

EFECTO DE LOS PARÁMETROS DE SÍNTESIS SOBRE LAS CARACTERÍSTICAS DEL BaTiO₃ OBTENIDO POR COPRECIPITACIÓN

Por

Edison Rivera¹, Claudia Patricia Fernández-Perdomo¹ & Jorge Enrique Rodríguez-Páez¹

Resumen

Rivera, E., C. P. Fernández-Perdomo & J. E. Rodríguez-Páez: Efecto de los parámetros de síntesis sobre las características del BaTiO₃ obtenido por coprecipitación. Rev. Acad. Colomb. Cienc. **33**(126): 93-101, 2009. ISSN 0370-3908.

Las características de los polvos cerámicos sintetizados por rutas químicas están determinadas por la naturaleza de los precursores, el pH del sistema, la temperatura a la que se realizan los tratamientos térmicos, el solvente utilizado durante el proceso, principalmente. En este trabajo se determinaron las condiciones más adecuadas para sintetizar BaTiO₃ por el método de coprecipitación. Se consideraron, principalmente, la fase cristalina del TiO₂ de partida, el pH del sistema y la temperatura de tratamiento térmico y el efecto de estos parámetros sobre las características del polvo de titanato de bario obtenido. Los polvos sintetizados se caracterizaron empleando espectroscopia infrarroja (FTIR), difracción de rayos X (DRX) y microscopía electrónica de transmisión (MET). Las partículas de BaTiO₃ obtenidas fueron nanométricas y el método de síntesis utilizado permitió garantizar la reproducibilidad de las características microestructurales y de pureza del polvo final.

Palabras clave: síntesis, BaTiO₃, TiO₂, coprecipitación, caracterización.

Abstract

The characteristics of the ceramic powders synthesized by chemical routes are determined by the nature of their precursors, the pH of the system, the temperature to which are carried out the thermal treatments, the solvent used during the process, mainly. In this work, the appropriate conditions were determined to synthesize BaTiO₃ for the coprecipitation method. They were considered, mainly, the crystalline phase of the TiO₂ of departure, the pH of the system and the temperature of thermal treatment and their effect on the characteristics of the barium titanate obtained powder. The synthesized powders were characterized using infrared spectroscopy (FTIR), X-rays diffraction (DRX) and transmission electronic microscopy (TEM). The BaTiO₃ particles obtained were nanométricas and the synthesis method allowed to guarantee the reproducibility of the characteristics of the final powder.

Key words: synthesis, BaTiO₃, TiO₂, coprecipitation, characterization.

¹ Grupo CYTEMAC. Departamento de Física, Universidad del Cauca, Calle 5 N 4-70 Popayán, Colombia. Correos electrónicos: cpfernandez@unicauca.edu.co, edrivera@unicauca.edu.co, jnpaez@unicauca.edu.co

1. Introducción

El titanato de bario, BaTiO_3 , es un compuesto de gran interés tecnológico como electrocerámico y posee un gran historial de aplicaciones a nivel industrial. Este óxido mixto se utiliza como capacitor cerámico de alta permitividad, transductor cerámico piezoeléctrico, termistor semiconductor, PTCR, y sensor de humedad, debido a su alta constante dieléctrica y porque exhibe interesantes propiedades semiconductoras cuando se modifica, empleando para ello aditivos adecuados (Chen W.P. *et al.*, 2007). La importancia del BaTiO_3 está fundamentada en la diversificación de sus posibles aplicaciones, gracias a la versatilidad que él ofrece frente a los procesamientos a que puede ser sometido (Fernández J. F., 1990).

El continuo interés en dispositivos electrocerámicos de alta calidad y eficiencia, ha llevado al empleo de procesos de síntesis de polvos cerámicos más elaborados, concretamente por rutas químicas (Pradeep P. P., *et al.*, 1990). Convencionalmente, el BaTiO_3 se obtiene propiciando reacciones en estado sólido entre BaCO_3 y TiO_2 (Ming X., *et al.*, 2005). Esta reacción, cuando ocurre en el aire, se puede dividir en tres etapas básicas: primero, la formación de BaTiO_3 a expensas de TiO_2 por difusión del bario desde el carbonato de bario; segundo, la formación de Ba_2TiO_4 por la reacción del BaCO_3 con el primer metatitanato formado y finalmente la transformación Ba_2TiO_4 a BaTiO_3 (Fernández J. F., *et al.*, 1991). La formación de fases intermedias, antes de la formación completa del titanato de bario, es apreciable. Además, la síntesis de estos materiales a altas temperaturas ocasiona la formación de polvos de BaTiO_3 con tamaño de grano relativamente grande y la presencia de múltiples fases (Pradeep P. P., *et al.*, 1990). La velocidad de reacción del Ba con el Ti depende fuertemente de las características de los materiales de partida, en particular del tamaño de partícula del TiO_2 , de su estado de agregación, del grado de mezclado y de la atmósfera utilizada durante la síntesis (Fernández J. F., 1990).

En este trabajo se estudió el efecto de la fase de TiO_2 utilizada como precursor, anatasa y rutilo, el pH del sistema y los tratamientos térmicos sobre las características del BaTiO_3 obtenido al utilizar el método de coprecipitación. Los polvos obtenidos se caracterizaron empleando espectroscopia infrarroja (FTIR), difracción de rayos X (DRX) y microscopia electrónica de transmisión, (MET).

