

UNIVERSIDAD NACIONAL JORGE BASADRE GROHMANN

Facultad de Ciencias

Escuela Profesional de Física Aplicada

**INFLUENCIA DEL DOPAJE EN LAS PROPIEDADES ESTRUCTURALES, ÓPTICAS Y  
MORFOLÓGICAS DE LAS NANOPARTÍCULAS DE TITANATO DE  
BARIO DOPADO CON CROMO ( $\text{BaTi}_{(1-x)}\text{-Cr}_x\text{O}_3$ )**

TESIS

Presentada por:

Bach. Julio César Huillca Huillca

Para optar el Título Profesional de:

**LICENCIADO EN FÍSICA APLICADA**

**TACNA - PERÚ**

2023



## Acta de Sustentación de Tesis N° 397

En la ciudad de Tacna, en el auditorium de la Facultad de Ciencias, de la Universidad Nacional Jorge Basadre Grohmann; siendo las 11 horas de día 07 de Setiembre del 2023, estando presente el jurado calificador nominado por Resolución de Facultad N° 10626-2023-FACI-UN/JBG, conformado por las siguientes docentes:

Dr. Efraio Mamani Flores Presidente

Dr. Jesús Alfredo Chacaltana García Secretario

Dra. Lidia Narda Vilca Quispe Vocal

Acto seguido, se dio lectura a la Resolución correspondiente, y del mismo modo se dio lectura al artículo 82 del Reglamento de Grados y Títulos de la Facultad de Ciencias.

A continuación, el presidente del Jurado invitó a el Bachiller: Julio César Huilca Huilca, a exponer la tesis titulada: "INFLUENCIA DEL DOPAJE EN LAS PROPIEDADES ESTRUCTURALES, ÓPTICAS Y MORFOLÓGICAS DE LAS NANOPARTICULAS DE TITANATO DE BARIO DOPADO CON CROMO ( $BaTi_{(1-x)}Cr_xO_3$ )"

Siendo las 12 horas, el tesisista concluye su exposición, luego se procedió a la formulación de las preguntas por parte de los miembros del jurado calificador. Terminado este proceso, se invitó a que los miembros del jurado emitan su calificación de acuerdo a reglamento. El promedio de la calificación dio el siguiente resultado: Aprobado POR UNANIMIDAD con el calificativo de SOBRESALIENTE con nota DIECISIETE (17), de acuerdo al Reglamento de Grados y Títulos de la Facultad de Ciencias -

Siendo las 12 horas con 25 minutos, se dio por concluido el acto de sustentación de la tesis, firmando los señores miembros del jurado calificador, en señal de conformidad.

Dr. Efraio Mamani Flores  
Presidente

Dr. Jesús Chacaltana García  
Secretario

Dra Lidia Narda Vilca Quispe  
VOCAL

## CERTIFICADO DE SIMILITUD

Yo, MSc. Carlos Armando Polo Bravo, en mi condición de Asesor acreditado por Resolución de Facultad N° 10509-2023-FACI-UN/JBG, del Bachiller Julio César Huillca Huillca quien sustentó la tesis titulada: INFLUENCIA DEL DOPAJE EN LAS PROPIEDADES ESTRUCTURALES, ÓPTICAS Y MORFOLÓGICAS DE LAS NANOPARTICULAS DE TITANATO DE BARIO DOPADO CON CROMO ( $\text{BaTi}_{i(1-x)}\text{Cr}_x\text{O}_3$ ), para obtener el título profesional de Licenciado en Física.

Informo que habiendo cumplido con lo establecido en el reglamento de originalidad y de similitud de trabajos de investigación y producción intelectual, y según la revisión, evaluación y análisis realizado a través del software de similitud textual TURNITIN; cuenta con el nivel de similitud permitido cuyo porcentaje es 2%.

Por lo que certifico la similitud de la escala de similitud de la tesis, la misma que está de acuerdo a la similitud baja: permitido; para continuar con los trámites correspondientes y proceder a su publicación en el repositorio institucional.

Se emite el presente certificado, para cumplir con los requisitos institucionales y continuar con los tramites conducentes a la obtención del título profesional.

Tacna, 22 de agosto de 2023



**MSC. CARLOS ARMANDO POLO BRAVO**  
**ASESOR**

A mi madre y a mi querido hermano Alfredo.

Tupananchiskama

## Agradecimientos:

A mi asesor de tesis, MsC. Carlos Armando Polo Bravo, por la oportunidad de desarrollar este trabajo en el proyecto de investigación que dirige denominado “Desarrollo de películas delgadas de nanotubos de carbono/TiO<sub>2</sub> para mejorar la eficiencia de celdas solares sensibilizadas con colorantes (DSSC)”;

a la Dra. Lidia Narda Vilca Quispe por sus recomendaciones y observaciones que fueron de valiosa importancia en la redacción del presente trabajo;

al Dr. José Antonio Tiburcio Moreno, por la colaboración con los proyectos “Estudio de materiales ferroeléctricos (BiFeO<sub>3</sub> y Bi<sub>2</sub>FeCrO<sub>6</sub>) y su aplicación en celdas solares” y “Determinación de las huellas digitales ópticas de materiales sólidos, líquidos y orgánicos mediante espectroscopía visible e infrarroja.” con el uso de los equipos para la caracterización calorimétrica y de espectroscopía infrarroja;

al proyecto de investigación “Estudio de la aplicación de la nanotecnología para la purificación del agua con arsénico en la región Tacna.” del Dr. Jesús Placido Medina Salas y Mgr. Francisco Gamarra Gómez, por la colaboración con los equipos de Difractometría de Rayos X y espectroscopia UV-Visible;

al Msc. Elisban Sacari Sacari, asistente de investigación de NanoLab, por el apoyo en el proceso de síntesis y caracterización.

## RESUMEN

En las últimas décadas la investigación de los nanomateriales para mejorar la eficiencia de nuevas celdas solares y aprovechar la energía ilimitada proveniente del Sol ha tenido un impulso significativo. Uno de ellos es el Titanato de Bario que, por su estructura cristalina que la hacen poseedoras de propiedades ferroeléctricas y ópticas peculiares, la convierten en un material candidato para la mejora de eficiencia de las celdas solares. En este trabajo se sintetizó Titanato de Bario (TB) dopado con Cromo vía Sol-precipitación a una temperatura de calcinación de 700 °C y presión ambiente. Los polvos fueron caracterizados por Difracción de Rayos X (DRX), Análisis térmico simultáneo (TGA-DSC), espectroscopía por UV-Visible, Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR), análisis superficial por el método BET (Brunauer-Emmett-Teller) y por Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM). La fase cúbica fue confirmada por DRX para el TB sin dopaje, mientras que presenta una distorsión hacia la fase tetragonal en las muestras dopadas con Cromo, la espectroscopia infrarroja también confirma la presencia de enlaces característicos de la estructura del TB. La banda prohibida calculada fue de 3,22 eV para la muestra con una ligera disminución para las muestras con dopajes. El área superficial fue de 2,54 m<sup>2</sup>/g para la muestra sin dopaje y una máxima de 4,51 m<sup>2</sup>/g con 0,5% de dopaje con Cromo. La disminución en la reflectancia aumenta el porcentaje de absorción del espectro electromagnético en el rango medido que para una futura aplicación en celdas solares podría indicar un mayor porcentaje de eficiencia en la conversión hacia energía eléctrica.

Palabras clave: titanato de bario, dopaje con cromo, nanomateriales, sol-precipitación.

## ABSTRACT

In recent decades, research into nanomaterials to improve the efficiency of new solar cells and take advantage of the unlimited energy from the Sun has had a significant boost. One of them is Barium Titanate which, due to its crystalline structure that makes it possess peculiar ferroelectric and optical properties, will define it as a candidate material for improving the efficiency of solar cells. In this work, Barium Titanate (TB) doped with Chromium was synthesized via Sol-precipitation at a calcination temperature of 700 °C and ambient pressure. The powders were characterized by X-ray Diffraction (XRD), Simultaneous Thermal Analysis (TGA-DSC), UV-Visible spectroscopy, Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), surface analysis by the BET (Brunauer-Emmett-Teller) method) and by Transmission Electron Microscopy (TEM). The cubic phase was confirmed by XRD for the TB without doping, while it presents a distortion towards the tetragonal phase in the samples doped with Chromium, the infrared spectroscopy also confirms the presence of characteristic bonds of the TB structure. The calculated band gap was 3.22 eV for the sample with a slight decrease for the doped samples. The surface area was 2.54 m<sup>2</sup>/g for the sample without doping and a maximum of 4.51 m<sup>2</sup>/g with 0.5% Chromium doping. The decrease in reflectance increases the percentage of absorption of the electromagnetic spectrum in the measured range, which for a future application in solar cells could indicate a higher percentage of efficiency in the conversion to electrical energy.

Keywords: barium titanate, chromium doped, nanomaterials, sol-precipitation.

## ÍNDICE

<b>INTRODUCCIÓN</b> .....	1
<b>CAPÍTULO 1</b> .....	4
<b>PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA</b> .....	4
<b>1.1 Descripción de la investigación</b> .....	4
<b>1.2 Justificación e importancia de la investigación</b> .....	5
<b>1.3 Objetivos</b> .....	6
<b>1.3.1 Objetivo general</b> .....	6
<b>1.3.2 Objetivos específicos</b> .....	6
<b>1.4 Hipótesis</b> .....	7
<b>1.4.1 Hipótesis general</b> .....	7
<b>1.4.2 Hipótesis específicas</b> .....	7
<b>1.5 Variables</b> .....	7
<b>1.5.1 Variable independiente</b> .....	7
<b>1.5.2 Variable dependiente</b> .....	8
<b>1.5.3 Operacionalización de variables</b> .....	8
<b>CAPÍTULO 2</b> .....	9
<b>FUNDAMENTO TEÓRICO</b> .....	9
<b>2.1 Nanomateriales</b> .....	9

<b>2.2 Descubrimiento del Titanato de Bario</b> .....	14
<b>2.2.1 Estructura Cristalina</b> .....	14
<b>2.2.2 Propiedades</b> .....	16
<b>2.2.3 Aplicaciones</b> .....	17
<b>2.3 Titanato de Bario dopado con Cromo</b> .....	18
<b>2.4 Métodos de Síntesis</b> .....	19
<b>2.4.1 Sol-Gel</b> .....	20
<b>2.4.2 Coprecipitación</b> .....	22
<b>2.4.3 Método de Sol-Precipitación</b> .....	24
<b>2.5 Caracterización</b> .....	25
<b>2.5.1 Análisis Termo-Gravimétrico (TGA) y Escaneo de Calorimetría diferencial (DSC).</b> .....	26
<b>2.5.2 Difracción de Rayos X</b> .....	28
<b>2.5.3 Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR)</b> .....	31
<b>2.5.4 Espectroscopía por UV-Visible</b> .....	34
<b>2.5.5 Análisis superficial por el método BET (Brunauer – Emmett – Teller)</b> .....	36
<b>2.5.6 Análisis por Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM)</b> .....	37
<b>CAPÍTULO 3</b> .....	39
<b>DISEÑO EXPERIMENTAL</b> .....	39

<b>3.1 Síntesis de Titanato de Bario puro y Titanato de Bario dopado con Cromo.....</b>	<b>39</b>
<b>3.1.1 Materiales.....</b>	<b>39</b>
<b>3.1.2 Preparación del Titanato de Bario puro y dopado con Cromo.....</b>	<b>39</b>
<b>3.2 Caracterización .....</b>	<b>41</b>
<b>3.2.1 Caracterización por DSC y TGA .....</b>	<b>41</b>
<b>3.2.2 Caracterización por Rayos X .....</b>	<b>42</b>
<b>3.2.3 Caracterización por FTIR .....</b>	<b>43</b>
<b>3.2.4 Caracterización por UV-Visible.....</b>	<b>44</b>
<b>3.2.5 Caracterización superficial por el método BET .....</b>	<b>44</b>
<b>3.2.6 Caracterización por Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM).....</b>	<b>46</b>
<b>CAPÍTULO 4 .....</b>	<b>47</b>
<b>RESULTADOS .....</b>	<b>47</b>
<b>4.1 DSC y TGA (Calorimetría Diferencial de Barrido y Termo Gravimetría).....</b>	<b>47</b>
<b>4.2 Difracción de Rayos-X.....</b>	<b>50</b>
<b>4.3 FTIR (Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier).....</b>	<b>60</b>
<b>4.4 UV-Visible.....</b>	<b>62</b>
<b>4.5 Área superficial .....</b>	<b>65</b>
<b>4.6 Análisis por TEM.....</b>	<b>65</b>
<b>CAPÍTULO 5 .....</b>	<b>71</b>

<b>DISCUSIÓN</b> .....	71
<b>5.1 DSC y TGA (Calorimetría Diferencial de Barrido y Termo Gravimetría)</b> .....	71
<b>5.2 Difracción de Rayos-X</b> .....	73
<b>5.3 FTIR (Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier)</b> .....	78
<b>5.4 UV-Visible</b> .....	79
<b>5.5 Área superficial</b> .....	82
<b>5.6 Análisis por TEM</b> .....	84
<b>CAPITULO 6</b> .....	86
<b>CONCLUSIONES</b> .....	86
<b>CAPÍTULO 7</b> .....	88
<b>SUGERENCIAS</b> .....	88
<b>REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS</b> .....	90

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Representación gráfica del ADN.....	11
Figura 2. Representación gráfica de escalas medibles.....	11
Figura 3. Estructura cristalina de la Perovskita.....	13
Figura 4. Estructura cristalina cúbica del Titanato de Bario.....	15
Figura 5. Representación de alargamientos de la estructura cúbica del BaTiO <sub>3</sub> .....	16
Figura 6. Representación de la sustitución del Ti por Cr.....	19
Figura 7. Micrografía de Titanato de Bario obtenido vía Sol-Gel.....	21
Figura 8. Esquema de la secuencia del proceso Sol-Gel.....	22
Figura 9. Esquema del proceso de Coprecipitación.....	23
Figura 10. Micrografía de Titanato de Bario obtenido vía coprecipitación a una concentración de 0,075M.....	24
Figura 11. Micrografía de Titanato de Bario obtenido vía Precipitación en Solución con surfactante.....	25
Figura 12. Curva TGA y DSC del Titanato de Bario (a).....	27
Figura 13. Curva TGA y DSC del Titanato de Bario (b).....	28
Figura 14. Esquema de difracción de Rayos X entre planos .....	29
Figura 15. Esquema de reflexión de Bragg.....	30

Figura 16. Representación del pico de Rayos-X en el ángulo de Bragg .....	31
Figura 17. División de las cuatro regiones del espectro infrarrojo medio.....	33
Figura 18. Esquema ilustrado de los principales componentes del FTIR .....	34
Figura 19. Esquema del funcionamiento de un Microscopio Electrónico de Transmisión....	38
Figura 20. Diagrama de flujo para la síntesis del Titanato de Bario puro y dopado con Cromo.....	40
Figura 21. Equipo de TGA y DSC.....	42
Figura 22. Equipo de Difracción de Rayos X.....	43
Figura 23. Equipo FTIR.....	43
Figura 24. Equipo de Espectrofotometría de UV-Visible .....	44
Figura 25. Equipo BET.....	45
Figura 26. Equipo desgasificador .....	45
Figura 27. Equipo de Microscopía Electrónica de Transmisión.....	46
Figura 28. Curva termogravimétrica (TGA) para los precursores de las nanopartículas de Titanato de Bario puro.....	48
Figura 29. Curva TGA y DTG para los precursores de las nanopartículas de Titanato de Bario puro.....	49

Figura 30. Curva TGA-DSC para los precursores de las nanopartículas de Titanato de Bario puro.....	50
Figura 31. Difractograma de las nanopartículas de Titanato de Bario puro y referencia.....	51
Figura 32. Difractograma de las nanopartículas de Titanato de Bario sin dopaje.....	52
Figura 33. Comparación entre dato teórico y experimental del difractograma del Titanato de Bario sin dopaje .....	53
Figura 34. Difractograma de las nanopartículas de Titanato de Bario dopado con Cr a diferentes porcentajes.....	54
Figura 35. Difractograma de las nanopartículas de Titanato de Bario puro y dopado con Cromo a diferentes concentraciones .....	55
Figura 36. Difractograma de las nanopartículas de Titanato de Bario puro y dopado con Cromo alrededor de $2\theta=45^\circ$ .....	56
Figura 37. Espectro infrarrojo de las nanopartículas de Titanato de Bario sin dopaje.....	60
Figura 38. Espectro infrarrojo de las nanopartículas de Titanato de Bario puro y dopado con Cromo a distintas concentraciones .....	61
Figura 39. Reflectancia óptica de las nanopartículas de Titanato de Bario puro.....	62
Figura 40. Comparación de reflectancia óptica de las nanopartículas de Titanato de Bario puro y dopado con Cromo.....	63

Figura 41. Función de reflectancia vs $h\nu$ para aproximar la banda prohibida de las nanopartículas de Titanato de Bario puro y dopado con Cromo .....	64
Figura 42. Micrografía de las nanopartículas de Titanato de Bario sin dopaje obtenida por TEM.....	66
Figura 43. Micrografía de las nanopartículas de Titanato de Bario con 0,5 % de dopaje con Cromo obtenida por TEM .....	67
Figura 44. Micrografía de las nanopartículas de Titanato de Bario con 1 % de dopaje con Cromo obtenida por TEM .....	68
Figura 45. Micrografía de las nanopartículas de Titanato de Bario con 3 % de dopaje con Cromo obtenida por TEM .....	69
Figura 46. Micrografía de las nanopartículas de Titanato de Bario con 5 % de dopaje con Cromo obtenida por TEM .....	70

## ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Variables.....	8
Tabla 2. Tamaño promedio del cristal para los distintos picos de las nanopartículas de Titanato de Bario sin dopaje.....	57
Tabla 3. Tamaño promedio del cristal para los distintos picos de las nanopartículas de Titanato del Bario dopado con 0.3% de Cromo.....	57
Tabla 4. Tamaño promedio del cristal del cristal para los distintos picos de las nanopartículas de Titanato del Titanato de Bario dopado con 0.5% de Cromo.....	58
Tabla 5. Tamaño promedio del cristal del cristal para los distintos picos de las nanopartículas de Titanato del Titanato de Bario dopado con 1% de Cromo .....	58
Tabla 6. Tamaño promedio del cristal del cristal para los distintos picos de las nanopartículas de Titanato del Titanato de Bario dopado con 3% de Cromo.....	59
Tabla 7. Tamaño promedio del cristal para los distintos picos de las nanopartículas de Titanato de Bario dopado con 5 % de Cromo.....	59
Tabla 8. Área superficial de las nanopartículas de Titanato de Bario puro y dopado con Cromo .....	65
Tabla 9. Área superficial de Titanato de Bario sin dopaje obtenido por distintos autores..	83
Tabla 10. Comparación del área superficial de Titanato de Bario dopado con Cromo con otros autores .....	84

## **GLOSARIO DE ABREVIATURAS**

<b>UV-Vis:</b>	<b>Ultravioleta Visible</b>
<b>TEM:</b>	<b>Microscopía Electrónica de Transmisión</b>
<b>TGA:</b>	<b>Análisis Termogravimétrico</b>
<b>DSC:</b>	<b>Calorimetría Diferencial de Barrido</b>
<b>ADN:</b>	<b>Ácido Desoxirribonucleico</b>
<b>PMMA:</b>	<b>Polimetil-Metacrilato</b>
<b>PEM:</b>	<b>Membrana de Intercambio de Protones</b>
<b>PCE:</b>	<b>Eficiencia de Conversión de Energía</b>
<b>pH:</b>	<b>Potencial de Hidrógeno</b>
<b>nm:</b>	<b>Nanómetro(s)</b>
<b>eV:</b>	<b>Electrón volt</b>
<b>°C:</b>	<b>Grados Celsius</b>
<b>Å:</b>	<b>Angstrom</b>
<b>λ:</b>	<b>Longitud de Onda</b>

## INTRODUCCIÓN

El estudio de los nanomateriales desde hace unas décadas ha tenido un fuerte impacto en el desarrollo de la industria a nivel mundial y esto ha impulsado que se sigan haciendo investigaciones en esta área muy importante del conocimiento: la ciencia de los nanomateriales.

Estos nanomateriales presentan propiedades y características muy interesantes que pueden ser muy bien aprovechados en distintos aspectos en la sociedad: la industria alimentaria (Cartelle Gestal & Zurita, 2015), la medicina veterinaria y producción agropecuaria (Coppo, 2009), la generación de energía (Vidal-Limón et al., 2017), almacenamiento de energía (Rejón et al., 2016), remediación ambiental (Daniel & Luciano, 2018), nanoingeniería (Muñoz, 2014), cosméticos (Fytianos & Rahdar, 2020) entre otras aplicaciones. El Titanato de Bario ( $\text{BaTiO}_3$ ) a escala nanométrica es un material de tipo perovskita que ha tenido un importante interés en la comunidad científica por poseer propiedades interesantes que pueden ser aplicados con especial énfasis en dispositivos electrónicos (Ertuğ, 2013). En tal sentido, es de interés seguir investigando tanto como los métodos de síntesis y la caracterización del Titanato de Bario para tener un mejor conocimiento de sus propiedades y que luego puedan ser aprovechados en futuras aplicaciones.

El Titanato de Bario por sí solo es un material que presenta propiedades ferroeléctricas muy importantes que tienen aplicaciones muy importantes para dispositivos electrónicos (Vijatovi et al., 2008), pero si se quiere mejorar algunas propiedades de dicho material, es necesario introducir pequeñas cantidades de impurezas para que se puedan modificar alguna propiedad

que deseamos que aumente o disminuya. El Cromo es un candidato muy interesante por presentar un radio iónico que se asemeja al del Titanio (Maria Teresa Buscaglia et al., 2001) y que pueden mejorar algunos aspectos importantes para aplicaciones en celdas solares, como es la absorción (Amaechi et al., 2019).

Este trabajo de investigación se dividió en cinco capítulos. En el primer capítulo se hace una descripción del problema para luego plantear el problema de investigación, seguidamente de la justificación y variables. En el segundo capítulo se exponen los fundamentos teóricos de los nanomateriales, se da a conocer la estructura, propiedades y aplicaciones del Titanato de Bario y el dopamiento con Cromo; seguidamente se dan a conocer algunos métodos de síntesis con el que actualmente se obtiene el Titanato de Bario; y la última parte del capítulo segundo, se explican los principales instrumentos de caracterización que nos ayudarán a medir la estructura del material, así como algunas propiedades. En el tercer capítulo, luego de haber tenido una noción sobre los métodos de síntesis y caracterización del Titanato de Bario, pasamos al diseño experimental en donde se explica de la manera más gráfica y detallada posible el proceso de síntesis y la caracterización del Titanato de Bario y la introducción de pequeños porcentajes de Cromo en la síntesis. En el cuarto capítulo se exponen los resultados de la caracterización por Difracción de Rayos X, Espectroscopía UV-Vis, Analizador térmico simultáneo TGA y DSC, análisis superficial por el método BET y Microscopía Electrónica de Transmisión; también se hace una discusión de cada una de los datos obtenidos directamente por los equipos, así como los conseguidos indirectamente. Por último, en el quinto capítulo se exponen las conclusiones a las que se llegaron luego de

analizar los resultados de todo el proceso, luego, también se dan algunas recomendaciones para futuras investigaciones que puedan realizarse en este mismo marco.

Este trabajo se realizó en el marco del proyecto de investigación de la facultad de ciencias en la escuela profesional de física aplicada, cuyo principal impulsador es el docente investigador Msc. Armando Polo denominado “Desarrollo de películas delgadas de nanotubos de carbono/TiO<sub>2</sub> para mejorar la eficiencia de celdas solares sensibilizadas con colorantes (DSSC)”, también con el apoyo de los proyectos “Estudio de materiales ferroeléctricos (BiFeO<sub>3</sub> y Bi<sub>2</sub>FeCrO<sub>6</sub>) y su aplicación en celdas solares” y “Determinación de las huellas digitales ópticas de materiales sólidos, líquidos y orgánicos mediante espectroscopía visible e infrarroja.” Liderados por el Dr. José Antonio Tiburcio Moreno, y colaboración del proyecto de investigación “Estudio de la aplicación de la nanotecnología para la purificación del agua con arsénico en la región Tacna.” del Dr. Jesús Placido Medina Salas y Mgr. Francisco Gamarra Gómez. Todos estos proyectos de investigación son financiados con fondos del canon y sobre canon minero que la UNJBG recibe de la explotación minera.

# CAPÍTULO I

## PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

### 1.1 Descripción de la investigación

La investigación en el campo de la nanotecnología está teniendo un enorme potencial de innovación para solucionar muchos de los problemas actuales en áreas tan disímiles como la medicina, la electrónica, la remediación ambiental, la producción de energía, los textiles, los cosméticos entre otras (Caramillo Abad et al., 2019). En este sentido, el estudio y la búsqueda de nuevos conocimientos en esta área son muy importantes para el desarrollo de la industria y la sociedad.

El Titanato de Bario, desde su descubrimiento, ha sido desarrollada como cerámico piezoeléctrico (Jaff et al., 1971), y ha sido utilizado en distintos dispositivos electrónicos, como los termistores (Wegmann et al., 2007), moduladores electro-ópticos (Avrahami, 2003), capacitores (Hwu et al., 2005) entre otras aplicaciones. El dopamiento con pequeñas proporciones de Cromo pueden cambiar significativamente las propiedades del Titanato de Bario sin dopaje. Se plantea conocer la influencia del dopaje en las propiedades estructurales, ópticas y morfológicas del Titanato de Bario dopado con Cromo para sus posibles aplicaciones en celdas solares.

#### **Formulación del problema general:**

¿En qué medida el dopaje del Titanato de Bario con Cromo influye en las propiedades estructurales, ópticas y morfológicas?

### **Formulación de problemas específicos:**

- ¿Cómo influye el dopaje del Titanato de Bario con Cromo en las propiedades estructurales de las nanopartículas de  $(\text{BaTi}_{(1-x)}\text{-Cr}_x\text{O}_3)$ ?
- ¿En qué medida influye el dopaje del Titanato de Bario con Cromo en las propiedades ópticas de las nanopartículas de  $(\text{BaTi}_{(1-x)}\text{-Cr}_x\text{O}_3)$ ?
- ¿Cuál será la influencia del dopaje en las propiedades morfológicas de las nanopartículas de Titanato de Bario dopado con Cromo  $(\text{BaTi}_{(1-x)}\text{-Cr}_x\text{O}_3)$ ?

### **1.2 Justificación e importancia de la investigación**

Los nanomateriales vienen siendo aplicados en distintas áreas, un ejemplo son en el desarrollo de celdas solares que buscan mejorar las eficiencias actuales del mercado y en esa línea la Universidad Nacional Jorge Basadre Grohmann viene impulsando proyectos de investigación con el fin de desarrollar películas delgadas en base a nanomateriales para mejorar la eficiencia de las celdas solares y, ya que la región Tacna se encuentra en una zona privilegiada al tener un potencial energético global cuantificado sobre una superficie horizontal en valor promedio anual de  $6,04 \pm 0,36 \text{ kWh/m}^2$  es de interés regional impulsar el desarrollo del proyecto. En nuestro país la investigación en el área de nanomateriales, como el Titanato de Bario, es muy escasa. El presente trabajo aportará resultados experimentales de las propiedades estructurales, ópticas y morfológicas del Titanato de Bario dopado con Cromo con el fin de encontrar los factores que posibilitan una mejor performance para su futura aplicación en el mejoramiento de las eficiencias

de celdas solares y así aportar con conocimiento sobre las nanopartículas del Titanato de Bario dopado con Cromo y desarrollar los proyectos de investigación impulsados con fondos del canon minero.

### **1.3 Objetivos**

#### **1.3.1 Objetivo general**

Determinar la influencia en las propiedades estructurales, ópticas y morfológicas de nanopartículas de Titanato de Bario dopado con Cromo ( $\text{BaTi}_{(1-x)}\text{Cr}_x\text{O}_3$ ).

#### **1.3.2 Objetivos específicos**

- Caracterizar las propiedades estructurales de las nanopartículas sintetizadas de Titanato de Bario dopado con Cromo.
- Caracterizar las propiedades ópticas de las nanopartículas sintetizadas de Titanato de Bario dopado con Cromo.
- Caracterizar las propiedades morfológicas de las nanopartículas sintetizadas de Titanato de Bario dopado con Cromo.

## 1.4 Hipótesis

### 1.4.1 Hipótesis general

- El dopaje del Titanato de Bario con Cromo tiene influencia en las propiedades estructurales, ópticas y morfológicas de las nanopartículas de Titanato de Bario dopado con Cromo ( $\text{BaTi}_{(1-x)}\text{-Cr}_x\text{O}_3$ ).

### 1.4.2 Hipótesis específicas

- El dopaje del Titanato de Bario con Cromo influye en las propiedades estructurales de las nanopartículas de Titanato de Bario dopado con Cromo ( $\text{BaTi}_{(1-x)}\text{-Cr}_x\text{O}_3$ ).
- El dopaje del Titanato de Bario con Cromo cambia las propiedades ópticas de las nanopartículas de Titanato de Bario dopado con Cromo ( $\text{BaTi}_{(1-x)}\text{-Cr}_x\text{O}_3$ ).
- El dopaje del Titanato de Bario con Cromo modifica las propiedades morfológicas de las nanopartículas de Titanato de Bario dopado con Cromo ( $\text{BaTi}_{(1-x)}\text{-Cr}_x\text{O}_3$ ).

## 1.5 Variables

### 1.5.1 Variable independiente

- Dopaje con Cromo.

### 1.5.2 Variable dependiente

- Propiedades estructurales
- Propiedades ópticas
- Propiedades morfológicas

### 1.5.3 Operacionalización de variables

**Tabla 1**

*Variables*

2 Variable independiente				
Variable	Definición	Dimensión	Indicador	Unidad
Dopaje con Cromo	Porcentaje presente en la muestra	Porcentaje	Porcentaje de cromo	%
Variables dependientes				
Variable	Definición	Dimensión	Indicador	Unidad
Propiedades estructurales	Disposición de los átomos que forman una determinada estructura.	-Cúbica -Tetragonal -Hexagonal -Ortorrómica	Estructura cristalina de las nanopartículas de titanato de bario dopado con cromo	--
Propiedades ópticas	Capacidad de interacción de la muestra con el espectro electromagnético	-Porcentaje -Energía	Reflectancia y banda prohibida de las nanopartículas de titanato de bario dopado con cromo	-% -eV
Propiedades morfológicas	Forma constituyente del material en cuanto a su área superficial.	Área	Área superficial de las nanopartículas de titanato de bario dopado con cromo	m <sup>2</sup>

## **CAPÍTULO II**

### **FUNDAMENTO TEÓRICO**

Se darán a conocer los conceptos necesarios para entender el mundo de los nanomateriales, seguidamente se desarrolla el material estudiado en el presente trabajo, luego se explican las tres técnicas que son viables en el laboratorio así como la que se siguió para obtener el material estudiado y, para terminar, se dan a conocer los conceptos y principios en la que se basan los equipos de caracterización, como son: equipo de difracción de Rayos-X, Espectrofotómetro UV-Visible, el equipo de Termogravimetría y Calorimetría Diferencial de Barrido (TGA-DSC), Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR), medición de área superficial por el método BET (Brunauer-Emmett-Teller) y Microscopía Electrónica de Barrido (TEM).

#### **2.1 Nanomateriales**

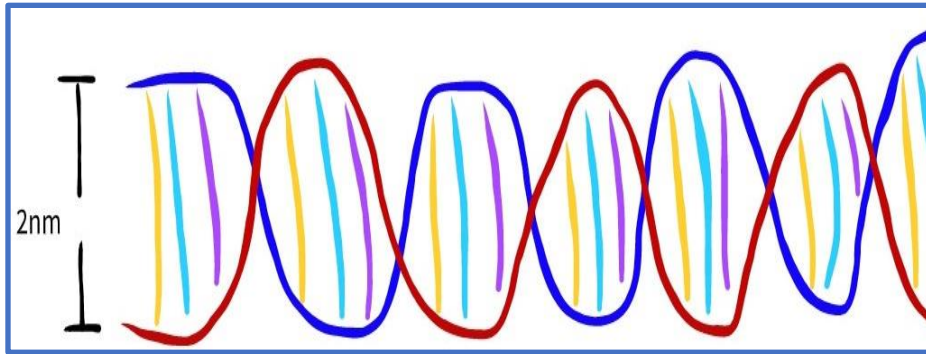
El 29 de diciembre de 1959, Richard P. Feynman, ganador del Premio Nobel de Física en 1965 por el desarrollo de la electrodinámica cuántica, se presentaba en el recinto señalado para una charla de la reunión anual de la Sociedad Americana de Física en el Instituto Tecnológico de California (Caltech) denominada: Hay mucho espacio en el fondo (There's Plenty of Room at the Bottom), en la que ya advertía de la posibilidad de manipular la materia a escala muy pequeña (Feynman, 1959). Feynman daba así una visión de lo que podría significar la manipulación y estructuración a escalas muy pequeñas que más adelante daría el inicio a una nueva área del conocimiento científico y que se llamarían: nanomateriales.

Cuando un material tiene una o más de sus dimensiones (ancho, largo y alto) en el orden de 1 a 100 nm, se le denominan nanomateriales (Camacho & Zapata, 2017; Gago, 2010; Medina et al., 2015) y a esta escala, éstos materiales exhiben propiedades peculiares que no presentarían a un tamaño mucho mayor, pero siguen siendo las mismas en cuanto a su composición química (Mulvaney, 2015). Para tener una idea más gráfica de las dimensiones de estos materiales podríamos hacer una comparación del ancho del ADN, Figura 1, que mide aproximadamente 2 nm (Jiménez-Barrios & Chirino, 2018) y en la Figura 2 podemos hacer una comparación entre objetos conocidos de distintas escalas: macroscópicas, microscópicas y submicroscópicas.

Estas propiedades únicas de naturaleza física y química presentes en estos materiales pueden dividirse en tres categorías por su dimensión: de dimensión cero son las nanopartículas; de dimensión uno son los nanocables y nanobarillas; y las de dimensión dos son las películas delgadas (Jandt & Watts, 2020). Esta tecnología emergente ha desarrollado muchos materiales que son para hacer frente a muchos problemas desde el tratamiento de aguas contaminadas para consumo humano (Hassan, 2005) hasta la aplicación para obtener bioempaques en la industria alimentaria (Elizondo & Gallo, 2011).

