolyte", 2020 (diploma theses). Chemistry degree Autonomous University Madrid (UAM).

3.- Olivia Isidro Illera . " Synthesis of Lithium compounds with NASICON structure". External Internship. Completion of Chemical Degree. Autonomous University Madrid. (UAM).

4.- Alicia Gómez López. "Flexible ferroelectric BiFeO₃ perovskite thin films processed by photo-chemical solution deposition". Máster en Materiales Avanzados Nanotecnología y fotónica 2020-2021.

5.- Selene García Kleczar "Descomposición de precursores moleculares de óxidos metálicos asistida por fotocatalisis heterogénea". Proyecto Final de Carrera. Universidad Autónoma de Madrid. 2018

C8. Labores de censado

1. Censado de proyectos: CICYT/MICINN, Agencia Austriaca de investigación, Agencia australiana de investigación . Agencia española de Investigación

2. Censado de trabajos., Scientific Reports, J. Phys.Chem., J. Mat. Chem., Solid State Ionics, J sol-gel science, Crystlas, Inorganics



CURRICULUM VITAE (CVA)

IMPORTANT – The Curriculum Vitae cannot exceed 4 pages. Instructions to fill this document are available in the website.

Part A. PERSONAL INFORMATION

CV date	26/01/2023
---------	------------

First name	Ainara		
Family name	Aguadero Garin		
Gender (*)	Female	Birth date (dd/mm/yyyy)	23/10/1978
Social Security, Passport, ID number	28/12558538/82	AAF352107	52998300K
e-mail	ainara.aguadero@csic.es	URL Web	
Open Research and Contributor ID (ORCID)(*)		0000-0001-7098-1033	

(*) Mandatory

A.1. Current position

Position	Tenured Scientist		
Initial date	18/11/2021		
Institution	Consejo superior de investigaciones científicas		
Departament/Center	Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid		
Country	Spain	Teleph. number	
Key words	Materials Science, Chemistry		

A.2. Previous positions (research activity interruptions, art. 45.2.c))

Period	Position/Institution/Country/Interruption cause
2020-2021	Reader in energy materials/ Imperial College London/Resignation
2015-2020	Lecturer-Senior Lecturer /Imperial College London/promotion

A.3. Education

PhD, Licensed, Graduate	University/Country	Year
PhD in Chemistry	Universidad Autonoma de Madrid/Spain	2007
MSc in Chemistry (Materials)	Universidad Complutense de Madrid /Spain	2002

Part B. CV SUMMARY (max. 5000 characters, including spaces)

I have a PhD in Chemistry and hold a tenured Scientists position at the Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid Spain since November 2021 after holding a permanent position at the Department of Material of Imperial College London since 2015 (Lecturer, 2015-Reader, 2021). I have been awarded with 4 prestigious fellowships (Marie Curie Intra-European 2013-2015, Jose Catillejo 2011-2012, Juan de la Cierva (2009-2012) and pre-doctoral FPI CIEMAT (2003-2006), and hold two postdoctoral positions, one at CIC Energigune (Spain 2012-2013) and

another at Centro de Investigaciones Energeticas Medioambientales y Tecnologicas (Spain 2007-2009).

My research focuses on the study of physical and chemical properties in complex oxides, bulk surfaces and interfaces for application in *solid state electrochemical devices* such as batteries, fuel cells and electrolyzers. So far, I have succeeded securing *research funding up to €3,6M as PI and a total of €34M as Col.* Since my first permanent appointment as Lecturer at Imperial College London, I have built up my own research group that has included the supervision of 6 post-doctoral researchers, 2 research officers and 13 PhD students (8 successfully finished).

At the moment I hold a honorarium Visiting Reader position at Imperial where I keep part of my group and active collaborations through active research grants and projects. According to the web of science, so far I have contributed with 85 papers in specialized journals plus 14 refereed proceeding contributions with over 3.6k citations, h index of 32, i10=57. I have contributed with 95 conference and workshops within the field of materials and energy (27 invited 5 plenary/keynote talks, 6 chairing sessions) and have been involved in the organisation of 4 major international symposiums including the 9th International Conference on Electroceramics, ICE2019, 15-19th, the Electrochemical Society ECEE, Electrochemical Conference on Energy and Environment: Bioelectrochemistry and energy storage, 21-26th July 2019, Glasgow, UK, the spring MRS Meeting 2020, 25-29th May 2020 and the Solid State Ionics SSI-23 conference, 17-22 July 2022. All of which proves my positively recognised international visibility together with my broad range of collaborators at Imperial College London, Cambridge University, MIT, EMPA, Paul Scherrer Institute, IREC and CIC Energigune. Furthermore, I have contributed with 105 entries in the Inorganic Crystal Structure Database (ICSD) and hold 1 United States patent number 8575387.

I have teaching and supervision experience of graduate and undergraduate students being Lecturer for imperial college since 2015 in master (Electroceramics 2015-2021) and undergraduate courses (Defects in ionic crystals 2016-2019, Performance of functional materials 2021) and for CSIC at the Master course "Frontiers in material science" (2010-2011 and 2023-present).