2. Parte experimental

2.1 Síntesis de polvos cerámicos de BaTiO_3

Para la obtención de la materia prima, mediante el método de coprecipitación, se tomó una solución acuosa de

ácido nítrico 0.5 N (HNO_3 Fisher, 69,7%), en 200mL de agua destilada, acetato de bario ($\text{Ba}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ Aldrich, 99%) al 0.06M y como precursores de titanio tanto la fase anatasa (TiO_2 Aldrich, el cual posee una estructura cristalina mayoritaria de anatasa 99%) como la de rutilo (TiO_2 obtenido por método pechini); se prepararon composiciones de estequiometría ajustada a la relación: $\text{BaO}/\text{TiO}_2=1$.

Para garantizar homogeneidad en el sistema se colocó a temperatura ambiente, en continua agitación (200 r.p.m.), agua acidulada a la que se le adicionó dióxido de titanio (fase anatasa o rutilo) y el $\text{Ba}(\text{CH}_3\text{COO})_2$. Posteriormente, se adicionó el hidróxido de amonio (NH_4OH J.T. Baker, 29,6%) a una velocidad de 0.05 ml cada 20 segundos; el sistema fue llevado hasta los pH de interés, 4.5 y 9, los cuales se determinaron previamente con base en las curvas de valoración potenciométrica (gráfica de la variación del pH respecto al volumen adicionado de precipitante). Tanto el monitoreo y registro del pH de cada una de las soluciones, como la adición del precipitante, fueron realizados utilizando el Titrino Metrohn SM 702, con electrodo de vidrio.

Para eliminar la mayor cantidad de solvente de la suspensión se usó el rotaevaporador Buchi R-124. Luego, el polvo húmedo obtenido se mantuvo a 60°C en una plancha durante 24 horas. El sólido resultante fue macerado, en un mortero de ágata, obteniéndose así, para el caso del sistema con TiO_2 fase anatasa, un polvo de color blanco con textura fina y para el sistema con rutilo un polvo de color oscuro con textura gruesa; en ambos casos el material final fue bastante higroscópico.

2.2 Caracterización de los polvos cerámicos obtenidos

Los polvos obtenidos, utilizando como precursor de titanio tanto la fase anatasa como la de rutilo, fueron caracterizados empleando Espectroscopia Infrarroja (FTIR) para conocer los grupos funcionales presentes en los polvos cerámicos sintetizados a los valores de pH de interés; para ello se empleó el espectrofotómetro Nicolet Modelo IR200. La determinación de las fases cristalinas presentes en los polvos cerámicos se realizó mediante difracción de Rayos X (DRX); el equipo empleado fue un difractómetro marca Philips PW1710, utilizando la radiación $K\alpha$ del Cu ($\lambda=1.54\text{\AA}$) en un rango de barrido entre 10° y 70° (2θ) a una velocidad de 0.04°s^{-1} . Por último, se utilizó el Microscopio Electrónico de Transmisión (MET), Jeol JEM-1200 EX, para conocer la morfología y tamaño de partícula de los polvos cerámicos sintetizados.

3. Resultados y discusión

3.1 Valoración potenciométrica

Las curvas de valoración potenciométrica de la figura 1 se obtuvieron para una suspensión de TiO_2 (anatasa o rutilo)

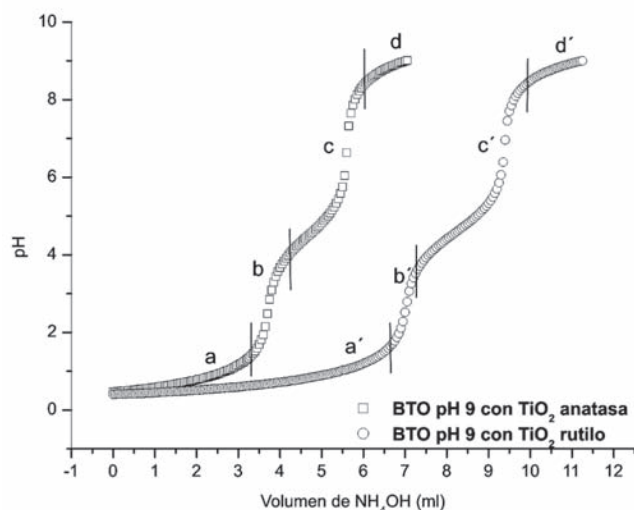
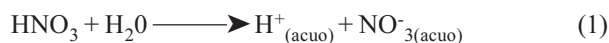


Figura 1. Curvas de valoración potenciométrica para los sistemas BTO (TiO_2 anatasa) y BTOR (TiO_2 rutilo) con una concentración de 0,06M del precursor de bario y 0,5N de HNO_3 .

que contenía HNO_3 (en una concentración de 0.5N) y 0.06M de $\text{Ba}(\text{CH}_3\text{COO})_2$, al adicionarle el precipitante (NH_4OH).

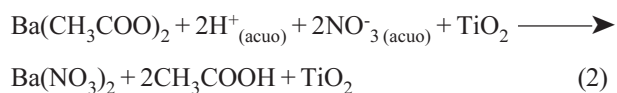
En ellas son evidentes 3 regiones si se considera la variación de la pendiente de la curva, independiente de que la fase del precursor de titanio fuera anatasa o rutilo. Como se observa, las zonas a y a' se mantienen casi constantes lo que indica que el sistema consume una gran cantidad de OH^- . Las regiones b, b' y c, c' muestran un cambio más significativo en los valores del pH, mientras que para las zonas d y d' el valor de la pendiente es muy pequeño y corresponde al instante de la saturación de la disolución.

En la solución, al adicionar el HNO_3 , ocurre la siguiente reacción:



y fue a este sistema al que se le adicionó el TiO_2 para obtener la suspensión de este óxido; se observó que al adicionar el óxido al sistema su pH no variaba.