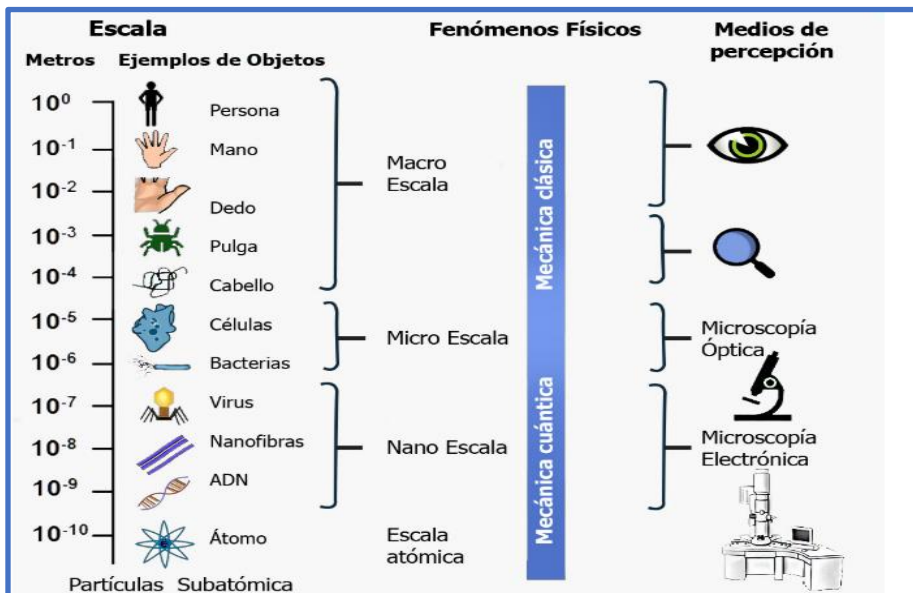
**Figura 1**

*Representación gráfica del ADN.*



**Figura 2**

*Representación gráfica de escalas medibles.*



*Nota:* Tomado de “El mundo micro en el mundo nano: importancia y desarrollo de nanomateriales para el combate de las enfermedades causadas por bacterias, protozoarios y hongos”, por F. Padilla-Vaca et al., 2018, *Mundo Nano*, 11 (21). (Padilla-Vaca et al., 2018)

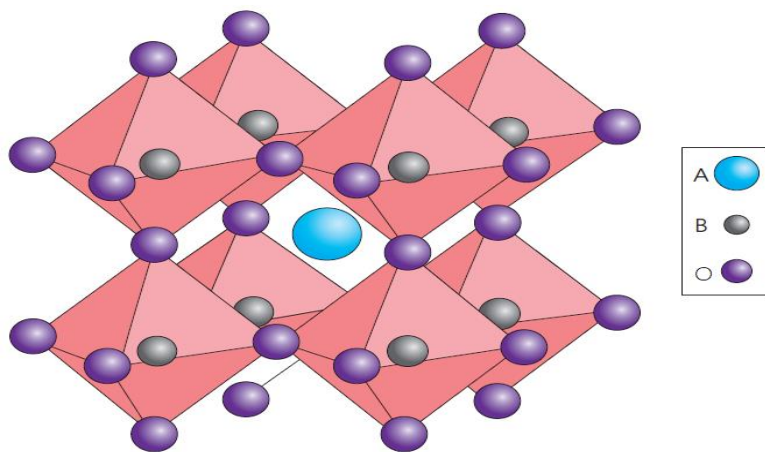
Puede que no lo notemos, pero los nanomateriales han estado en muchos aspectos de la industria y la sociedad. Hoy en día se siguen investigando este área del conocimiento para encontrar nuevas aplicaciones; por ejemplo, en la investigación sobre el tratamiento de cáncer se viene investigando cómo nanopartículas de oro pueden ser excelentes transportadores de medicamentos que pueden ser dirigidos al mismo tumor para minimizar los efectos secundarios y así poder tener mayor eficacia en la radioterapia (Shen et al., 2020), o como el Selenio, que es un importante anticancerígeno, puede ser buen portador para la administración de fármacos contra el cáncer (Li & Xu, 2020) o cómo las nanopartículas de Cobre, que insertadas sobre placas de PMMA (Acrílico termopolimerizable), pueden ser muy buenos antibacterianos y a la vez ser empleados en bases de prótesis (Argueta-Figueroa et al., 2018). La pandemia causada por el SARS-CoV-2 también ha traído nuevos desafíos en la lucha para combatirla. Se han desarrollado nuevos biomarcadores inteligentes en base a nanomateriales para la detección de virus (Ehtesabi, 2020; K. R. B. Singh et al., 2021; Srivastava et al., 2021) y recientemente biosensores con nanotecnología han sido comercializados para la detección del COVID-19 y otros se ven como candidatos para terapias mediante de inhalación y sistemas nanoestructurados (Abdellatif et al., 2021; Ghaemi et al., 2021). Hay estudios de nanopartículas de hierro obtenidas por biosíntesis con eucalipto que demuestran un alto porcentaje en la remoción de Cromo (VI) y Cromo (III) (Cañazaca & Ccama, 2017) y usando nanopartículas en base a carbón, metales de transición y óxidos que son buenos en la absorción de contaminantes orgánicos (F. Lu & Astruc, 2020), otros para remover metales pesados del agua (Yang et al., 2019), o para la obtención de energía limpia desarrollando nanomateriales para celdas de combustible tipo PEM (Proton

Exchange Membrane) en la que su elevado costo sigue disminuyendo de hasta un 50% del 2006 al 2016 (Flores et al., 2016) también los nanomateriales están presentes en la producción de alimentos (Cartelle Gestal & Zurita, 2015; Noormans, 2010) y hasta podrían ser beneficiosos en el tratamiento del cáncer (Li & Xu, 2020; Shen et al., 2020).

Los nanomateriales de tipo perovskita han presentado altas eficiencias en la aplicación de celdas solares: 25.5 % tipo celdas y 29.5 % de tipo tándem (NREL, 2021), esto ha despertado el interés en estos materiales. El Titanato de Bario pertenece a la familia de las perovskitas – (Figura 3) que presenta una fórmula química general  $ABO_3$  (Vijatovi et al., 2008) y viene siendo muy usado en la industria electrónica como capacitores.

**Figura 3**

*Estructura cristalina de la Perovskita.*



*Nota:* Tomado de “The emergence of perovskite solar cells”, de M. Green et al., 2014, de *Nature Photonics*, 8 (7). (Green et al., 2014).

## **2.2 Descubrimiento del Titanato de Bario**

La predicción teórica del Titanato de Bario fue dada en 1926 (Goldschmidt, 1926) y 15 años más tarde se logra sintetizar este material en plena Tercera Guerra Mundial en 1941 y luego la Oficina de Patentes de los Estados Unidos logra registrarla oficialmente en 1947, describiendo al material cerámico con una alta constante dieléctrica (Thurnauer & Deaderick, 1947). Años más tarde, Wul, de la Academia de Ciencias de Rusia, reporta una alta constante dieléctrica del Titanato de Bario (Wul & Golgman, 1945) por la cual también se le puede atribuir como uno de los primeros descubridores del material en dicho país.

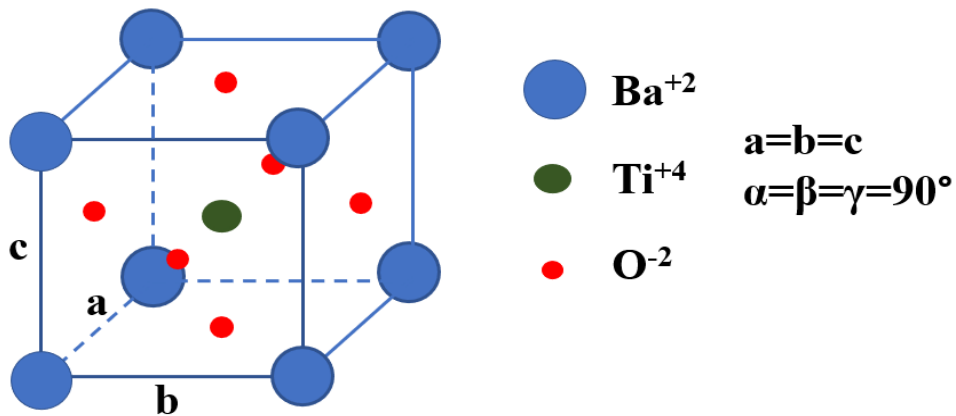
### **2.2.1 Estructura Cristalina**

La estructura de un material es muy importante porque de ello dependerá algunas propiedades importantes, como puede la polarización espontánea. También se entiende como la estructura del cristal la repetición de una base (desde un solo átomo a varios) en una red de puntos imaginarios (Kittel, 2005) y estas posiciones de los átomos pueden cambiar dependiendo de las condiciones ambientales. El Titanato de Bario tiene una estructura cristalina de tipo perovskita con el Titanio centrado en el cuerpo, el Oxígeno centrado en las caras y el Bario en los vértices, Figura 4. La estructura clásica que presenta el Titanato de Bario es la cúbica, pero a medida de un cambio en la temperatura pasa por otras fases, lo que implica una distorsión de la estructura cúbica: a 120 °C sufre la transición a una estructura tetragonal, entre 5°C y -90°C presenta una estructura ortorrómbica y romboédrica por debajo de -90°C. A su vez, se puede visualizar mejor estas distorsiones como alargamientos de la celda unitaria

cúbica (Figura 5): a lo largo de [001] tetragonal, a lo largo de [011] ortorrómbica y a lo largo de [111] romboedral (Kwei et al., 1993) que se pueden apreciar en la Figura 5.

**Figura 4**

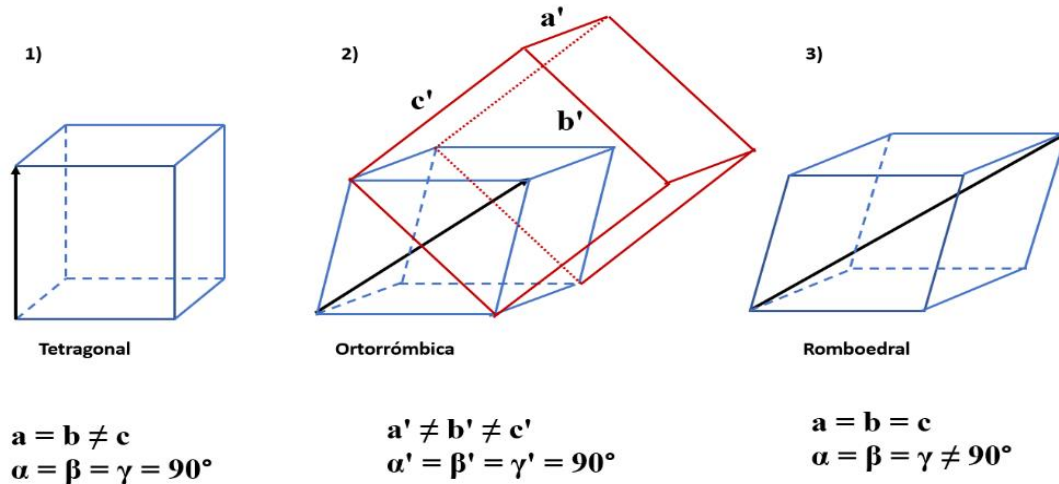
*Estructura cristalina cúbica del Titanato de Bario.*



*Nota:* Representación de las posiciones ocupadas de los átomos del BaTiO<sub>3</sub>: los círculos azules representan al Bario, los rojos representan al oxígeno y el verde al Titanio. Los parámetros de la red a, b y c son iguales para esta estructura y α, β y γ son los ángulos internos del cubo.

**Figura 5**

*Representación de alargamientos de la estructura cúbica del BaTiO<sub>3</sub>.*



*Nota:* Visualización de las distorsiones a lo largo de [001] 1), [011] 2) y [111] 3) que llegan a formar la estructura tetragonal, ortorrómbica y romboedral, respectivamente.

### 2.2.2 Propiedades

A temperatura ambiente el titanato de bario presenta propiedades ferroeléctricas (Wong & Teng, 1991), piezoeléctricas, piroeléctricas, posee una alta constante dieléctrica (Pu et al., 2014) y la fase cúbica del Titanato de Bario exhibe una alta constante dieléctrica, entre 1500 y 6000 a temperatura ambiente (M. Z.C. Hu et al., 2000), también presenta polarización espontánea que está relacionado con la distorsión de la red y, dependiendo de la temperatura, la curva de polarización puede cambiar (Merz, 1949). Las propiedades ópticas del Titanato de Bario pueden ser calculada de la parte real e imaginaria de la función dieléctrica, como por ejemplo, la banda prohibida (Rizwan et al., 2020):

$$\varepsilon(\omega) = \varepsilon_1(\omega) + i\varepsilon_2(\omega) \quad (2.1)$$

$$\varepsilon_1(\omega) = n^2 - K^2 \quad (2.2)$$

$$\varepsilon_2(\omega) = 2nK \quad (2.3)$$

Donde  $i$  es la unidad imaginaria,  $n$  es el índice de refracción y  $K$  viene a ser el coeficiente de extinción.

### 2.2.3 Aplicaciones

Por sus excelentes propiedades dieléctricas y ferroeléctricas (Jiang et al., 2019), el Titanato de Bario viene siendo utilizado como capacitores multicapa, por su alta carga y descarga de energía, por su buena conductividad térmica y por su alto rendimiento (Beak et al., 2022; Ravanamma et al., 2021; Sakabe et al., 1999). El Titanato de Bario también es usado como transductor (Hueter & Dozois, 1951) y dopándolo con calcio y cobalto se demostró una mejora en el rendimiento de un 47% en comparación con uno estándar (Ul et al., 2017), en este caso se polariza en un alto campo eléctrico para alinear la polarización espontánea de los cristalitos individuales en la dirección del campo aplicado y obtener una polarización remanente alta y el material pueda actuar como un piezoeléctrico que sirve para ser usado como un elemento transductor lineal (Schofield & Brown, 1957) y en el 2003 Estados Unidos patentó la fase romboedral del Titanato de Bario como transductor piezoeléctrico (Avrahami & Tuller, 2003). La estructura del capacitor Metal-Aislante-Metal de Titanato de Bario dopado con Estroncio se diseña como material dieléctrico para ser usado como memoria dinámica de acceso aleatorio (DRAM) (Balachandran et al., 2012; Ezhilvalavan & Tseng, 2000) y la fuerte respuesta optoelectrónica del Titanato de Bario lo convierten en una

plataforma de material prometedora para aplicaciones electroópticas y que podrían sustituir a los chips fotónicos basados en Silicio en las interconexiones ópticas, ya que poseen excelentes capacidades de sintonización de campo eléctrico (Karvounis et al., 2020) y la investigación del efecto fotovoltaico en materiales ferroeléctricos ha llevado a desarrollar fotodetectores en base a este material para una posible aplicación en la optoelectrónica (Ma & Yang, 2019).

Se ha observado que el acoplamiento de un material ferroeléctrico como el  $\text{BaTiO}_3$  con un semiconductor como el  $\text{TiO}_2$  pueden mejorar el rendimiento de las celdas fotovoltaicas, lo que podría aumentar la eficiencia de conversión energética (PCE) (Xie et al., 2018) o usándolos como electrodos de doble capa, con una primera capa de  $\text{TiO}_2$ , también se han reportado eficiencias que van desde los 0,245% hasta los 10,15% en celdas solares usando el Titanato de Bario (Baiju et al., 2021; Hong Chen et al., 2020; Jin et al., 2018; Moghaddam et al., 2016; Okamoto & Suzuki, 2015; Rajamanickam et al., 2017; Somdee, 2018; Xie et al., 2018; L. Zhang et al., 2008).

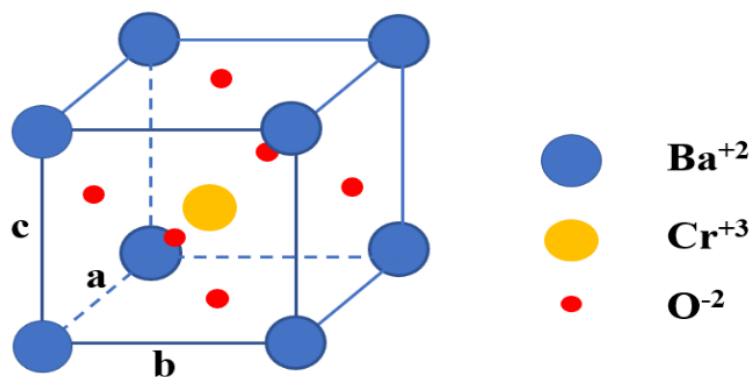
### **2.3 Titanato de Bario dopado con Cromo**

El dopaje de un material consiste en introducir pequeñas concentraciones de impurezas en la estructura reemplazando un átomo de la red del cristal a fin de que se puedan cambiar algunas propiedades, por ejemplo: el dopaje puede disminuir la ferroelectricidad, lo que induce ferromagnetismo en el material (Jyoti & Ravinder K., 2013). Para dopar el Titanato de Bario con Cromo; el Cromo reemplazara al Titanio en la estructura del cristal. La sustitución del dopante depende principalmente del radio iónico (Lewis & Catlow, 1986) y ya que el radio

iónico del  $Ti^{+4}$  es 0,68 Å y del  $Cr^{+3}$  es 0,69 Å, esto hará que el Cromo se incorpore preferentemente (Figura 6) con la valencia +3 (Maria Teresa Buscaglia et al., 2001) y no al Ba de radio iónico de 1,35 Å (M. T. Buscaglia et al., 2007) lo que también podría favorecer a la formación de defectos en la red del cristal (Lewis & Catlow, 1986).

**Figura 6**

*Representación de la sustitución del Ti por Cr.*



*Nota:* Sustitución del Cr como dopante en la posición del Ti. El radio iónico del  $Cr^{+3}$  es el que se incorpore preferentemente en la estructura.