I have been called as an expert for the creation of the Directors Plan of the ICTS "National centre for hydrogen and fuel cells research" (2011) and as expert evaluator from the National Authority for Scientific Research of Romania (ANCS) the Agence Nationale de la Reserche (ANR), the Swiss National Science Foundation (SNSF), the European Research Council (starting and consolidator grants) and the Royal Society (University Research Fellowships).

Regarding Management and administration activities, at Department of Materials, Imperial College London, *I have been the* Postdoc and Fellows Champion (2016-2021) and have been awarded with the *"runner-up best team award 2018"* and the *"best team award 2019"*. *Also, I have been* member of the Equality & Diversity, management and Research Committees *and* Champion of the surface analysis and lab manager of isotope exchange lab. I am Scientific Board Member of the Energy Materials group, IOM3 (2017-present) and Advisor for LiNa Energy company. I have acted as Guest editor for the Journal of Electrochemical Society special issue "Advances in understanding the oxygen reduction and evolution reactions for high temperature energy conversion and storage" and Solid State Ionics, special issue for the spring MRS Meeting 2020.

I have participated in several outreach activities including the participation in open days, admission talks and interviews and interviews for websites (Royce Institute, Imperial College) "I, Science: Coffee+Chat. Videos showcased in YouTube, energy showcase-Energy Futures lab and dissemination talk for the general public (knoel U3A science group)

Part C. RELEVANT MERITS (sorted by typology)

C.1. Publicacions (10 selected from the last 6 years)

*corresponding author

- 1-F. Chiabrera, F. Baiutti, D. Diercks, A. Cavallaro, A. Aguadero, A. Morata and A. Tarancón* "Visualizing local fast ionic conduction pathways in nanocrystalline lanthanum manganite by isotope exchange-atom probe tomography" *J. Mater. Chem. A*, 10, 2228, 2022,
- 2-D. Spencer, D. Melvin, I. Stephens, R. Brugge, S. D. Pu, J. Bu; Z. Ning, G. O. Hartley, P. Adamson, P. Grant, A. Agaudero, P. Bruce* "Interfaces between Ceramic and Polymer Electrolytes: A Comparison of Oxide and Sulfide Solid Electrolytes for Hybrid Solid-State Batteries" *Inorganics* 10(5) 60, 2022, [1](#)
- 3- E. Quérel, I. D Seymour, A. Cavallaro, Q. Ma, F. Tietz, A. Aguadero* "The role of NaSICON surface chemistry in stabilizing fast-charging Na metal solid-state batteries" *Journal of Physics: Energy*, 3, 044007, 2021
- 4- F. Baiutti, F. Chiabrera, D. Diercks, A. Cavallaro, L. Yedra, L. López-Conesa, S. Estradé, F. Peiró, A. Morata, A. Aguadero, A. Tarancón* "Direct measurement of oxygen mass transport at the nanoscale" *Advanced Materials*, 33, 2105622, 2021
- 5-J. Lee, H. Amari, M. Bahri, Z. Shen, C. Xu, Z. Ruff, O. Ersen, C. Grey, A. Aguadero, N. Browning, B. L. Mehdi* "The Complex Role of Aluminium Contamination in Nickel-rich Layered Oxide Cathodes for Lithium-ion Batteries" *Batteries & Supercaps*, <https://doi.org/10.1002/batt.202100110>, 2021
- 6-I. Seymour* and A. Aguadero "Suppressing Void Formation in All-Solid-State Batteries: The Role of Interfacial Adhesion on Alkali Metal Vacancy Transport" *Journal of Materials Chemistry A*, 9, 19901-19913, 2021
- 7-R. H. Brugge, F. M. Pesci, A. Cavallaro, C. Sole, M. A. Isaacs, G. Kerherve, R. S. Weatherup, A. Aguadero* "The origin of chemical inhomogeneity in garnet electrolytes and its impact on the electrochemical performance" *Journal of Materials Chemistry A*, 8, 28, 14265-14276, 2020
- 8- F. M. Pesci, A. Bertei, R. H. Brugge, S. P. Emge, A. O. Hekselman, L. E. Marbella, C. P. Grey, A. Aguadero* "Establishing Ultralow Activation Energies for Lithium Transport in Garnet Electrolytes", *ACS Applied Materials & Interfaces*, 12 (29), 32806-32816, 2020
- 9-W. Manalastas, J. Rikarte, R. J. Charter, R. Brugge, A. Aguadero, L. Buannic, A. Llodes, F. Aguesse, J. Kilner* "Mechanical failure of garnet electrolytes during Li electrodeposition observed by in-operando microscopy" *Journal of Power Sources*, 412, 287-293, 2019.
- 10- Brugge, O. Hekselman, A. Cavallaro, F. Pesci, R. Chater, J. Kilner, A. Aguadero* "Garnet electrolytes for solid state batteries: Visualisation of the moisture-induced chemical degradation and revealing its impact on the Li-ion dynamics" *Chemistry of Materials*, 30 (11), 3704-3713, 2018.