Al disolver el acetato de bario en la suspensión se favorece la formación de nitrato de bario y ácido acético, tal como se indica en la siguiente reacción:



reacción en la que se hace evidente que el intercambio del ligando NO_3^- con el CH_3COO^- es muy eficiente.

En las regiones a y a', de la figura 1, la variación del pH no es muy notoria y debe representar, principalmente, la neutralización del ácido por el precipitante adicionado formándose el nitrato de amonio:



Entre pH 1.5 y 4.5, zonas b y b', las posibles especies químicas presentes en el sistema fueron:

$\text{Ba}(\text{NO}_3)(\text{OH})^-$, $\text{Ba}-\text{CH}_3\text{COO}-\text{OH}$, $\text{NH}_4\text{CH}_3\text{COO}$ así como $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$, CH_3COOH y NH_4NO_3 .

Finalmente entre pH 4.5 y 9, regiones c y c', se debieron formar compuestos que eran estables a estas condiciones del sistema. Por otro lado, dado que el catión Ba^{2+} es grande, y tiene una carga de 2+, reacciones de hidrólisis y condensación no ocurren en la disolución y solo sería posible la formación de pares iónicos (Jolivet J, 2000).

3.2 Caracterización de la fase sólida de las suspensiones

Tanto el efecto de la fase de TiO_2 utilizada en el proceso, el pH del sistema, así como de la temperatura, sobre las características de los sólidos obtenidos, se determinó utilizando FTIR, DRX y MET.

3.2.1 Efecto del pH

La evolución de los grupos funcionales se determinó utilizando muestras obtenidas a diferentes valores de pH: 1.5, 4.5 y 9, valores que son representativos en la curva de la figura 1.

Grupos funcionales presentes en el sólido

Los espectros IR correspondientes a muestras sólidas obtenidas a diferentes valores de pH, empleando titanía en fase anatasa o fase rutilo, con una concentración 0.06M del precursor de bario y 0.5N de HNO_3 , se indican en la figura 2.

En los espectros de la figura 2 son evidentes las bandas ubicadas aproximadamente a 3448 y 1630 cm^{-1} correspondientes a $\nu(\text{OH})$ y al modo de flexión del grupo H-O-H del agua (Socrates G., 1994), la ubicada a $\sim 3135 \text{ cm}^{-1}$ al NH_4^+ (Nakamoto K., 1997), el grupo $-\text{OH}$ se puede asociar a la banda $\sim 2422 \text{ cm}^{-1}$ (Nakamoto, 1997), la banda a $\sim 1769 \text{ cm}^{-1}$ al carboxilo (Nakamoto K., 1997), mientras que las ubicadas a ~ 1387 , ~ 820 y $\sim 731 \text{ cm}^{-1}$ darían información sobre un complejo NO_3^- unidentado y a la flexión del OH (Nakamoto K., 1997). Las bandas a ~ 682 y $\sim 570 \text{ cm}^{-1}$ se

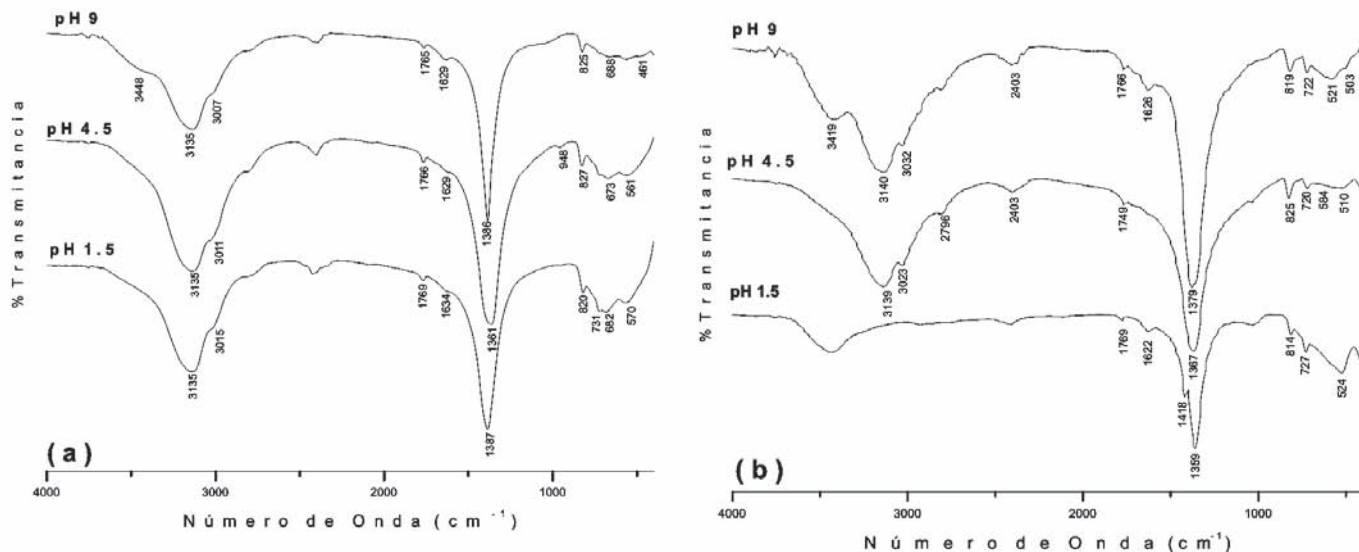


Figura 2. Espectros FTIR de muestras sólidas obtenidas a diferentes valores de pH utilizando: (a) precursor de titanio fase anatasa y (b) precursor fase rutilo, del sistema con 0,06M de precursor de bario y 0,5N de HNO_3 .

pueden asociar al TiO_2 tipo anatasa, que aún no ha reaccionado (Blanco L. M., 1999) figura 2(b), y las ubicadas por debajo de $\sim 524 \text{ cm}^{-1}$ pueden corresponder al TiO_2 tipo rutilo. Se nota en los espectros de la figura 2(a) que a pH bajos se incrementó la presencia de grupos funcionales a bajo número de onda, condición importante a la hora de sintetizar el compuesto de interés porque indica la presencia de enlaces M-O ó M-OH (M=Ti, Ba) en las muestras obtenidas utilizando el TiO_2 en fase anatasa; esto no se nota en los sólidos sintetizados a partir del sistema con TiO_2 tipo rutilo.