## 2.4 Métodos de Síntesis

El método de síntesis es un factor muy importante en la obtención del Titanato de Bario ya que dependiendo de la ruta podrían variar el tamaño de grano, constante dieléctrica y pureza (Tewatia et al., 2020). A continuación, se presentan tres métodos de síntesis que son relativamente fáciles y viables para ser usados hoy en el laboratorio y obtener el material buscado. Los métodos no tienen una “receta” única para ser seguidos, estos pueden ser variados en alguna parte de la etapa de síntesis, pero sí tienen una estructura general que nos puede servir como guía para el proceso.

### **2.4.1 Sol-Gel**

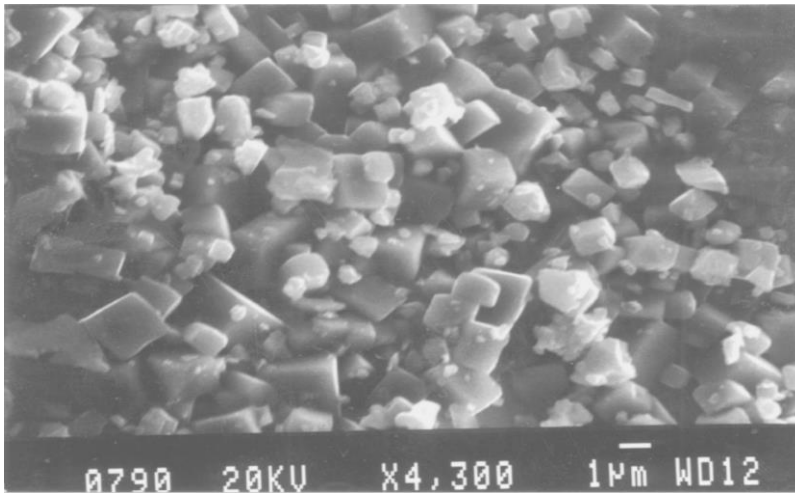
El método Sol-Gel es una técnica que consiste principalmente en la obtención de una solución (Sol) que luego pasa a transformarse en un gel (Gel) y se usa para la preparación de materiales porosos por su fácil solidificación de una fase acuosa. Esta característica se da por la formación estable de soluciones coloidales seguido de la condensación de partículas coloidales que producen cadenas poliméricas lo que produce un hidrogel y después de la eliminación de los solventes se produce el xerogel que, según el tipo de secado y también un proceso de envejecimiento, pueden formar estructuras distintas de las partículas primarias y su forma de empaquetamiento (de Jong, 2009). La tecnología Sol-Gel se ha convertido en una ruta flexible, económica y menos compleja en comparación de otras rutas convencionales (Kumar et al., 2015) porque ofrece una amplia gama de mecanismos químicos y se produce muy comúnmente a una baja temperatura y presión de síntesis que las habituales (Aegerter & Menning, 2004; Amiri & Rahimi, 2016) así como también ofrece un alto grado de homogeneidad a nivel molecular del material que se quiere sintetizar (Periyasamy et al., 2020), es un buen método para procesamiento de estructuras finas debido a su facilidad de control de los compuestos (Matsuda et al., 2000), que se pueden aplicar en laminas superconductoras (Kordas, 1990) o materiales ópticos no lineales (Kim et al., 1999) también es usado para sintetizar el Titanato de Bario (Godbole et al., 1991; Lemoine et al., 1994; S. Zhang et al., 2008).

En la Figura 7 se muestra la micrografía de Titanato de Bario sintetizada vía Sol-Gel que muestra cristales en formas muy parecidas a cubos y en la Figura 8 se muestra un esquema

general que puede ser modificado según los reactivos y precursores con los que se cuentan que suelen ser factores importantes en la síntesis.

**Figura 7**

*Micrografía de Titanato de Bario obtenido vía Sol-Gel.*

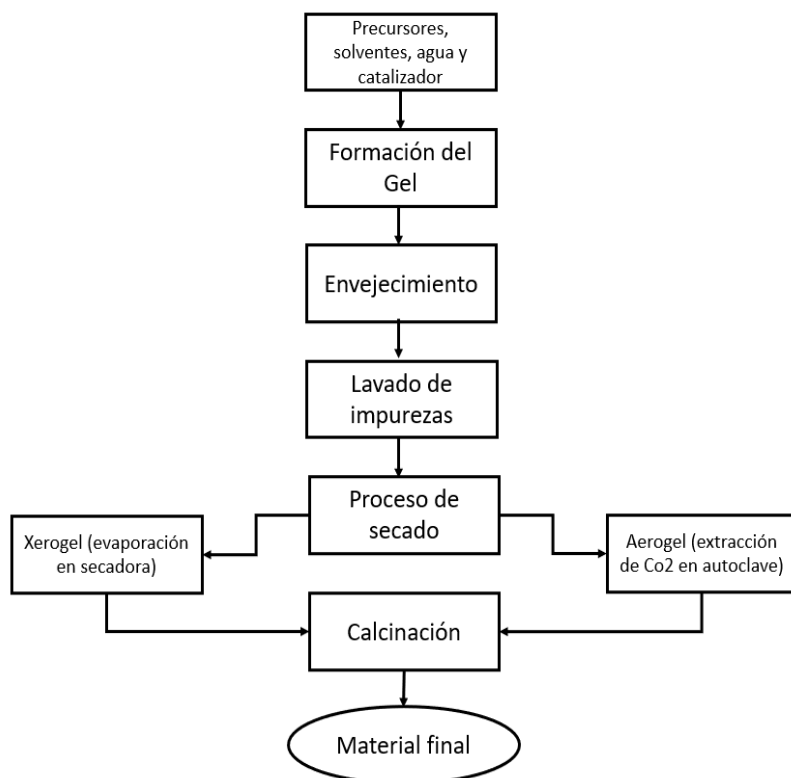


*Nota:* Tomado de “Sol-gel synthesis and characterization of barium titanate powders”, de A.

Kareiva et al., 1999, *Journal of Materials Science*, 34 (19). (Kareiva et al., 1999)

**Figura 8**

*Esquema de la secuencia del proceso Sol-Gel.*



*Nota:* Esquema adaptado de “Chemistry of Aerogels and Their Applications Alain”, de A. Pierre and G. Pajonk, 2002, *Chemical Reviews*, 102. (Pierre & Pajonk, 2002).

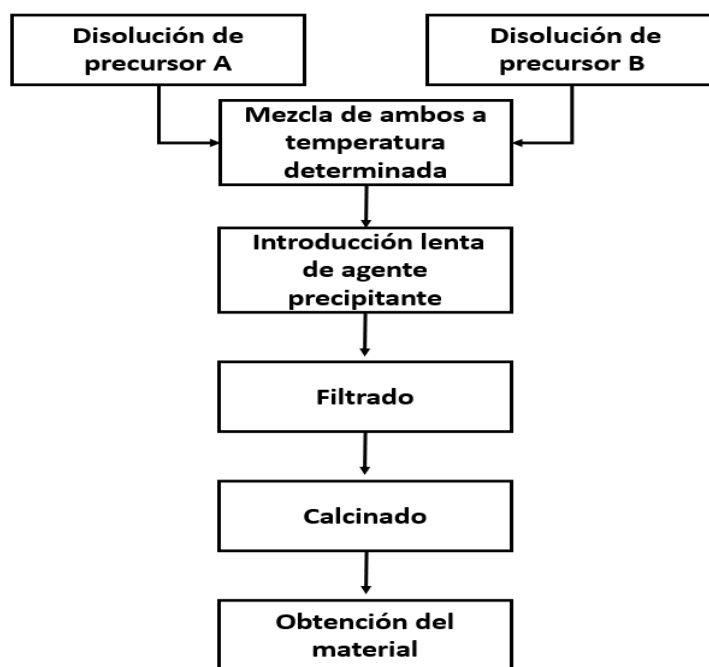
### **2.4.2 Coprecipitación**

El método de coprecipitación es una técnica que también es muy usada en la obtención de nanomateriales, a veces es conveniente porque logra la homogeneidad química a través del contacto íntimo y la mezcla de los iones constituyentes a nivel atómico (Fang et al., 1990), esta técnica en fase líquida es una buena vía de síntesis ya que permite obtener compuestos

similares en sus propiedades químicas al del producto final (Medvedev, 1998), aunque existen factores que afectan a la precipitación como: la concentración molar (solute), concentración normal (solvente) y el pH (Fernández Perdomo et al., 2008) que incluso pueden ser factores importantes que determinan la morfología y la composición final del producto (M. Z.C. Hu et al., 2000). El método puede ser utilizado para la aplicación de dispositivos de películas delgadas, ya que pueden presentar un menor tamaño de grano comparado con el método Sol-Gel (Cheung et al., 2001).

### Figura 9

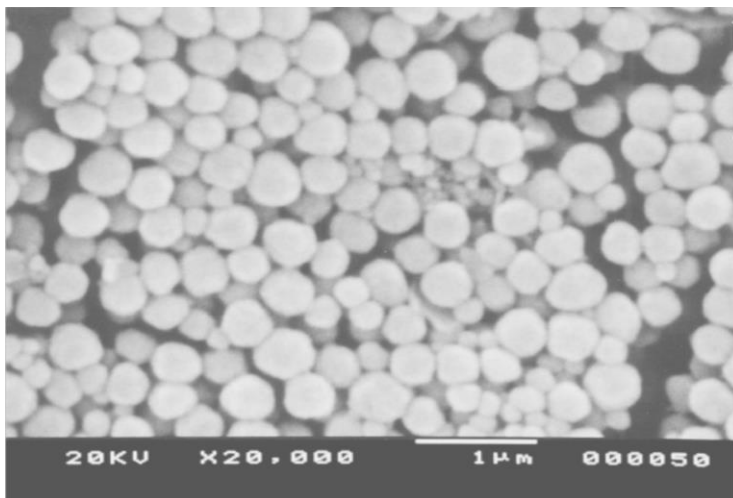
*Esquema del proceso de Coprecipitación.*



*Nota:* Adaptado de “Caracterización de nanopartículas magnéticas de  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  y  $\text{CoZnFe}_2\text{O}_4$  preparadas por el método de coprecipitación química”, de J. Lopez et al., 2012, *Revista Mexicana de Física*, 58 (4). (Lopez et al., 2012).

## Figura 10

*Micrografía de Titanato de Bario obtenido vía coprecipitación a una concentración de 0,075M.*



*Nota:* Tomado de “Homogeneous (co)precipitation of inorganic salts for synthesis of monodispersed barium titanate particles”, de M. Hu et al., 200, *Journal of Materials Science*, 35 (12). (M. Z.C. Hu et al., 2000).

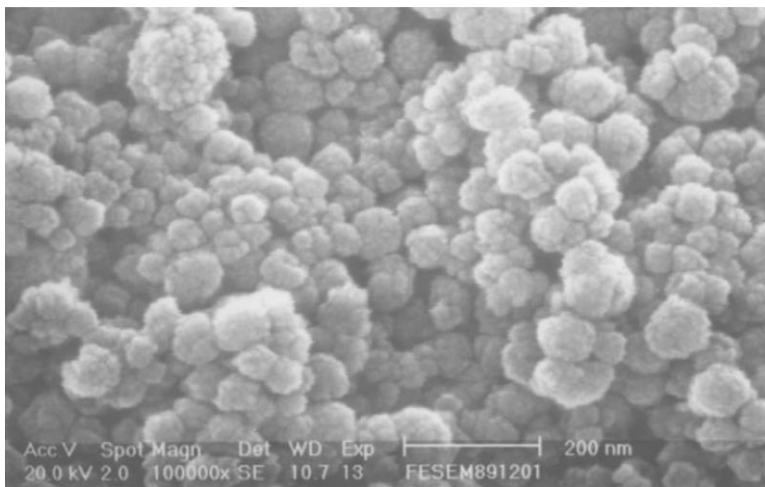
### 2.4.3 Método de Sol-Precipitación

En 1955 se propuso un nuevo método de síntesis del Titanato de Bario vía Precipitación en Solución (Flaschen, 1955) y desde entonces similares procesos han sido estudiados para producir polvos de Titanato de Bario (Yoon et al., 2006). A presión atmosférica se verifica que la hidrólisis controlada es un factor crítico para la formación de la fase del material sintetizado (Hao et al., 2014) y el tamaño del cristalito (Yoon et al., 2007), como también, la agregación de un surfactante podría mejorar la calidad del cerámico (Hung et al., 2003). El método de precipitación en solución puede ser una buena técnica cuando los niveles de

dopantes son bajos (Cheng & Wu, 1997). Este método también puede ser combinado con el Sol-Gel a una temperatura 140 °C por 4 horas para obtener nanopulvos de Titanato de Bario con un tamaño promedio inferior a 100 nm (X. Zhang et al., 2010) y por otro lado, se reportó la síntesis de Titanato de Bario por esta vía a una temperatura cerca de los 80 °C, sin surfactante y no requiere ningún tratamiento térmico adicional (Guangneng et al., 2005).

### **Figura 11**

*Micrografía de Titanato de Bario obtenido vía Precipitación en Solución con surfactante.*



*Nota:* Tomado de “Preparation of nanometer-sized barium titanate powders by a sol-precipitation process with surfactants”, de K. Hung et al., 2003, *Journal of the European Ceramic Society*, 23 (11). (Hung et al., 2003).

## **2.5 Caracterización**

Se dan a conocer las técnicas de caracterización más importantes en la determinación de materiales en cuanto a su estructura, propiedades ópticas, propiedades térmicas y

superficiales. Con la difracción de Rayos-X se determinan principalmente las propiedades estructurales del material, con la Espectrofotometría se caracterizan las propiedades ópticas, y con la Termogravimetría y Calorimetría Diferencial de Barrido se determinan las propiedades térmicas.

### **2.5.1 Análisis Termo-Gravimétrico (TGA) y Escaneo de Calorimetría diferencial (DSC).**

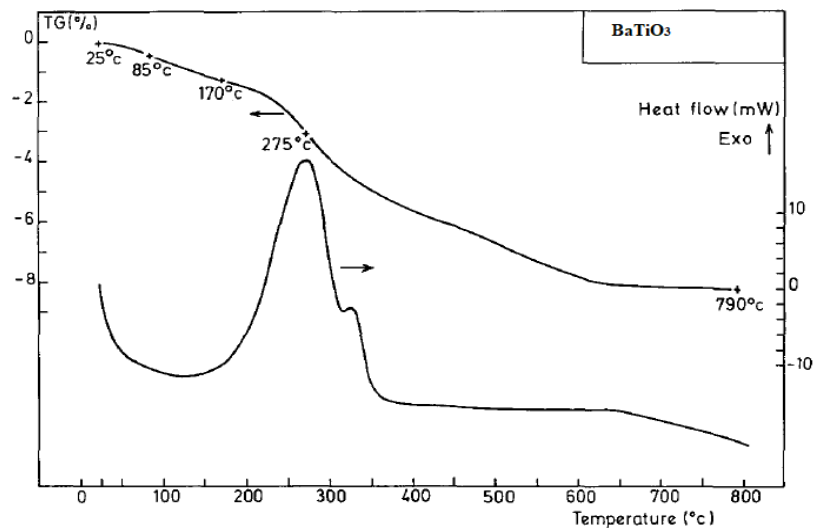
Un análisis térmico permite obtener una variedad de propiedades, incluida la entalpía, la capacidad térmica, los cambios de masa y el coeficiente de expansión térmica y se utiliza para estudiar reacciones en estado sólido, reacciones de degradación térmica, transiciones de fase y diagramas de fase (Mukasyan, 2017). El análisis termogravimétrico es relativamente más fácil de entender ya que mide la masa de una muestra en función de su temperatura, la termobalanza permite medir el peso continuo en función del tiempo en relación con otra en equilibrio; mientras que el escaneo por calorimetría diferencial se usa para medir el flujo de calor dentro y fuera de la muestra, porque cuando un material se enfría o calienta sufre un cambio en su estructura y composición (Alexander et al., 2005).

En la Figura 12 y Figura 13 se muestran la curva TGA - DSC para el Titanato de Bario sintetizado vía Sol Gel con la misma composición y con la diferencia del secado entre ambas: la primera ha sido secada en atmósfera de aire (secado convencional) y la segunda fue secado en vacío. Las principales diferencias en las curvas TGA - DSC se deben a la composición del material, porque dependerán de las características térmicas de las mismas, pero también el proceso después de la síntesis importa mucho, como se observan en ambas figuras

presentadas más adelante como, por ejemplo: aparecen picos exotérmicos en el segundo caso y hay una rápida pérdida de peso hasta los 100 °C.

### Figura 12

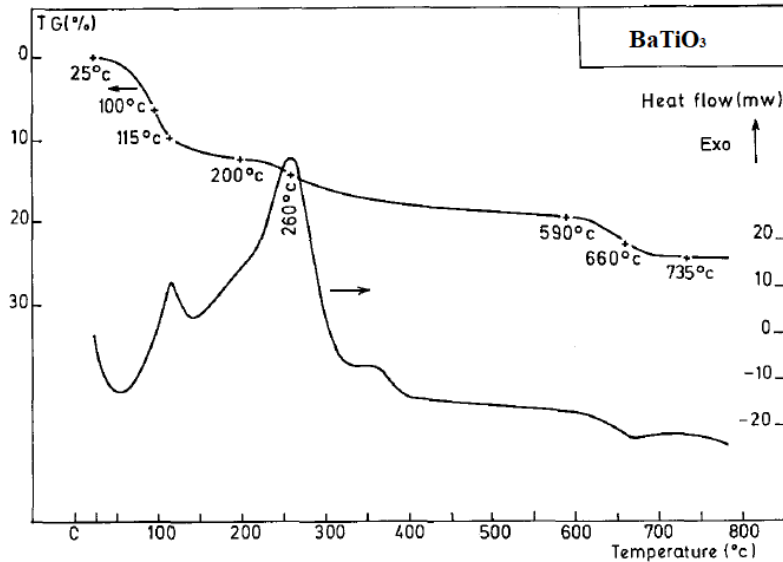
Curva TGA y DSC del Titanato de Bario (a).