C.2. Congress

95 conferences and workshops contributions within the field of materials and energy (26 invited 5 plenary/keynote talks, 6 chairing sessions), 5 organisation of international symposiums.

C.3. Research projects

-*Plan Estatal de Investigación Científica y Técnica y de Innovación 2021-2023, PID2021-123308OB-I00*, "Producción optimizada de hidrógeno verde mediante electrolizadores cerámicos basados en materiales y procesos sostenibles" Col (€183,9k) 01/09/2025-31/08/2025

-*Plan Estatal de Investigación Científica y Técnica y de Innovación/ Prueba de Concepto PDC2022-133341-I00* "Escalado de arquitecturas novedosas para pilas de combustible de óxido sólido de temperatura intermedia", Col (€149,5k) 01/12/2022/30/11/2024

-*Plan Estatal de Investigación Científica y Técnica y de Innovación 2021-2023* PID2021-122477OB-I00 “Materiales para aplicaciones en energía: pnicturos, calcogenuros, óxidos y haluros” Col (€290k) 01/09/2022-31/08/2026

TED

- *Horizon Europe* HORIZON-CL5-2021-D2-01 “SEATBELT” 101069726 (€8M)

- *Horizon 2020* FETPROACT-2018-2020 “HARVESTORE” 824072 (€7M)

-*Faraday Challenge* “Towards a Comprehensive Understanding of Degradation in EV batteries” FIRG001. (£9.86M). Starting date 01/02/2018, duration 60 months with possibility of extension

-*EPSRC Platform grant* “Understanding the critical role of interfaces and surfaces in energy materials” EP/R002010/1 Col (£1.3M). Starting date 01/10/2017, duration 60 months (extended 6 months).

-*EPSRC Strategic Equipment* “High Five: Resolution, Sensitivity, in operando Control, Ultra High Vacuum and Ion Sectioning in a Single Instrument” EP/P029914/1, PI Starting date 13/09/2017, duration 36 months (extended 12 months).

-*EPSRC JSPS Core to Core Core* “Solid Oxide Interfaces for Faster Ion Transport (SOIFIT)” EP/P026478/1. Col (£1M). Starting date 1st June 2017, duration 60 months (extended 12 months).

-*EPSRC ICSF* North East Centre for Energy Materials research hub EP/R023581/1. Consortium with 16 Col from different UK Universities, Col (£1.8M). Starting date 01/10/2017, duration 42 months

-*EPSRC Supergen Energy Storage Challenge* “Next Generation solid state Lithium Batteries” EP/P003532/1 (£1.74M). Starting date 01/12/2016, duration 36 months

-*EPSRC Standard Research* “Multi-scale analysis for facilities for energy storage (Manifest)” EP/N032888/1. (£4.01M). Starting date 30/09/2016, duration 48 months.

-*EPSRC ICSF* “Genesis: garnet electrolytes for new energy storage integrated solutions” EP/R024006/1 (£ 754,4k). Starting date 01/10/2017, duration 36 months

-*First Research Grant EPSRC* “Selective ion-conductive ceramic electrolytes” Grant for early academics within 3 years of their first academic position, PI (£120k). Starting date 01/07/2016, duration 12 months

-*MIT-Imperial Seed Fund* “Control of Interfaces for Increasing the Power Density and Durability of Solid-State Batteries” Bilateral project to promote collaboration between MIT (USA) and Imperial college (UK), PI (£34.85k). Starting date 01/10/2016, duration 24 months

-*EPSRC Supergen Fuel Cells Challenge* “Control of structure, strain and chemistry: a route to designer fuel cell interfaces” Col (£1M). Starting date: 01/04/2015, duration 48 months.

-*UK Catalysis Hub* “In-situ Probing Structure and Electronic Properties of Transition Metal Oxide Electrocatalysts” Hub with different UK universities Col (£490k) starting date 01/02/2016, duration 24 months

-*EPSRC Capital for Great Technologies* “Advanced Materials, Robotics and Autonomous Systems and Grid-scale Energy Storage” Big consortium with several universities in the UK to acquire equipment (obtained £156k)

-*Marie Curie Intra-European Fellowship* March 2013-Feb2015 FP7-PEOPLE-2012-IEF, European Commission (€221.6k)

C.4. Contracts, technological or transfer merits

Industrial engagement

I have three studentships partially funded by *Shell*, *Ceres Power* and *LiNa Energy* though iCASE (EPSRC funding with industrial partner) and Centre for Doctoral Training for Advanced Characterisation of Materials programs

I am Scientific advisor of *LiNa Energy*, company based in Lancaster, UK leading in the development of Na-solid state batteries

1 *United States patent* number 8575387, Granted: Nov 5th, 2013 “Method for preparing carboxylic acids