Con base en los espectros IR, figura 2, se puede concluir que a pH 1.5 debe predominar el nitrato de bario frente al nitrato de amonio debido a que es muy poco el volumen de NH_4OH adicionado al sistema; el nitrato de bario presente en la suspensión debió formarse cuando se adicionó el acetato de bario a la suspensión de TiO_2 que contenía ácido nítrico, tal como se indicó en la ecuación (2).

Al aumentar el volumen de NH_4OH , y alcanzar un valor de pH de 4.5, comienza a ser importante la presencia del nitrato de amonio, banda característica a ~ 3011 y 1360 cm^{-1} , y debe presentarse una competencia del bario y el nitrato para unirse al amonio. Al aumentar más el contenido de NH_4OH , llevando el sistema a pH 9, vuelve a predominar el nitrato de bario, banda característica a $\sim 1387 \text{ cm}^{-1}$, porque al existir más NH_4OH hay más posibilidad de que NH_3 reaccione con las especies de bario.

Fases cristalinas en las muestras

Para identificar las principales fases cristalinas presentes en las muestras sintetizadas se utilizó la técnica de difracción de rayos X (DRX). Los difractogramas de rayos X de la figura 3 corresponden a muestras sólidas sin trata-

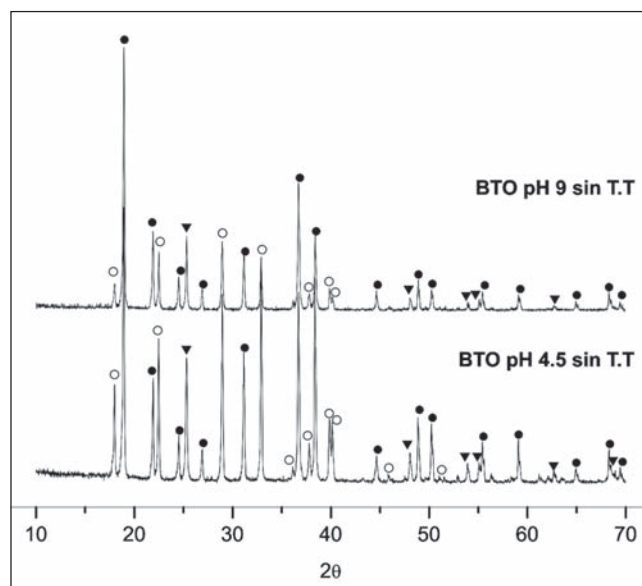


Figura 3. Difractogramas de rayos x correspondientes a sólidos obtenidos utilizando como precursor de titanio el TiO_2 fase anatasa a pH 4.5 y pH 9. [● $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$, ○ NH_4NO_3 , ▼ TiO_2 anatasa].

miento térmico del sistema Ba-Ti-O sintetizadas a pH 9 y pH 4.5, que son los pH correspondientes a los puntos de equivalencia de la curva de valoración potenciométrica mostrada en la figura 1. Los difractogramas indican que las principales fases cristalinas presentes en los sólidos son: Ba(NO₃)₂ (PDF 76-1376), NH₄NO₃ (PDF 83-0524), y TiO₂ fase anatasa (PDF 84-1286).

Comparando los DRX de los sólidos sintetizados a pH 4.5 y 9, utilizando TiO₂ fase anatasa y sin tratamiento térmico, se nota que hay mayor evidencia de formación de nitrato de amonio a pH 4.5 que a pH 9. Además, se puede inferir que como a pH bajos predomina el NH₄⁺, ello favorece la formación de nitrato de amonio, mientras que a pH altos predomina el NH₃, que se volatiliza, y por tanto se facilita la formación del nitrato de bario a través del intercambio de los ligandos COO⁻ por NO₃⁻ proveniente del ácido.

3.2.2 Efecto de la temperatura

La figura 4 muestra los espectros FTIR de muestras de los sistemas Ba-Ti-O utilizando el TiO₂ fase anatasa, denominado BTO y BTOR utilizando TiO₂ fase rutilo, obtenidos a pH 4.5 y pH 9, que fueron sometidas a diferentes tratamientos térmicos. Se nota que a 300 y 500°C, para todos los sistemas estudiados, la banda situada alrededor de 1365-1386 cm⁻¹ se divide para dar lugar a las bandas a 1418 y 1430 cm⁻¹, las cuales corresponden a los dos modos de tensión de un complejo de carbonato unidentado (Nakamoto K, 1997). La característica más relevante de estos espectros es la banda intensa entre 558 y 685 cm⁻¹, principalmente a altas temperaturas, que corresponde a las vibraciones de tensión en el octaedro TiO₆ (Blanco L.M., 1999).