Nota: Tomado de “Synthesis of barium titanate by the sol-gel process”, de C. Lemoine et al., 1994, *Journal of Non-Crystalline Solid*, 175 (1). (Lemoine et al., 1994).

**Figura 13**

Curva TGA y DSC del Titanato de Bario secado en vacío (b).



Nota: Tomado de “Synthesis of barium titanate by the sol-gel process”, de C. Lemoine et al., 1994, *Journal of Non-Crystalline Solid*, 175 (1). (Lemoine et al., 1994).

### 2.5.2 Difracción de Rayos X

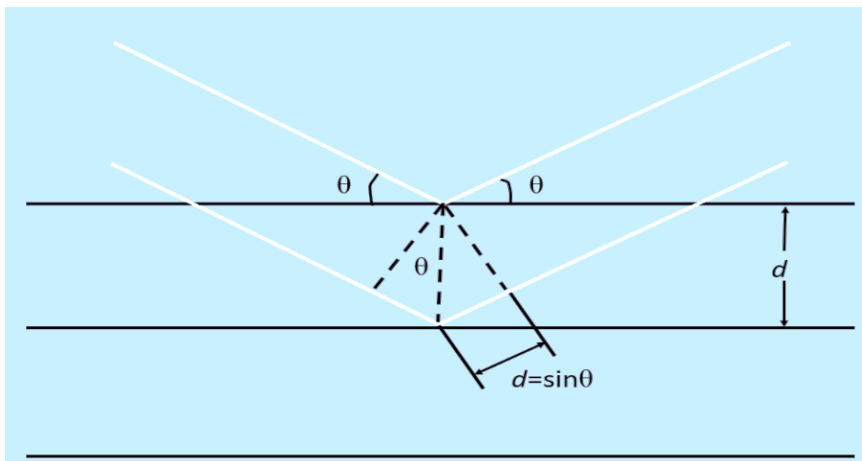
En 1913, padre e hijo Bragg, presentaron una explicación de los rayos difractados de un cristal mediante la ecuación 2.4 que hoy lleva el nombre de la ley de Bragg en honor a los investigadores (Bragg & Bragg, 1913a) y que en el mismo año la usaron para determinar la estructura del diamante (Bragg & Bragg, 1913b). La ecuación 2.4 se deduce fácilmente de la Figura 14 en la que se representa a una radiación incidiendo sobre los planos paralelos de una estructura cristalina que son difractadas dependiendo del ángulo de incidencia, distancia interplanar y longitud de onda del rayo incidente.

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (2.4)$$

Por el trabajo “The reflection of X-rays by crystals”, que es un trabajo importante para entender los fenómenos de difracción en los materiales, ambos compartieron el Premio Nobel en Física de 1915. La ley de Bragg es el principio para entender los picos característicos de los difractogramas de cada material ya que, al ser los materiales distintos en su composición y estructura, estos presentarán picos característicos que los identifica al ser únicos para cada material. La Difracción de Rayos-X se ha convertido en una técnica muy importante por ser de naturaleza no destructiva (Ryland, 1958), es decir, permite la recuperación del material para que pueda ser utilizada en el análisis de otras técnicas de caracterización que también pueden ser no destructivas.

#### Figura 14

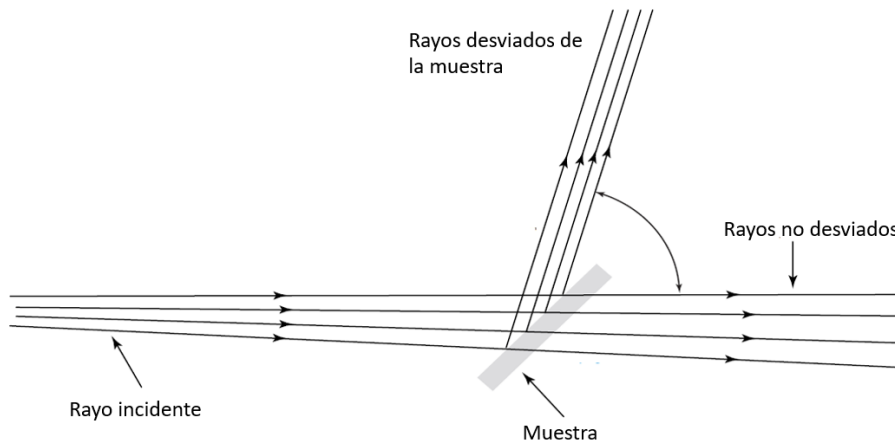
*Esquema de difracción de Rayos X entre planos.*



*Nota:* De la figura se puede fácilmente derivar la ley de Bragg para distancia interplanar “d” y ángulo  $\theta$ . Réplica de *Introduction to Solid State Physics* (p. 24), por C. Kittel, 2005, John Wiley & Sons, Inc. (Kittel, 2005).

## Figura 15

*Esquema de reflexión de Bragg.*



*Nota:* Adaptado al español de *Introduction to Solid State Physics* (p. 26), por C. Kittel, 2005, John Wiley & Sons, Inc. (Kittel, 2005).

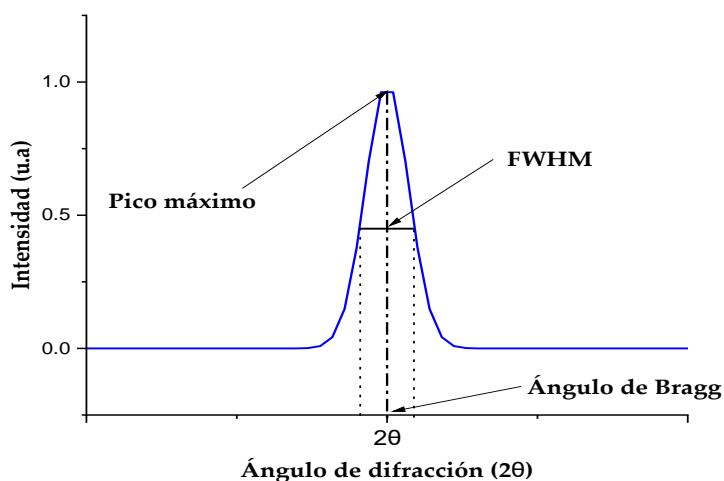
El tamaño del cristal puede ser muy bien estimado indirectamente con el patrón de difracción del material usando la fórmula de Debye-Scherrer que puede ser deducida de la ecuación 2.4 (He et al., 2018; Mikrajuddin & Khairurrijal, 2008), esta fórmula fue propuesta por los dos científicos que lleva el nombre de la ecuación en 1918 (Scherrer & Debye, 1918).

$$D = \frac{k\lambda}{B \cos(\theta)} \quad (2.5)$$

Donde,  $D$  es el tamaño del cristal,  $k$  es una constante,  $\lambda$  es la longitud de onda de la fuente de Rayos-X,  $B$  es el ancho a la mitad del pico (FWHM) medido en radianes y  $\theta$  es el pico del ángulo de difracción, en la Figura 16 se identifican los componentes de la ecuación.

**Figura 16**

*Representación del pico de Rayos-X en el ángulo de Bragg.*



*Nota:* FWHM es el ancho medio del pico que es medida para calcular el tamaño medio del cristal.

### **2.5.3 Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR)**

La espectroscopia infrarroja es una técnica muy precisa de análisis químico (Smith, 2011) que se basa en las vibraciones de los átomos de las moléculas que la componen en un material a estudiar (S. Petit & Madejova, 2013). Cuando una radiación infrarroja interactúa con la materia las moléculas presentes en ella absorben la energía que es característica a la transición vibratoria de la molécula que pueden variar desde vibraciones simples entre dos átomos hasta vibraciones entre grupos de más átomos (Gaffney et al., 2012). Esta propiedad física, de vibración, es característica de cada molécula en particular y usando el espectro infrarrojo se puede identificar qué moléculas están presentes en la muestra así como la

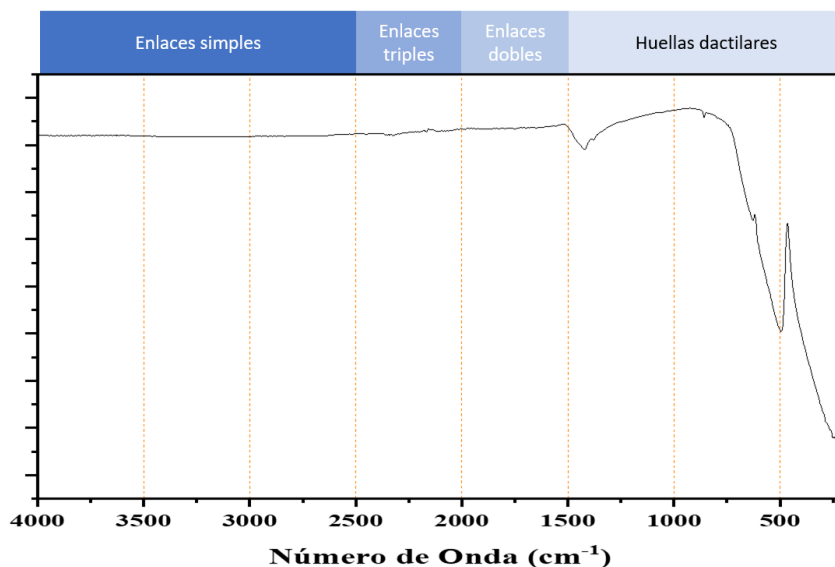
presencia de grupos funcionales específicos (Coates, 2000). Aparte de la ventaja de la velocidad, precisión y sensibilidad (Jaggi & Vij, 2006) es que, esta técnica permite analizar muestras en diferentes estados, como por ejemplo: líquidos, sólidos, pastas, polvos, películas o gases (Fan et al., 2012). Además, no requiere condiciones de vacío para hacer el análisis (T. Petit & Puskar, 2018).

La radiación infrarroja se encuentra entre los 770 y  $10^6$  nm del espectro electromagnético, que se divide en tres intervalos: infrarrojo cercano, infrarrojo medio e infrarrojo lejano que van desde los 770 a 2500, 2500 a 50000 y 50000 a  $10^6$  nm, respectivamente, aunque otros consideran el infrarrojo medio desde los 25000 a los 50000 nm (Nandiyanto et al., 2019; Sánchez, 2020; Țucureanu et al., 2016). Por lo general, se analizan los espectros del intervalo del infrarrojo medio porque en este rango se encuentran las principales aplicaciones (Mondragón Cortez, 2015) que a su vez se subdividen en cuatro regiones principales que transformando de frecuencias a número de onda serían (Nandiyanto et al., 2019) y se pueden apreciar en la Figura 17:

1. Región de enlaces simples ( $2500-4000\text{ cm}^{-1}$ )
2. Región de enlaces triples ( $2000-2500\text{ cm}^{-1}$ )
3. Región de enlaces dobles ( $1500-2000\text{ cm}^{-1}$ )
4. Región de huellas dactilares ( $600-1500\text{ cm}^{-1}$ )

**Figura 17**

*División de las cuatro regiones del espectro infrarrojo medio.*



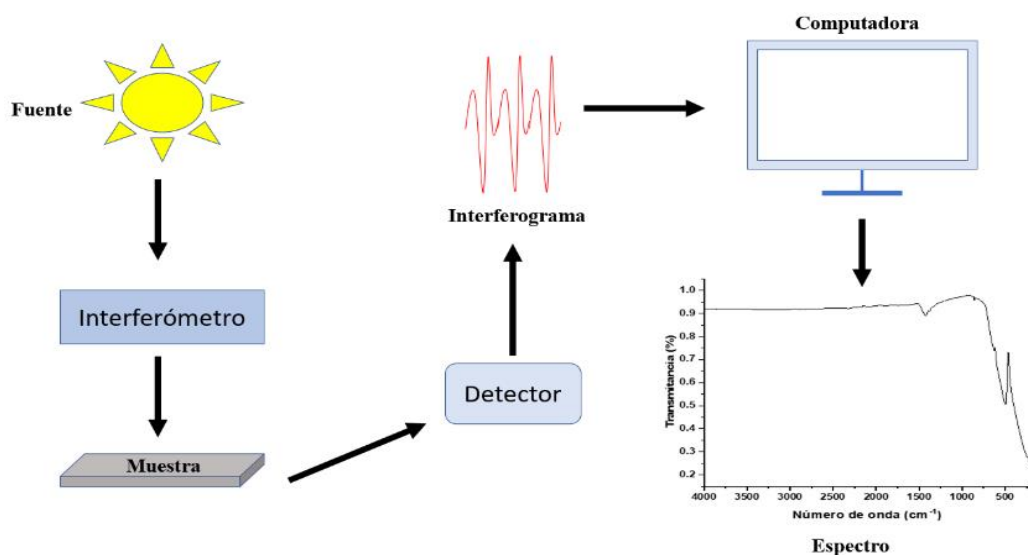
*Nota:* El eje vertical representa el porcentaje de transmitancia y las bandas a escalas del color azul representan las regiones de identificación de enlaces.

Esencialmente, una Transformada de Fourier descompone un interferograma entrante en ondas sinusoidales para cada longitud de onda de la luz donde están dispuestas sobre la longitud de onda para producir un espectro característico (Subramanian & Rodriguez-saona, 2009). El equipo FTIR tiene una fuente que produce un haz de radiación infrarroja que, posteriormente pasa al interferómetro donde tiene lugar la codificación del espectro, luego el haz ingresa para interactuar con la muestra y ésta absorbe frecuencias específicas de energía según los componentes del material, que son características únicas de la muestra. Después, el detector mide la señal saliente y, finalmente el espectro deseable se obtiene después de que

el interferograma sustrae automáticamente el fondo del espectro de la muestra mediante un software informático de transformación de Fourier (Mohamed et al., 2017), estos componentes se aprecian en la Figura 18

**Figura 18**

*Esquema ilustrado de los principales componentes del FTIR.*



#### 2.5.4 Espectroscopía por UV-Visible

Un espectrómetro UV-Visible mide la interacción de un rango del espectro electromagnético con la muestra. Generalmente se considera la región UV de 190 nm a 350 nm, la Visible de 350 nm a 800 nm y el Infrarrojo cercano de 800 nm a 2500 nm (Brown, 2005). De un espectrómetro también se puede obtener, dando un tratamiento adicional a los datos, la banda prohibida ( $E_g$ ) de un material usando la reflectancia difusa (Morales, 2007) con la teoría de

Kubelka-Munk (Kubelka & Munk, 1931). La ecuación de Kubelka-Munk se puede escribir como (Frei & MacNeil, 2019):

$$F(R_{\infty}) = \frac{(1-R_{\infty})^2}{2R_{\infty}} = \frac{k}{s} \quad (2.6)$$

Donde  $R_{\infty}$  es la reflectancia absoluta,  $k$  es el coeficiente de absorción y  $s$  el coeficiente de dispersión.

Y de la relación de Tauc (Tauc, 1973):

$$\alpha h\nu = A(h\nu - E_g)^n \quad (2.7)$$

Donde  $\alpha$  es el coeficiente de absorción,  $h\nu$  la energía del fotón,  $A$  una constante de proporcionalidad,  $E_g$  la banda óptica prohibida y  $n$  una constante que está dado por el tipo de transición:  $n=1/2$  para transiciones permitidas directas,  $n=2$  para transiciones indirectas permitidas (Mergen & Arda, 2020),  $n=3$  para transiciones indirectas prohibidas y  $n=3/2$  para una transiciones directas prohibidas (Sangiorgi et al., 2017).

Y cuando en la ecuación (2)  $k=2\alpha$ , y reemplazando en (3) se convierte en (Morales, 2007):

$$[F(R_{\infty})h\nu]^2 = B(h\nu - E_g) \quad (2.8)$$

Y de la gráfica de  $[F(R_{\infty})h\nu]^2$  vs  $h\nu$  podemos extraer la banda prohibida ( $E_g$ ) del material que corresponderá a la parte lineal con la intersección de  $h\nu$ .

### 2.5.5 Análisis superficial por el método BET (Brunauer – Emmett – Teller)

El área superficial es una propiedad física importante porque de ésta depende el desempeño de catalizadores, adsorbentes y otras aplicaciones en las que se requiera una porosidad alta (Bardestani et al., 2019) que incluye a la superficie de los poros de un material y es calculado mediante el método BET, desarrollado por Brunauer, Emmett y Teller en 1938 (Brunauer et al., 1938). Un sólido interactúa con su entorno con su área superficial (Gregg & Sing, 1982; Naderi et al., 2015) que, cuando está rodeado en equilibrio con cierto gas que tiene cierta temperatura  $T$  y presión de vapor relativa  $p/p_0$ , adsorbe físicamente una cierta cantidad de gas. La cantidad de gas adsorbido depende de su presión de vapor relativa y es proporcional a la superficie total externa e interna del material. La conexión entre la presión de vapor relativa y la cantidad de gas adsorbido a una temperatura constante se denomina isoterma de adsorción (Fagerlund, 1973) que se realizan en base a gases no reactivos (generalmente nitrógeno a  $-196\text{ }^\circ\text{C}$ ) (Sinha et al., 2019). La adsorción de gas representa una ventaja ante otros modelos que no tienen en cuenta la porosidad para calcular áreas superficiales ya que se puede calcular teniendo en cuenta la cantidad de gas utilizado (Naderi, 2015) mediante la siguiente ecuación:

$$ssa = \frac{V_m \cdot N_A \cdot a_m}{v_m \cdot m_s} \quad (2.9)$$

Donde  $ssa$  es el área específica superficial, que se define como el área superficial total ( $sa$ ) dividida por su masa  $M$  (Gibson et al., 2020):

$$ssa = sa/M \quad (2.10)$$

$V_m$  es el volumen de la monocapa,  $N_A$  es el número de Avogadro ( $6,022 \times 10^{23} \text{ mol}^{-1}$ ),  $a_m$  es

el área efectiva de la sección transversal de una molécula adsorbida,  $v_m$  es el volumen molar de una molécula adsorbida y  $m_s$  es la masa del adsorbente.

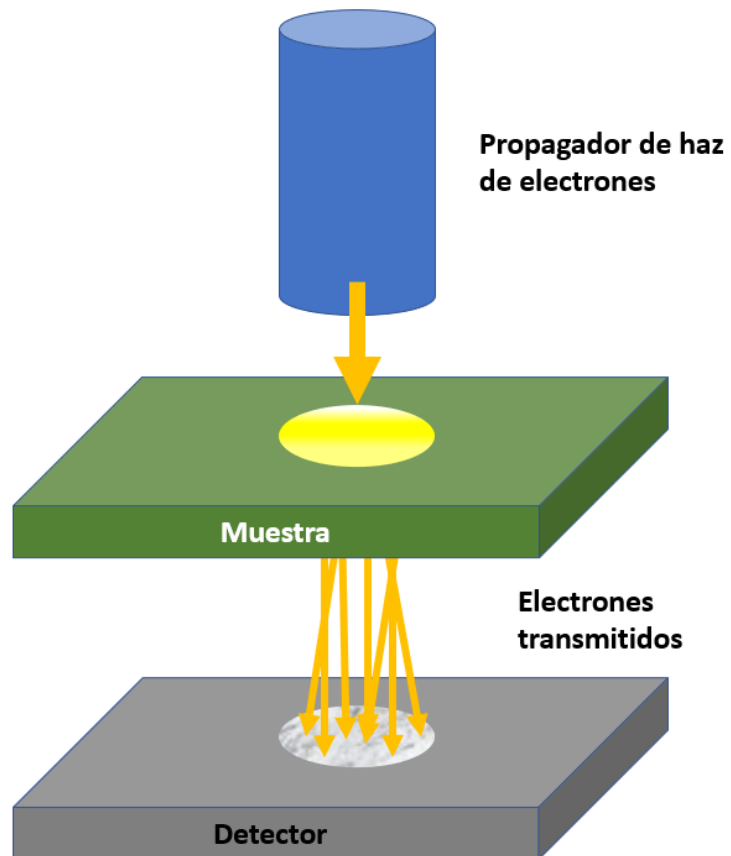
Durante la manipulación o almacenamiento de las muestras se adsorben gases o vapores que si no son removidas antes de la medición dan valores bajos y pueden variar, por este motivo es importante un tratamiento previo de las muestras que se denomina: desgasificación.

### **2.5.6 Análisis por Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM)**

La microscopía electrónica es una tecnología revolucionaria en la comunidad científica que data desde varias décadas atrás, así se viene abriendo el mundo de los materiales a nanoescala y permitiendo la caracterización de sus propiedades, principalmente morfológicas y de tamaño. Las presiones típicas a las que trabaja un TEM es de  $10^{-4}$  a  $10^{-7}$  Pa (alto vacío) (Inkson, 2016). Las energías típicas de un TEM son muy altas, del orden entre 80 y 300 keV que les permite penetrar el material a estudiar (Inkson, 2016; Tang & Yang, 2017).

**Figura 19**

*Esquema del funcionamiento de un Microscopio Electrónico de Transmisión*



*Nota:* Los electrones son acelerados con energías suficientes como para atravesar la muestra y llegar al detector que se encuentra debajo para formar la imagen.

## CAPÍTULO III

### DISEÑO EXPERIMENTAL

#### 3.1 Síntesis de Titanato de Bario puro y Titanato de Bario dopado con Cromo

Para la preparación del Titanato de Bario puro y dopado con Cromo se usaron materiales de grado analítico de alta pureza y siguiendo muy cuidadosamente la ruta especificada que se detalla a continuación.

##### 3.1.1 Materiales

Los materiales usados para la síntesis del Titanato de Bario puro y dopado fueron los siguientes: Nitrato de Bario ( $\text{Ba}[\text{NO}_3]_2$ , EMSURE ACS, 99.0%), Isopropóxido de Titanio (IV) ( $\text{C}_{12}\text{H}_{28}\text{O}_4\text{Ti}$ , ALDRICH, 97%) y Nitrato de Cromo (III) nonahidratado ( $\text{CrN}_3\text{O}_9 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ , SIGMA ALDRICH, 99%) fueron usados como materiales base para la síntesis de Titanato de Bario puro y dopado con Cromo. Ácido cítrico ( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ , Sigma-Aldrich), 2-Propanol ( $\text{CH}_3\text{CH}[\text{OH}]\text{CH}_3$ , EMSURE ACS) y agua ultrapura fueron usados como solventes.

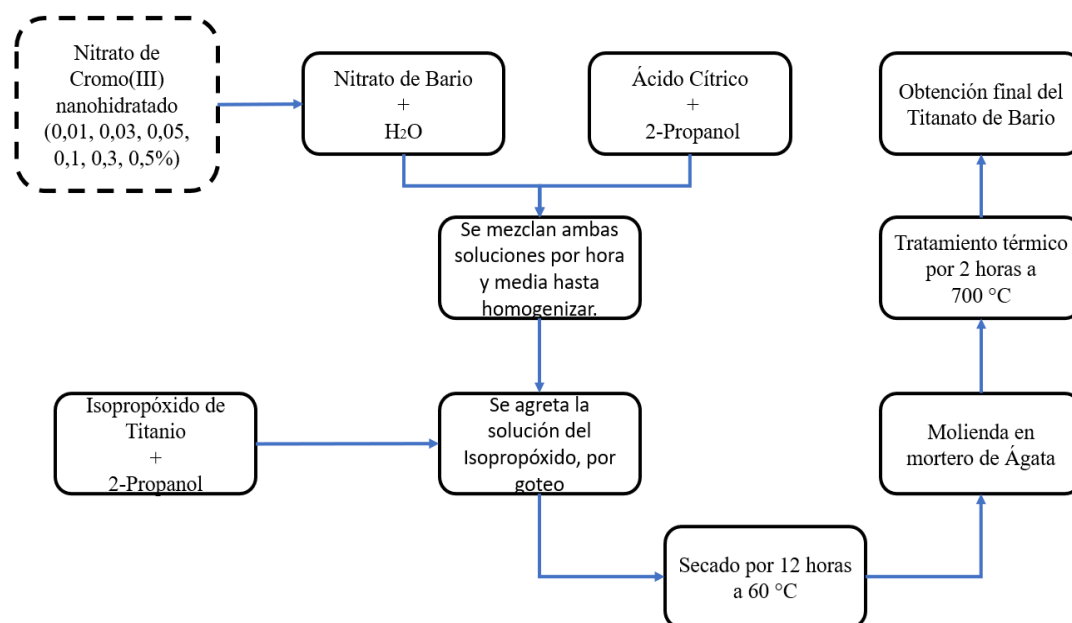
##### 3.1.2 Preparación del Titanato de Bario puro y dopado con Cromo

Para la síntesis se modificó la ruta Sol-Precipitación ya experimentada por otro autor (Ianculescu et al., 2007). Primero se disolvió simultáneamente, en dos vasos de precipitado cantidades estequiométricamente equivalentes de fuentes de Bario y Titanio ( $\text{Ba}:\text{Ti} = 1:1$ ), 6,25 mmol de Nitrato de Bario en 20 ml de agua ultrapura y 1,7 mmol de Ácido cítrico en 5 ml de 2-Propanol durante 80 minutos bajo agitación magnética a 300 rpm y temperatura ambiente, luego las dos soluciones se mezclaron en un solo recipiente para dejarlo agitando por 150 minutos hasta obtener una solución homogénea. 6,25 mmol de Isopropóxido de

Titano fueron disueltos por agitación magnética en 5 ml de 2-Propanol por 5 minutos para luego agregar esta solución por goteo en la solución primera y se dejó bajo agitación magnética por 20 minutos. Un ves obtenido la solución final, se le puso en vasos Petri para dejarlos en el secador por 12 horas a una temperatura de 50 °C para luego llevar a un mortero de ágata y moler bajo presión hasta obtener un polvo fino. Este polvo fino fue puesto bajo tratamiento térmico en una mufla con una rampa de 5 °C por minuto hasta llegar a 700 °C y mantener esta temperatura por 2 horas y finaliza hasta enfriar a temperatura ambiente. Finalmente se obtuvo polvos de Titanato de Bario. Todo el proceso anterior se sintetiza en la Figura 20.

**Figura 20**

*Diagrama de flujo para la síntesis de las nanopartículas de Titanato de Bario puro y dopado con Cromo.*



*Nota:* Se usó la misma vía para la síntesis de dopaje con Cr.

Para el proceso del dopamiento con Cromo se usó la misma ruta que el párrafo anterior con la única diferencia de que se pesaron  $6,25*(1-X)$  mmol de Nitrato de Bario y  $6,25*X$  mmol de Nitrato de Cromo, con  $X=0,03-0,05-0,1-0,3-0,5$  % respectivamente. Los pasos seguidos para la síntesis del Titanato de Bario dopado con Cromo se pueden visualizar en la Figura 19 para su mejor entendimiento del proceso.

## **3.2 Caracterización**

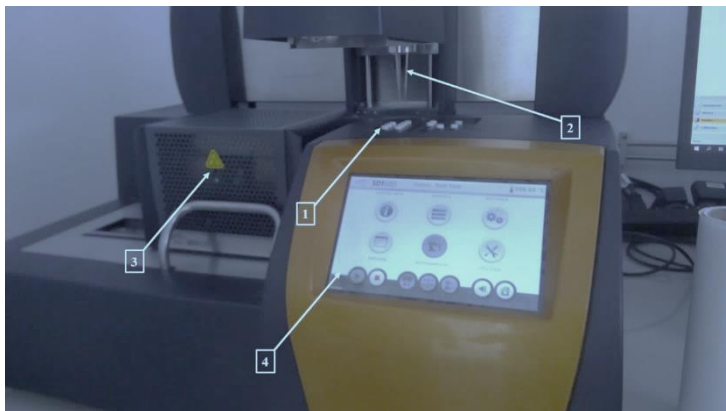
Los equipos utilizados para la caracterización son de uso específico en laboratorios y han sido todas calibradas antes de su uso.

### **3.2.1 Caracterización por DSC y TGA**

Para la caracterización térmica se usó el equipo de analizador térmico simultáneo TGA-DSC SDT650 (TA Instruments) que se muestra en la Figura 21, desde temperatura ambiente ( $25^{\circ}\text{C}$ ) hasta  $1000^{\circ}\text{C}$  con una rampa de  $20^{\circ}\text{C}$  por minuto hasta llegar a la temperatura final en una atmósfera de Nitrógeno. Este equipo se encuentra dentro del proyecto “Estudio de materiales ferroeléctricos ( $\text{BiFeO}_3$  y  $\text{Bi}_2\text{FeCrO}_6$ ) y su aplicación en celdas solares”.

**Figura 21**

*Equipo de TGA y DSC.*



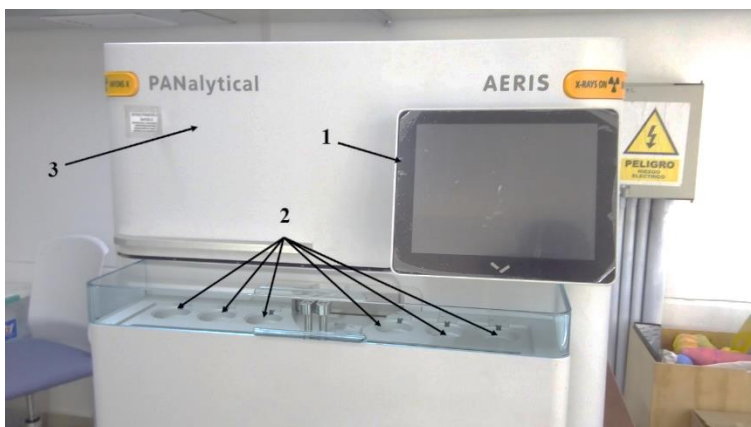
*Nota:* La muestra se coloca en uno de los crisolitos (1) luego la pinza mecánica (2) llevará automáticamente a la termobalanza dentro de la caja térmica (4) donde se llevará el proceso de calentamiento hasta una temperatura programada con el control en la pantalla táctil (4).

### **3.2.2 Caracterización por Rayos X**

Para caracterizar la estructura de Titanato de Bario puro y dopado con Cromo se usó un Difractómetro de Rayos X PANalytical AERIS con un ánodo de Cu y una longitud de onda K-alfa1 de 1.540598 Å, barriendo desde un ángulo  $2\theta$  de 10° a 80° con un paso de 0,0217329°. El equipo se encuentra en el laboratorio de nanotecnología (NanoLab) de la UNJBG, Figura 22.

**Figura 22**

*Equipo de Difracción de Rayos X.*



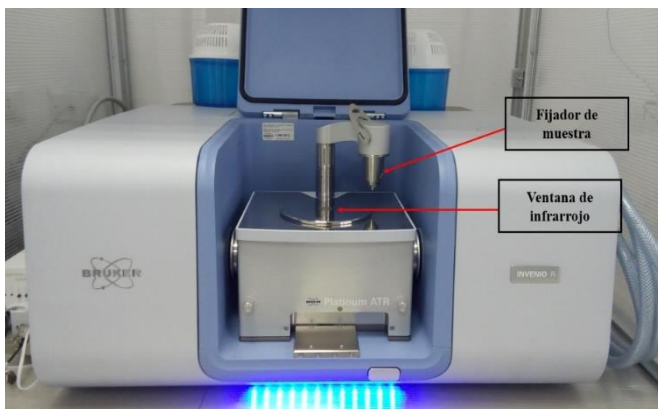
*Nota:* En la figura se muestra al equipo con su pantalla táctil de control y visualización de resultados (1), los seis portamuestreros (2) y la caja de Rayos-X.

### 3.2.3 Caracterización por FTIR

Para caracterizar por FTIR, se usó el equipo de espectroscopía infrarroja BRUKER, Platinum ATR, INVERIO R. El rango caracterizado fue desde los 4000 a los 200  $\text{cm}^{-1}$  con una resolución de 1,92854  $\text{cm}^{-1}$  en cada paso, Figura 23.

**Figura 23**

*Equipo FTIR.*



*Nota:* La muestra se coloca en la ventana de infrarrojo y luego se fija la muestra.

### 3.2.4 Caracterización por UV-Visible

Para la caracterización de las propiedades ópticas del Titanato de Bario se usó el equipo EVOLUTION 220, UV-Visible Spectrophotometer (Thermo SCIENTIFIC) con un barrido desde los 200 nm a 900 nm. El equipo también pertenece a NanoLab de la UNJBG, Figura 24.

**Figura 24**

*Equipo de Espectrofotetría de UV-Visible.*



*Nota:* El botón azul (1) permite abrir la tapa (2) para colocar la muestra al interior. El recuadro (3) son los botones de control.

### 3.2.5 Caracterización superficial por el método BET

Para caracterizar el área superficial de las muestras obtenidas se trabajó con el equipo Micromeritics, Gemini VII, de área superficial y porosidad, Figura 25. Antes de la caracterización, las muestras fueron desgasificadas a una temperatura de 400 °C por una hora en una atmosfera de nitrógeno. El equipo utilizado para el desgasificado se muestra en la Figura 26.

**Figura 25**

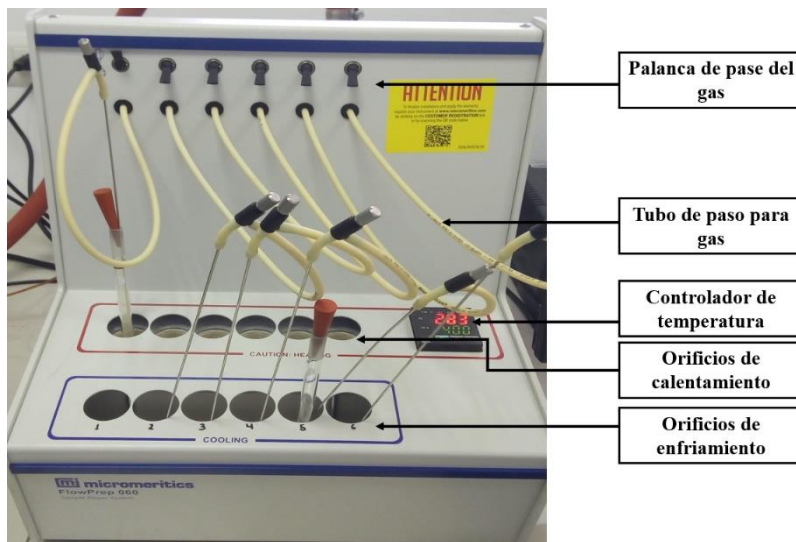
*Equipo BET.*



*Nota:* El recipiente tiene que contener nitrógeno líquido para enfriar las muestras.

**Figura 26**

*Equipo desgasificador.*



### 3.2.6 Caracterización por Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM)

El Microscopio electrónico de transmisión Talos F200i con una emisión de campo de 20 – 200 kV. El equipo se encuentra en la Universidad Nacional San Agustín de Arequipa en la Facultad de Ingeniería de Procesos. La Figura 27 muestra un equipo TEM.