Como se evidencia en los espectros, el óxido de titanio comienza a reaccionar con el Ba(NO₃)₂ a temperaturas de 300°C, en los sistemas BTO pH 9 y BTOR pH 4.5, mientras que para los otros sólidos esta reacción se hace evidente a partir de los 500°C, reacción que debe conducir a la formación del BaTiO₃ tal como lo indica el aumento de la intensidad relativa de la banda a bajo número de onda.

Por otro lado, para todos los sólidos analizados a 1000°C, se observa que la banda a bajas frecuencias, centrada en 537 y 542 cm⁻¹ y que es característica del BaTiO₃ (Nakamoto K, 1997), es la más intensa. Por otro lado, se observa una forma peculiar de esta banda para los sólidos del sistema BTO pH 4.5 y BTOR pH 9; aún para las muestras tratadas a altas temperaturas es evidente la presencia del grupo carbonato (banda a ~1430cm⁻¹).

En la figura 5 se muestran los difractogramas de rayos x correspondientes a muestras sólidas de los sistemas BTO y BTOR, sintetizados a pH 9, y tratados térmicamente a diferentes temperaturas. Ellos indican que la principal fase cristalina presente en las muestras es el BaTiO₃ cúbico (PDF 75-0212); además existe BaCO₃ (fase Witherite PDF 71-2394). Este resultado reitera la tendencia que tiene el bario a formar compuestos con el CO₃⁻.

Se nota que los sólidos obtenidos utilizando TiO₂ fase rutilo, a pH 9, son menos propensos a formar compuestos con el CO₃⁻. Este comportamiento se puede justificar considerando que el óxido tipo rutilo es más estable y se combina con el nitrato de bario a una velocidad de reacción más lenta que cuando se utiliza la fase anatasa (Fernández J. F., 1990).

Los tratamientos térmicos a los que fueron sometidas las muestras se realizaron para diferentes tiempos de duración. En la figura 5 se muestran los difractogramas correspondientes a los sólidos obtenidos y se observa que en ellos solo están presentes el BaTiO₃ y BaCO₃. De acuerdo a estos resultados, al aumentar la temperatura de tratamiento se requiere un menor tiempo del mismo para obtener los compuestos indicados.

Sin embargo a altas temperaturas, tanto para los sólidos obtenidos del sistema con TiO₂ fase anatasa como del que contenía TiO₂ fase rutilo, se evidencia la presencia de BaCO₃ como impureza en el sistema. Para eliminar este carbonato de las muestras, se trató químicamente el sólido sintetizado con una solución de HCl (Mallinckrodt, 37%) al 2.5% en volumen. En la figura 6 se muestran los espectros correspondientes a muestras sometidas al lavado, durante diferentes tiempos. En ellos se observa como se reduce la intensidad de la banda asociada con el carbonato, (~1432 cm⁻¹) a medida que se avanza con el proceso de lavado.

En la figura 7 se indica como evolucionan las fases cristalinas con el lavado; en los difractogramas se evidencia una gran reducción del carbonato de bario en la muestra lavada durante 4h.

Morfología y tamaño de las partículas

La figura 8 muestra las micrografías obtenidas con MET del polvo cerámico sintetizado de los sistemas BTO y BTOR a pH 9. Como se puede observar, por debajo de 500°C, la muestra de BTO presenta partículas de naturaleza esferoidal y tamaño nanométrico (< 200 nm), figuras 8 (a) y (b), mientras que por encima de los 500°C, las partículas