**Figura 27**

*Equipo de Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM)*



*Nota:* Tomado de *Membrane Characterization* (p. 147), por C. Tang y Z. Yang, 2017, Elsevier. (Tang & Yang, 2017).

## **CAPÍTULO IV**

### **RESULTADOS**

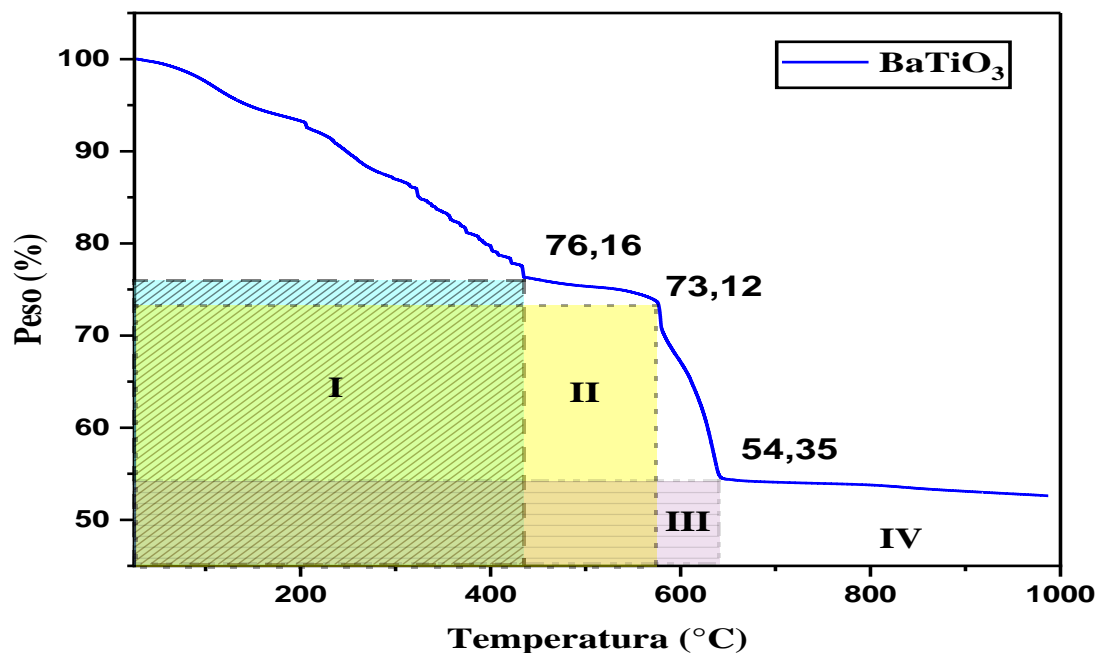
En este capítulo se muestran los resultados obtenidos de la síntesis de los polvos de Titanato de Bario puro y dopado con Cromo a diferentes concentraciones, resultados de las curvas calorimétricas TGA-DSC, difracción de rayos X, espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR), espectroscopía UV-Visible, equipo BET y Microscopía Electrónica de Transmisión.

#### **4.1 DSC y TGA (Calorimetría Diferencial de Barrido y Termo Gravimetría).**

La curva de la Figura 28 representa la evolución del porcentaje de muestra a medida que va aumentando la temperatura. Se puede apreciar en ella cuatro etapas importantes que corresponden principalmente a la eliminación de líquidos y material orgánico, luego alcanza una relativa estabilización entre 440 °C y 560 °C para luego caer muy rápidamente entre 560 °C y 650 °C para finalmente alcanzar la estabilidad alrededor de 650 °C en adelante.

**Figura 28**

*Curva termogravimétrica (TGA) para los precursores de las nanopartículas de Titanato de Bario puro.*

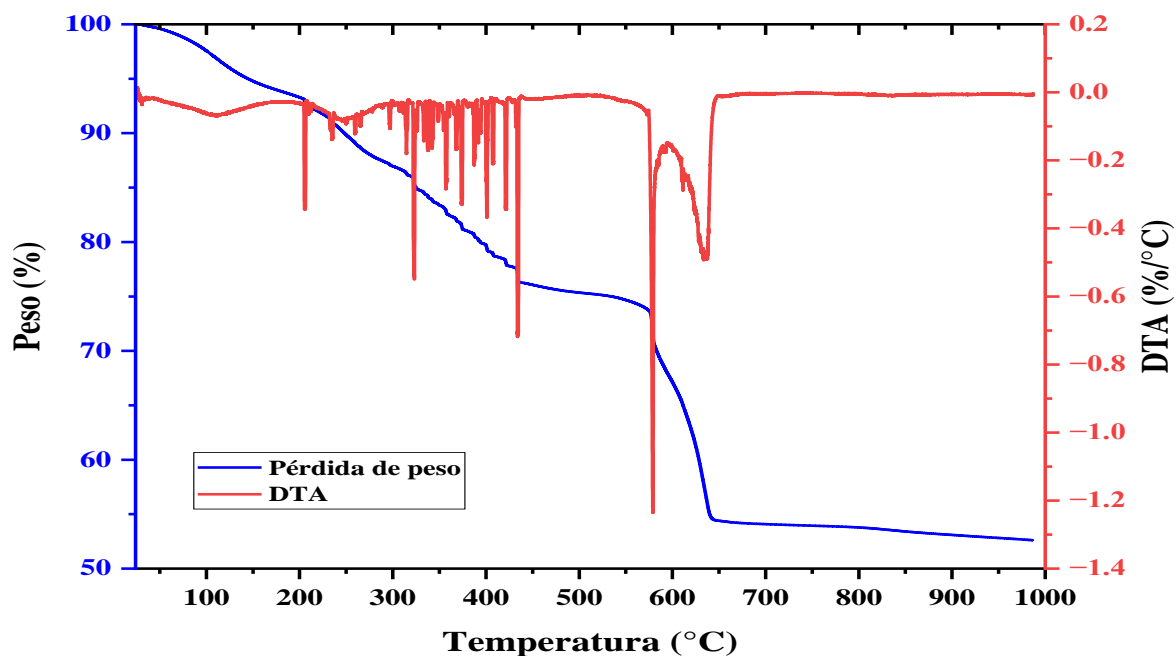


*Nota:* Las tres regiones representan las principales fases de pérdida de peso.

En la Figura 29 se muestra adicionalmente la derivada de la curva TGA de la Figura 28. En la curva DTA también se aprecia el pico alrededor de 650, que coincide con la estabilización del material que nos indica la culminación de la cristalización del Titanato de Bario.

**Figura 29**

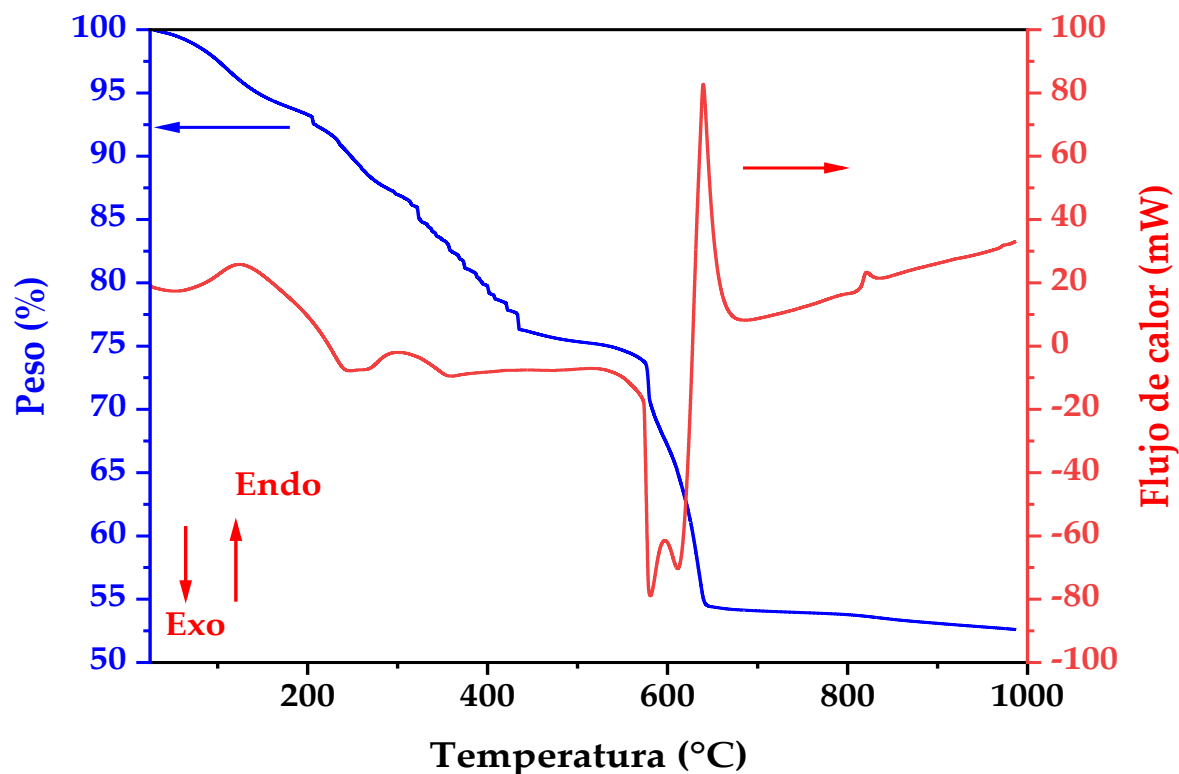
*Curva TGA y DTG para los precursores de las nanopartículas de Titanato de Bario puro.*



En la Figura 30 se muestran las curvas TGA y DSC simultáneamente. La curva calorimétrica roja nos indica el flujo de calor del material, los picos hacia arriba representan los procesos endotérmicos y los picos hacia abajo representan los procesos exotérmicos. Los dos picos exotérmicos alrededor de 600 °C representan los procesos de eliminación de material precursor que coinciden con la rápida caída de porcentaje en peso del material. El pico endotérmico alrededor de 650 °C representa la cristalización que también coincide con el pico de la curva DTA de la Figura 29.

**Figura 30**

*Curva TGA-DSC para los precursores de las nanopartículas de Titanato de Bario puro.*



*Nota:* La curva azul representa la pérdida de peso en función de la temperatura mientras que la curva roja representa los flujos de calor del material (endotérmicos y exotérmicos).

#### **4.2 Difracción de Rayos-X**

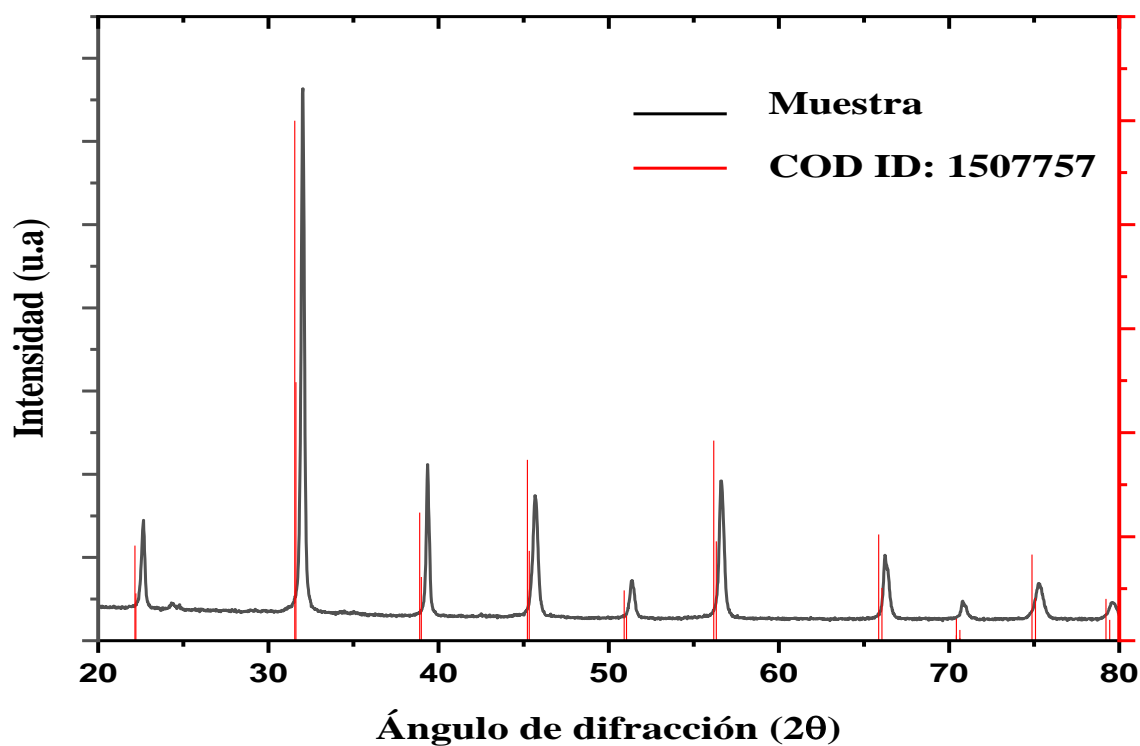
En la Figura 31 se puede visualizar los picos característicos de la muestra obtenida en el laboratorio que representa la curva gris. Las columnas rojas delgadas son de referencia a comparar obtenida de una base de datos de acceso abierto (COD).

El difractograma de la Figura 32 son del Titanato de Bario sin dopaje después del tratamiento térmico a 700 °C por dos horas. Encima de los picos característicos se muestran los índices

de Miller, que son los planos en la cual se da la difracción. Los picos son característicos de una estructura cúbica para el Titanato de Bario, también se observaron presencia de carbonatos como impurezas.

**Figura 31**

*Difractograma de las nanopartículas de Titanato de Bario puro y referencia.*



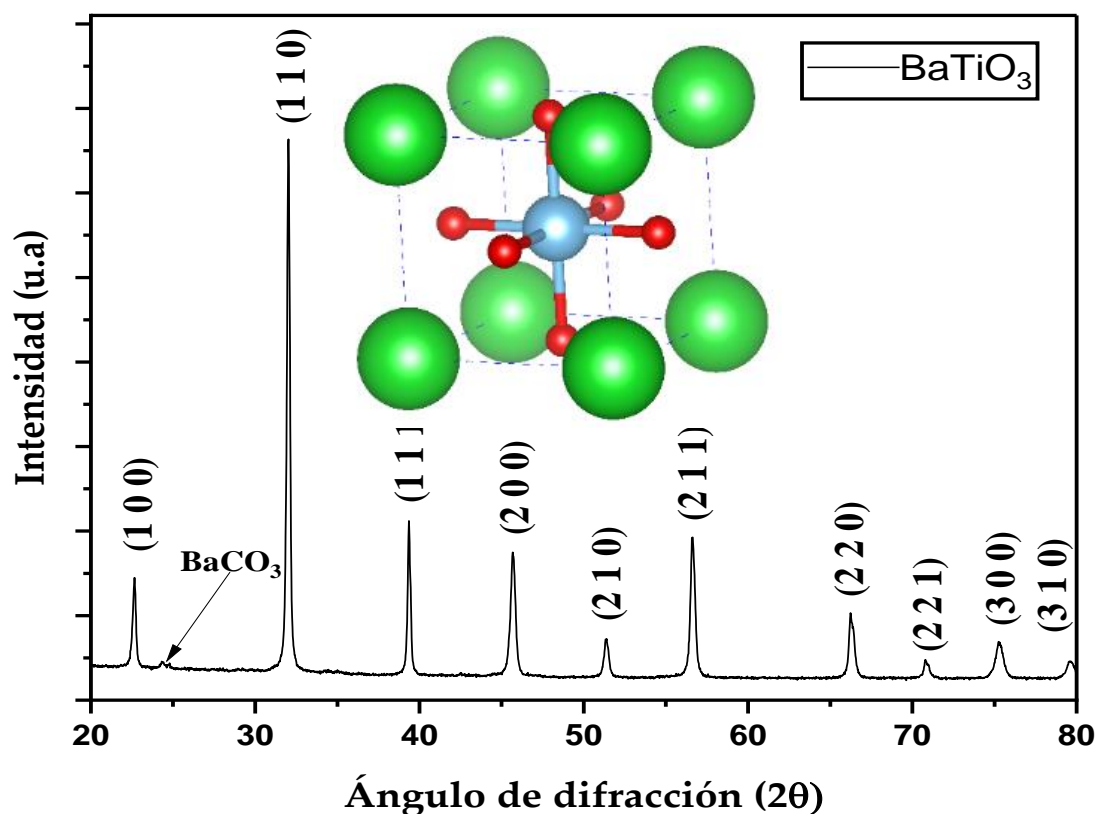
*Nota:* se observa un corrimiento hacia la derecha respecto de la referencia.

En la Figura 33 se muestra los resultados después de hacer el refinamiento Rietveld con el software libre Maud. Los picos de color gris discontinuo representan a los datos de laboratorio, mientras que los de color rojo son los del refinamiento. El parámetro de red calculado fue de 4,0140 Å que pertenece al grupo espacial  $Pm\bar{3}m$ .

Los difractogramas de las muestras con dopajes se muestran en la Figura 34 y Figura 35 en la que se puede apreciar una significativa diferencia entre el Titanato de Bario sin dopaje y las que tienen distintas concentraciones de dopaje. Los picos adicionales que aparecen en los difractogramas para las muestras con dopaje se deben principalmente a las impurezas por la presencia de óxidos de titanio, cromo y carbonatos. En la Figura 35 se amplía el difractograma alrededor del ángulo  $45^\circ$  en la que también se puede visualizar una diferencia para las muestras dopadas en la que hay una tendencia a la aparición de un pico adicional.