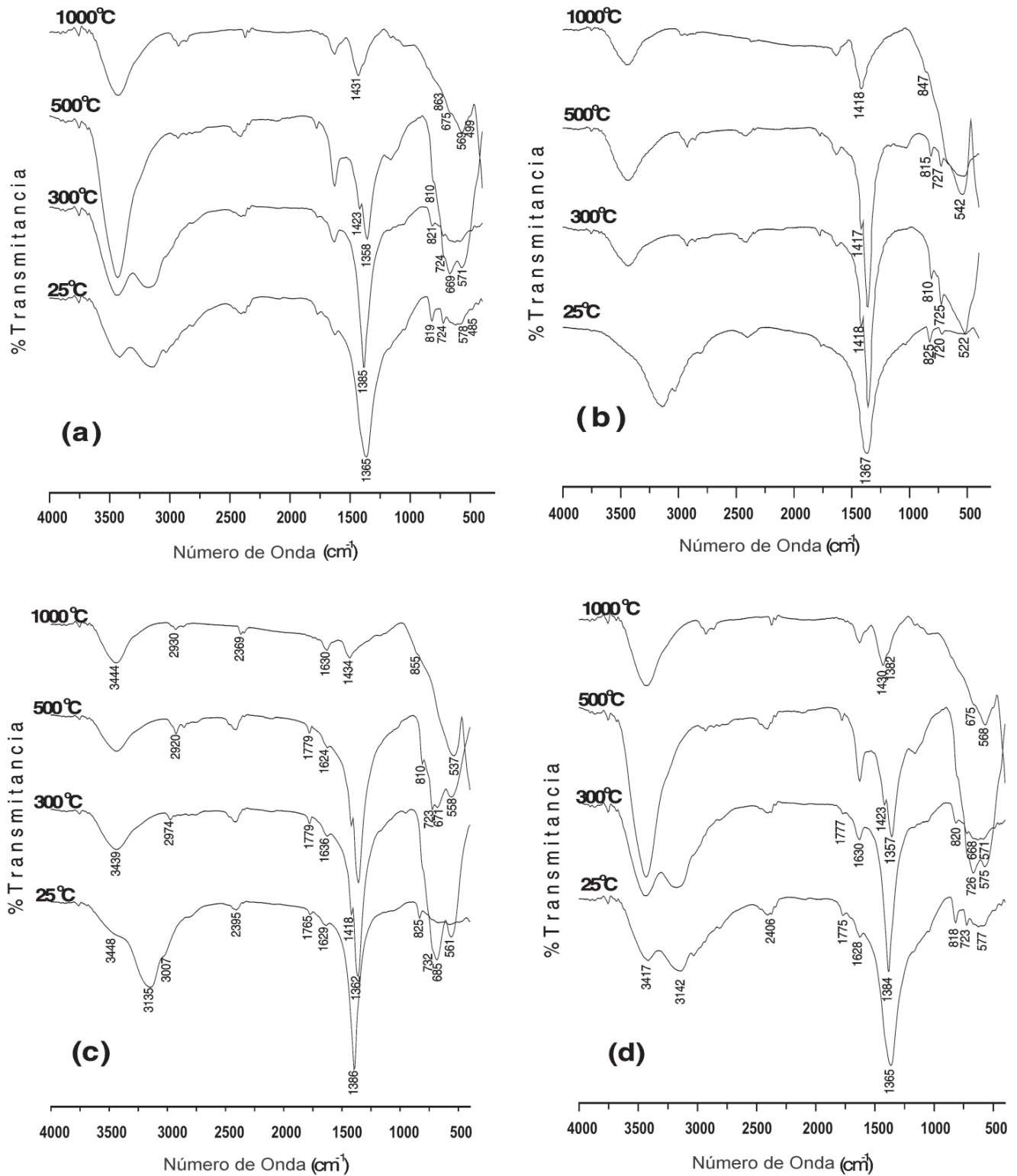


Figura 4. Espectros FTIR de muestras sólidas tratadas a diferentes temperaturas correspondientes a los sistemas (a) BTO pH 4.5, (b) BTOR pH 4.5, (c) BTO pH 9, (d) BTOR pH 9.

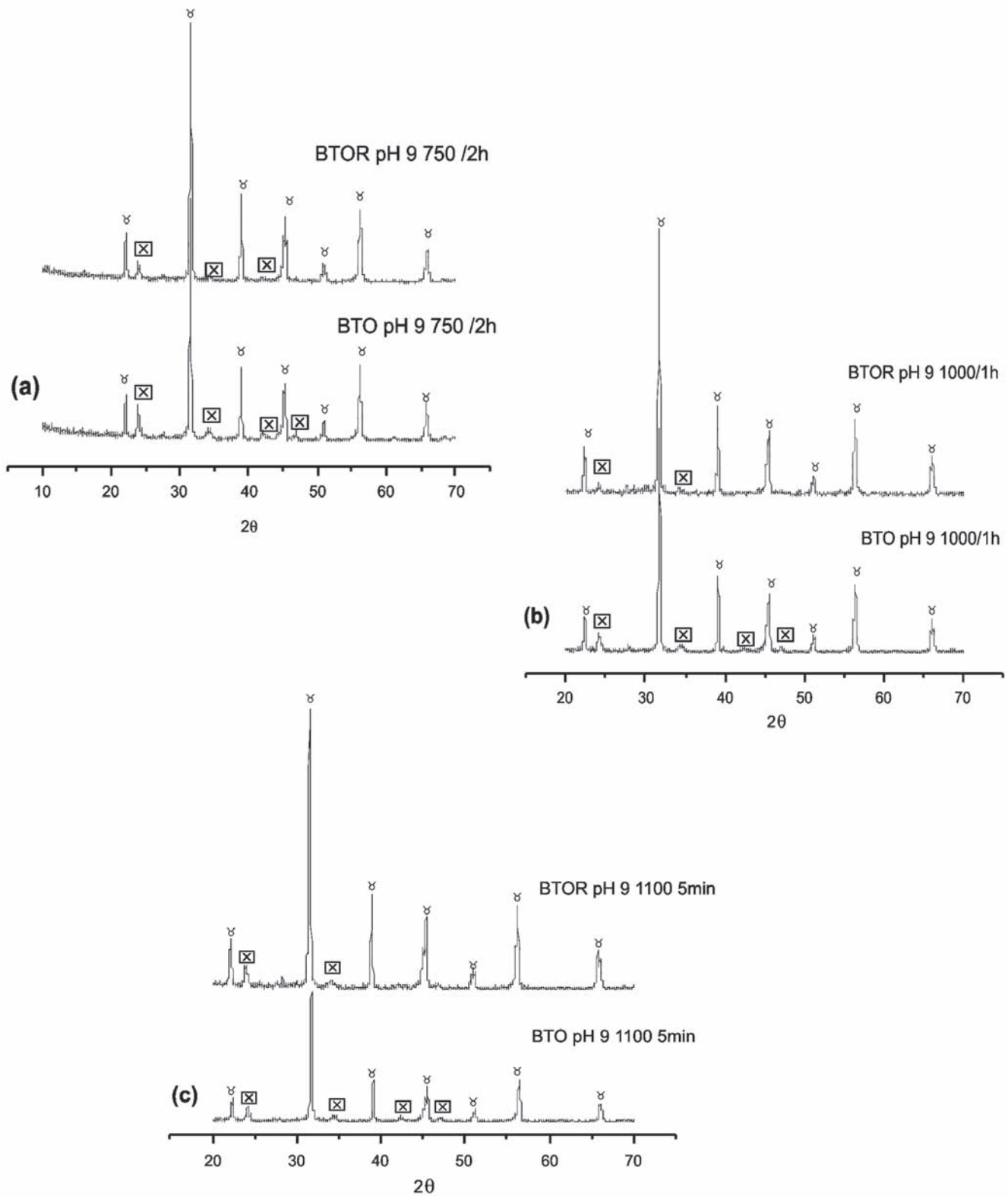


Figura 5. Difractogramas de rayos X correspondientes a muestras sólidas, a pH 9, tratadas a diferentes temperaturas (a) BTO y BTOR 750/2h, (b) BTO y BTOR 1000/1h, (c) BTO y BTOR 1100/5min [γ BaTiO_3 , \boxtimes BaCO_3].

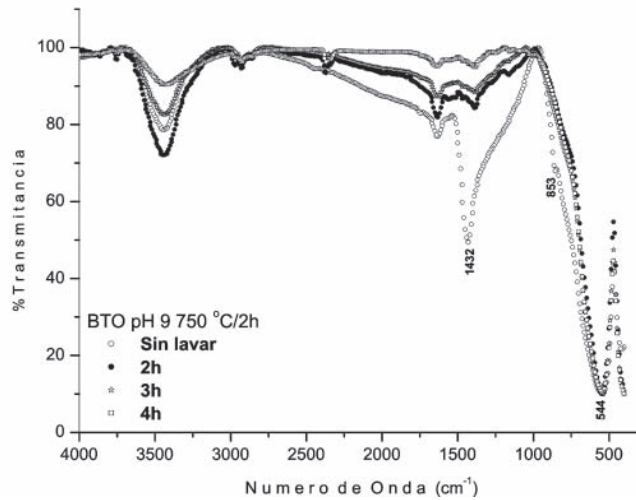


Figura 6. Espectro FTIR correspondiente a la muestra sólida, a pH 9, BTO 750°C/2h, lavada con HCL durante diferentes tiempos.

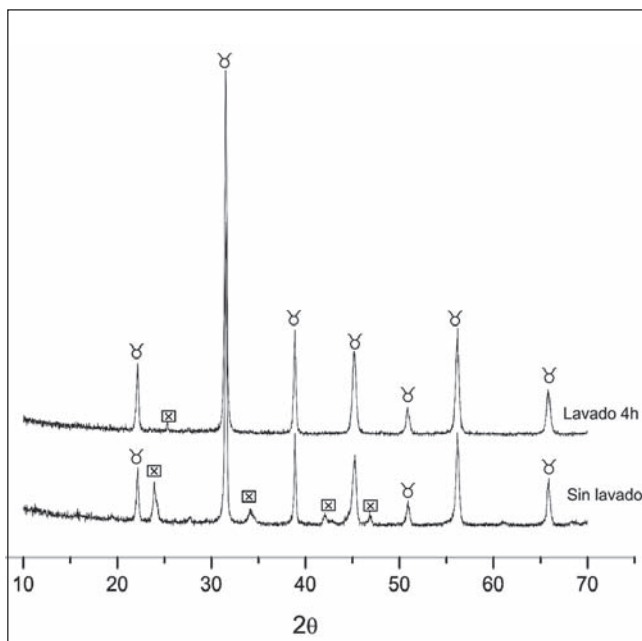


Figura 7. Difractogramas de rayos X correspondientes a la muestra sólida, a pH 9, BTO 750°C/2h, sin lavar y lavada durante 4h.

nanométricas presentan una morfología tipo tablón y una gran cantidad de agregados duros, lo que indica que la sinterización de las nanopartículas está bastante avanzada a 1000°C. Por otro lado, por debajo de 500°C la muestra de BTOR presenta agregados duros de tamaño micrométrico, figuras 8(d) y 8(e), mientras que por encima de esta temperatura la muestra presenta partículas nanométricas con una morfología tipo aguja.

Conclusiones

De los resultados obtenidos en este trabajo se puede concluir lo siguiente:

1. A pesar de que se parte del $\text{Ba}(\text{CH}_3\text{COO})_2$, la presencia de NO_3^- en el sistema favorece el intercambio de ligandos y la formación del $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ en la suspensión. La descomposición de $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ formado es claramente dependiente de la fase de óxido de titanio utilizado como precursor y del contacto íntimo entre las especies de bario y titanio.
2. Analizando la formación del titanato de bario, resultados de espectroscopia IR y rayos X, se observa que la fase anatasa reacciona más rápidamente que la fase rutilo a valores de pH altos durante la síntesis.
3. La evolución de la formación del BaTiO_3 indica que este óxido mixto comienza a formarse a relativas bajas temperaturas ($\sim 500^\circ\text{C}$), y que está acompañada por el BaCO_3 como impureza. El lavado del polvo cerámico con una solución de HCl favorece la eliminación del carbonato y la obtención del BaTiO_3 cúbico a baja temperatura (750°C).
4. Las condiciones más adecuadas para realizar la síntesis del BaTiO_3 son: un pH 9, de una solución acuosa con una concentración 0,06 M de $\text{Ba}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ y 0,5N de HNO_3 , utilizando titanía en fase anatasa y tratando químicamente el sólido obtenido a 750°C con HCl al 2.5% volumen, durante 4h.

Agradecimientos

Este trabajo fue financiado por el proyecto Fundación Banco de la República número 2348. Agradecimiento especial a la VRI de la Universidad del Cauca por la administración de los recursos del proyecto.

Bibliografía

- Blanco, L.M., Fourlaris, G., Rand F., Riley, L. F.** 1999. "Characterization of barium titanate powders: barium carbonate identification". *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 82., 1777-1786.
- Chen W.P., Shen Z.J.** 2008. "A strong correlation of crystal structure and Curie point of barium titanate ceramics with Ba-Ti ratio of precursor composition". *Physica B.*, vol. 403., 660-663.
- Fernández-L. J.F.** 1990. "Influencia del procesamiento cerámico en las relaciones microestructurales y propiedades del BaTiO_3 ". Universidad de Madrid, tesis doctoral., C.S.I.C.

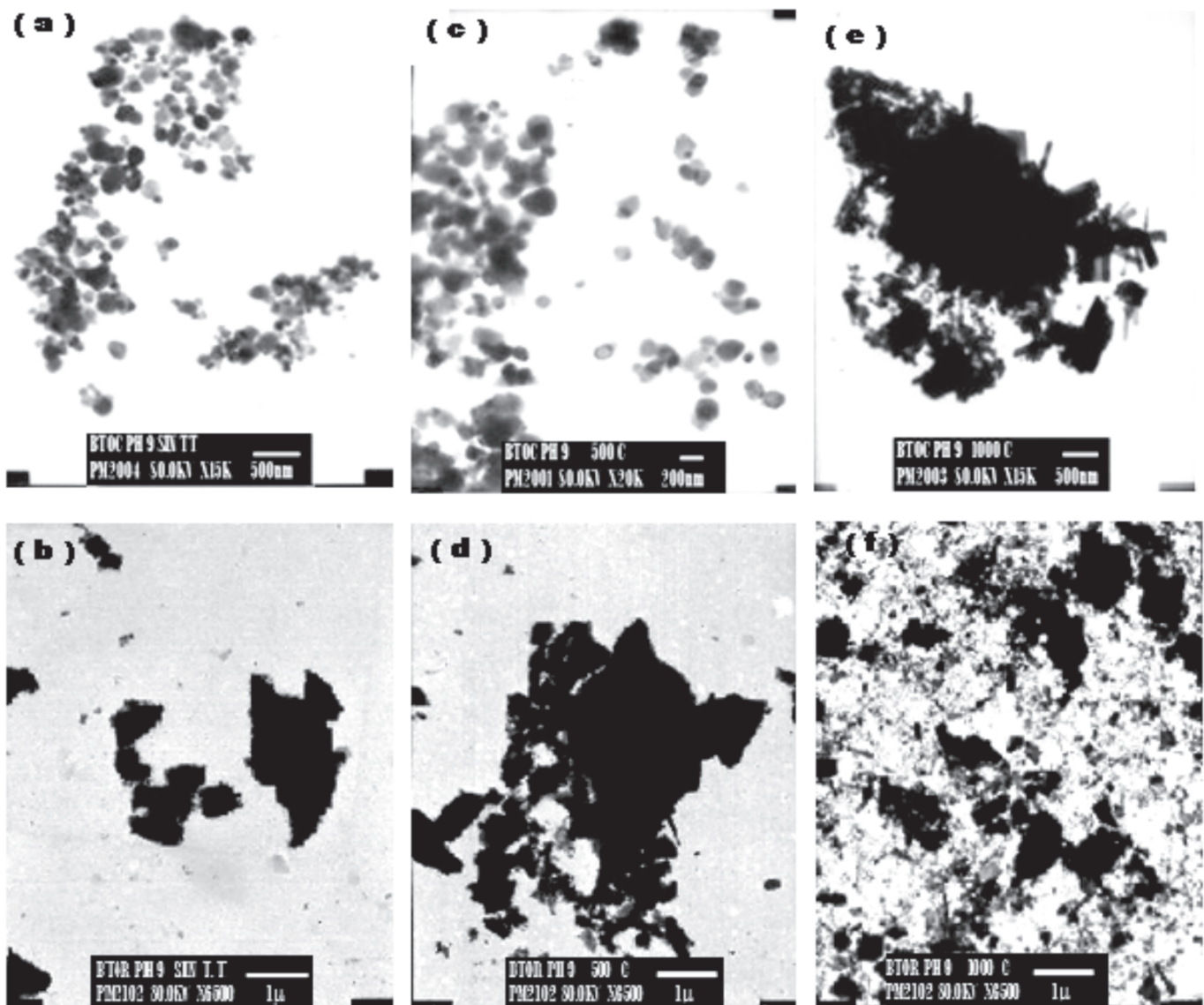


Figura 8. Fotografías tomadas con MET que muestran la morfología y el tamaño de partícula obtenida de los sistemas BTO pH 9 y BTOR pH 9 tratadas térmicamente durante 5 min: (a y b) sin tratamiento térmico, (c y d) 500°C, (e y f) 1000°C respectivamente.

Fernandez J.F., Duran P., Moure C. 1991. "Reaction Kinetics in the BaTiO₃ Synthesis: influence of the TiO₂ crystalline structure and morphology", *Ceramics today-tomorrow's Ceramics.*, Ed. P. Vincenzini, Elsevier Science Publishers, 1973-1982.

Jolivet J. 2000. *Metal oxide chemistry and synthesis*, Jhon Wiley & Sons, Ltd.

Ming X., Yi-nong L., Shu-Zhe, Tong-sheng Q., Dou-You L. 2006. "Sonochemical synthesis of monosized sperical BaTiO₃ particles", *Powder Technology*, vol. 161., 885-889.

Nakamoto, K. 1997. *Infrared and Raman spectra of inorganic and coordination compounds, part B.* 5th edition.

Pradeep P.P., Subas H.R. 1990. "Low-temperature synthesis and processing of electronic materials in the BaO-TiO₂ system", *Review, J. Mater. Sci.*, vol. 25., 1169-1183.

Socrates, G. *Infrared characteristics group frecuencies*, Jhon. Wiley & Sons, Ltd. 1994.

Recibido: noviembre 13 de 2008

Aceptado para su publicación: febrero 24 de 2009.