**Figura 32**

*Difractograma de las nanopartículas de Titanato de Bario sin dopaje.*

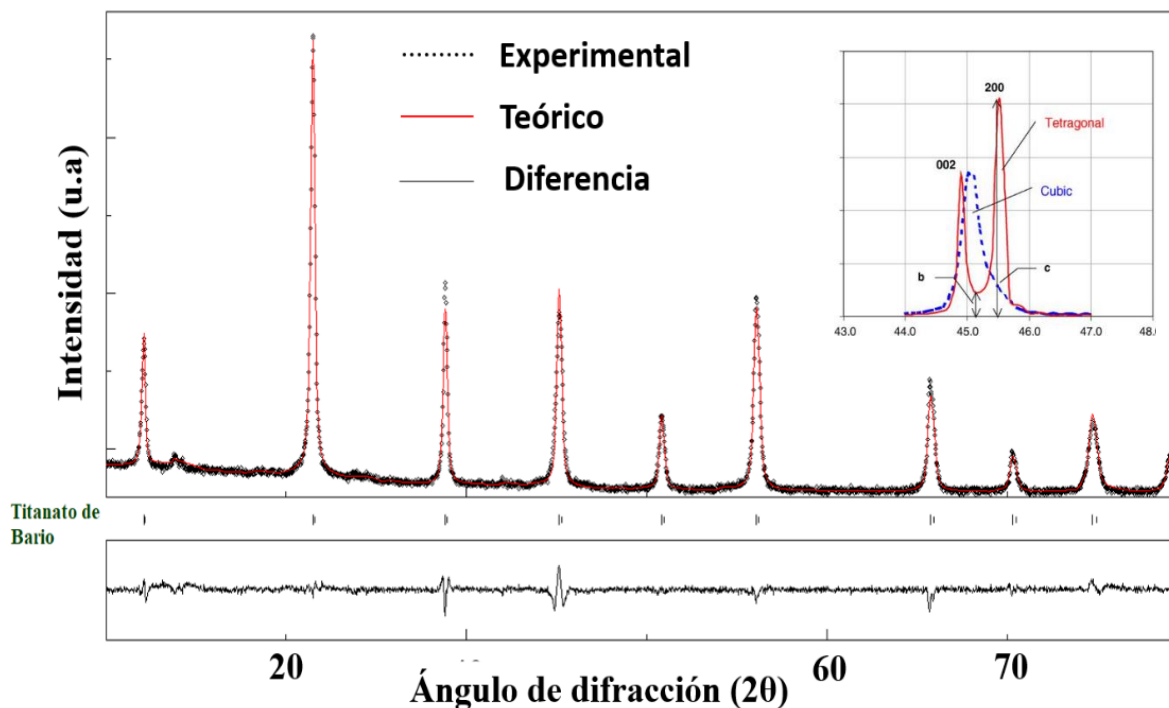


*Nota:* Los índices principales corresponden al Titanato de Bario en fase cúbica.

En la Tabla 1, Tabla 2, Tabla 3, Tabla 4, Tabla 5 y Tabla 6 se calcularon los tamaños promedios de los cristales para los primeros seis picos. El tamaño promedio del cristal de la muestra se toma del pico más representativo que es el plano preferencial de crecimiento del cristal; para el Titanato de Bario puro se presenta un tamaño promedio de 38,73 nm; con dopaje de 0,3% de Cr, 41,24 nm; con dopaje de 0,5% de Cr, 40,92 nm; con dopaje de 1% de Cr, 41,85 nm; con dopaje de 3% de Cr, 43,79 nm; y con dopaje de 5% de Cr, 39,47 nm.

**Figura 33**

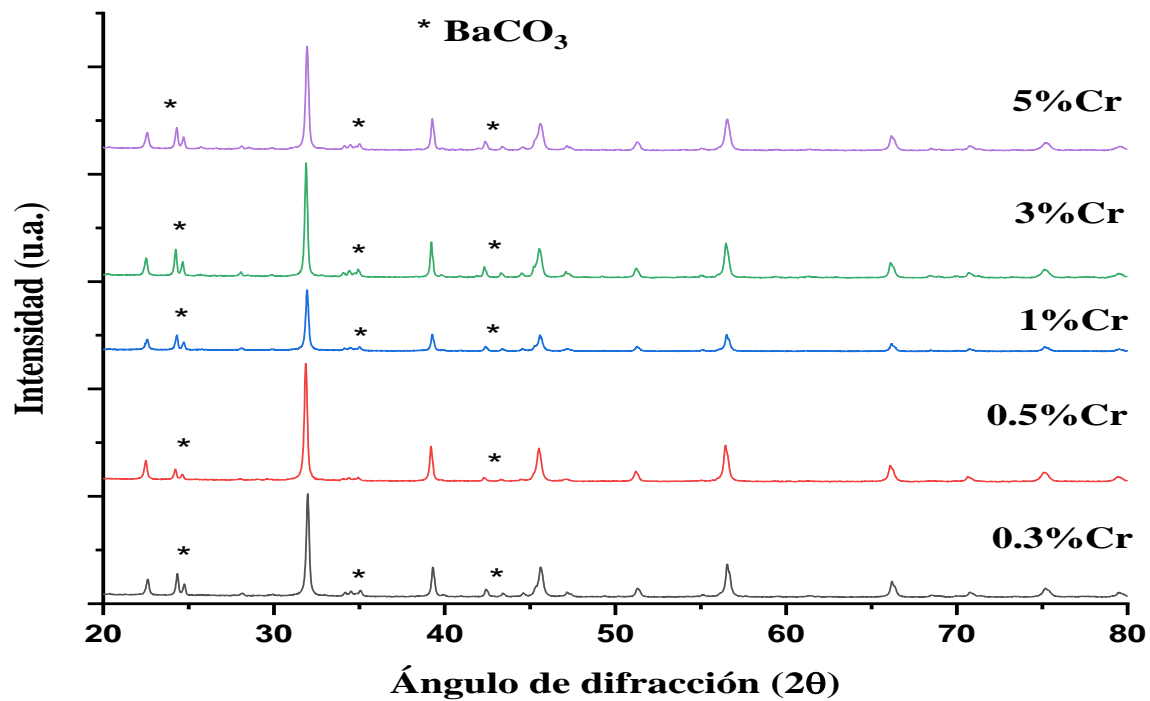
*Comparación entre dato teórico y experimental del difractograma del Titanato de Bario sin dopaje.*



*Nota:* Refinamiento Rietveld con software libre Maud. El recuadro interior superior derecho muestra la principal diferencia de los picos de la fase cúbica y tetragonal del Titanato de Bario (Baeten et al., 2006).

**Figura 34**

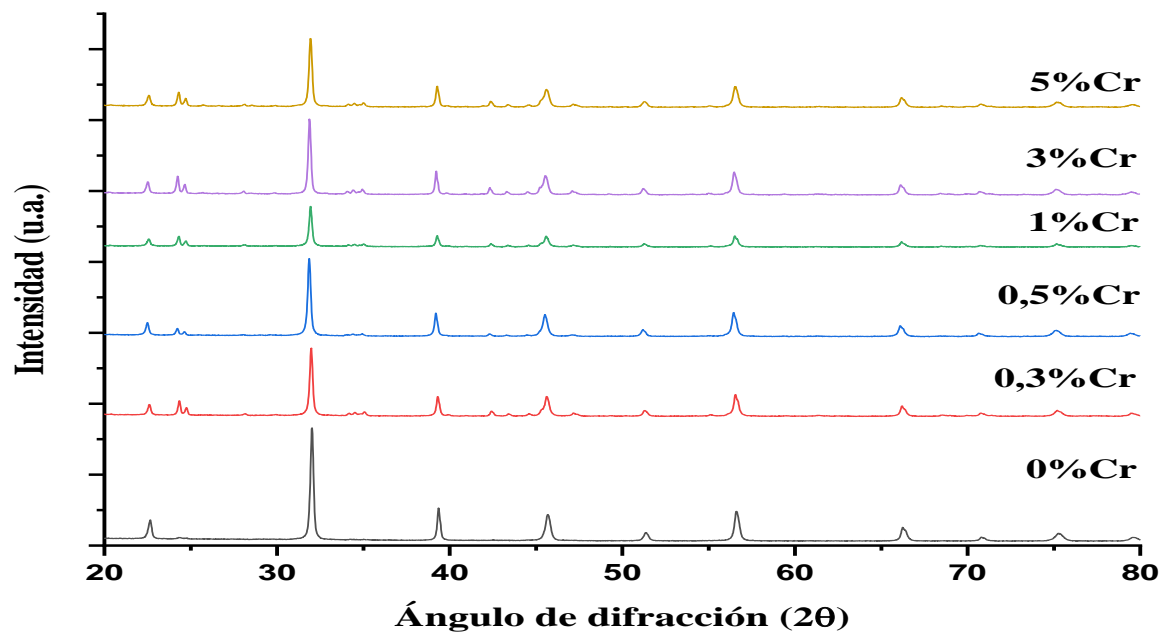
*Difractograma de las nanopartículas de Titanato de Bario dopado con Cr a diferentes porcentajes.*



*Nota:* Los picos adicionales marcados con \* representan a las impurezas de carbonato de bario.

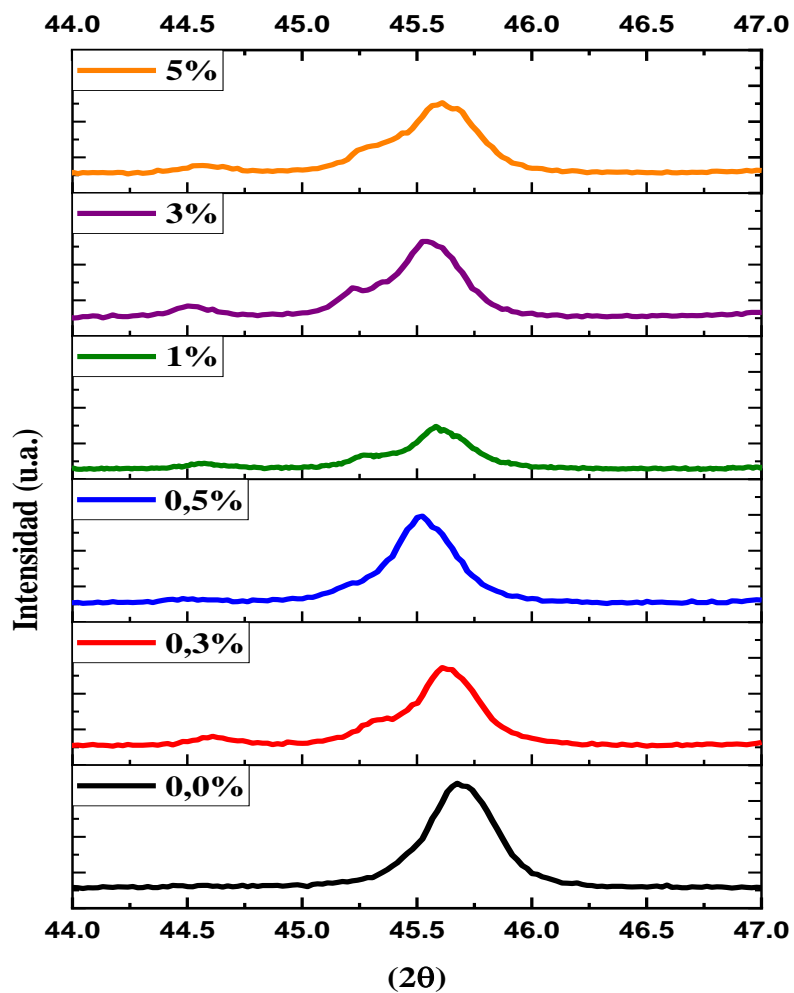
**Figura 35**

*Difractograma de las nanopartículas de Titanato de Bario puro y dopado con Cromo a diferentes concentraciones.*



**Figura 36**

*Difractograma de las nanopartículas de Titanato de Bario puro y dopado con Cromo alrededor de  $2\theta=45^\circ$ .*



*Nota:* El pequeño pico que tiende a aparecer con el dopaje es indicativo de aparición de la fase tetragonal.

**Tabla 1**

*Tamaño promedio del cristal para los distintos picos de las nanopartículas de Titanato de Bario sin dopaje.*

<b>BaTiO3</b>				
<i>h k l</i>	$\theta$	$\beta$ (grados)	$\beta$ (radián)	<i>D</i> (nm)
<b>1 0 0</b>	22,64	0,23	$4,06 \times 10^{-3}$	36,40
<b>1 1 0</b>	32,02	0,21	$3,74 \times 10^{-3}$	38,73
<b>1 1 1</b>	39,37	0,21	$3,58 \times 10^{-3}$	40,51
<b>2 0 0</b>	45,68	0,34	$5,98 \times 10^{-3}$	24,21
<b>2 1 0</b>	51,38	0,33	$5,72 \times 10^{-3}$	25,29
<b>2 1 1</b>	56,63	0,32	$5,58 \times 10^{-3}$	25,93
<b>2 2 0</b>	66,30	0,38	$6,60 \times 10^{-3}$	21,94
<b>Tamaño promedio del cristal del pico representativo</b>				<b>38,73</b>

**Tabla 2**

*Tamaño promedio del cristal para los distintos picos de las nanopartículas de Titanato del Bario dopado con 0,3% de Cromo.*

<b>BaTiO3-Cr 0,3 %</b>				
<i>h k l</i>	$\theta$	$\beta$ (grados)	$\beta$ (radián)	<i>D</i> (nm)
<b>1 0 0</b>	22,60	0,19	$3,38 \times 10^{-3}$	42,88
<b>1 1 0</b>	31,98	0,20	$3,51 \times 10^{-3}$	41,24
<b>1 1 1</b>	39,32	0,21	$3,62 \times 10^{-3}$	39,99
<b>2 0 0</b>	45,62	0,32	$5,55 \times 10^{-3}$	26,11
<b>2 1 0</b>	51,32	0,30	$5,30 \times 10^{-3}$	27,31
<b>2 1 1</b>	56,59	0,32	$5,52 \times 10^{-3}$	26,24
<b>2 2 0</b>	66,25	0,36	$6,35 \times 10^{-3}$	22,79
<b>Tamaño promedio del cristal del pico representativo</b>				<b>41,24</b>

**Tabla 3**

*Tamaño promedio del cristal del cristal para los distintos picos de las nanopartículas de Titanato del Titanato de Bario dopado con 0,5% de Cromo.*

<b>BaTiO3-Cr 0,5 %</b>				
<i>h k l</i>	$\theta$	$\beta$ (grados)	$\beta$ (radián)	<i>D</i> (nm)
<b>1 0 0</b>	22,49	0,20	$3,44 \times 10^{-3}$	42,16
<b>1 1 0</b>	31,87	0,20	$3,54 \times 10^{-3}$	40,92
<b>1 1 1</b>	39,21	0,21	$3,61 \times 10^{-3}$	40,15
<b>2 0 0</b>	45,53	0,32	$5,61 \times 10^{-3}$	25,80
<b>2 1 0</b>	51,22	0,32	$5,51 \times 10^{-3}$	26,27
<b>2 1 1</b>	56,48	0,32	$5,66 \times 10^{-3}$	25,59
<b>2 2 0</b>	66,15	0,38	$6,63 \times 10^{-3}$	21,85
<b>Tamaño promedio del cristal del pico representativo</b>				<b>40,92</b>

**Tabla 4**

*Tamaño promedio del cristal del cristal para los distintos picos de las nanopartículas de Titanato del Titanato de Bario dopado con 1% de Cromo.*

<b>BaTiO3-Cr 1 %</b>				
<i>h k l</i>	$\theta$	$\beta$ (grados)	$\beta$ (radián)	<i>D</i> (nm)
<b>1 0 0</b>	22,57	0,21	$3,58 \times 10^{-3}$	40,48
<b>1 1 0</b>	31,94	0,20	$3,46 \times 10^{-3}$	41,85
<b>1 1 1</b>	39,28	0,20	$3,55 \times 10^{-3}$	40,85
<b>2 0 0</b>	45,59	0,30	$5,28 \times 10^{-3}$	27,43
<b>2 1 0</b>	51,29	0,29	$5,00 \times 10^{-3}$	28,95
<b>2 1 1</b>	56,55	0,32	$5,51 \times 10^{-3}$	26,26
<b>2 2 0</b>	66,22	0,36	$6,28 \times 10^{-3}$	23,06
<b>Tamaño promedio del cristal del pico representativo</b>				<b>41,85</b>

**Tabla 5**

*Tamaño promedio del cristal del cristal para los distintos picos de las nanopartículas de Titanato del Titanato de Bario dopado con 3% de Cromo.*

<b>BaTiO3-Cr 3 %</b>				
<i>h k l</i>	$\theta$	$\beta$ (grados)	$\beta$ (radián)	<i>D</i> (nm)
<b>1 0 0</b>	22,51	0,20	$3,40 \times 10^{-3}$	42,65
<b>1 1 0</b>	31,88	0,19	$3,31 \times 10^{-3}$	43,79
<b>1 1 1</b>	39,23	0,18	$3,19 \times 10^{-3}$	45,42
<b>2 0 0</b>	45,54	0,35	$6,13 \times 10^{-3}$	23,62
<b>2 1 0</b>	51,24	0,29	$5,13 \times 10^{-3}$	28,22
<b>2 1 1</b>	56,51	0,31	$5,34 \times 10^{-3}$	27,11
<b>2 2 0</b>	66,18	0,36	$6,32 \times 10^{-3}$	22,92
<b>Tamaño promedio del cristal del pico representativo</b>				<b>43,79</b>

**Tabla 6**

*Tamaño promedio del cristal para los distintos picos de las nanopartículas de Titanato de Bario dopado con 5 % de Cromo.*

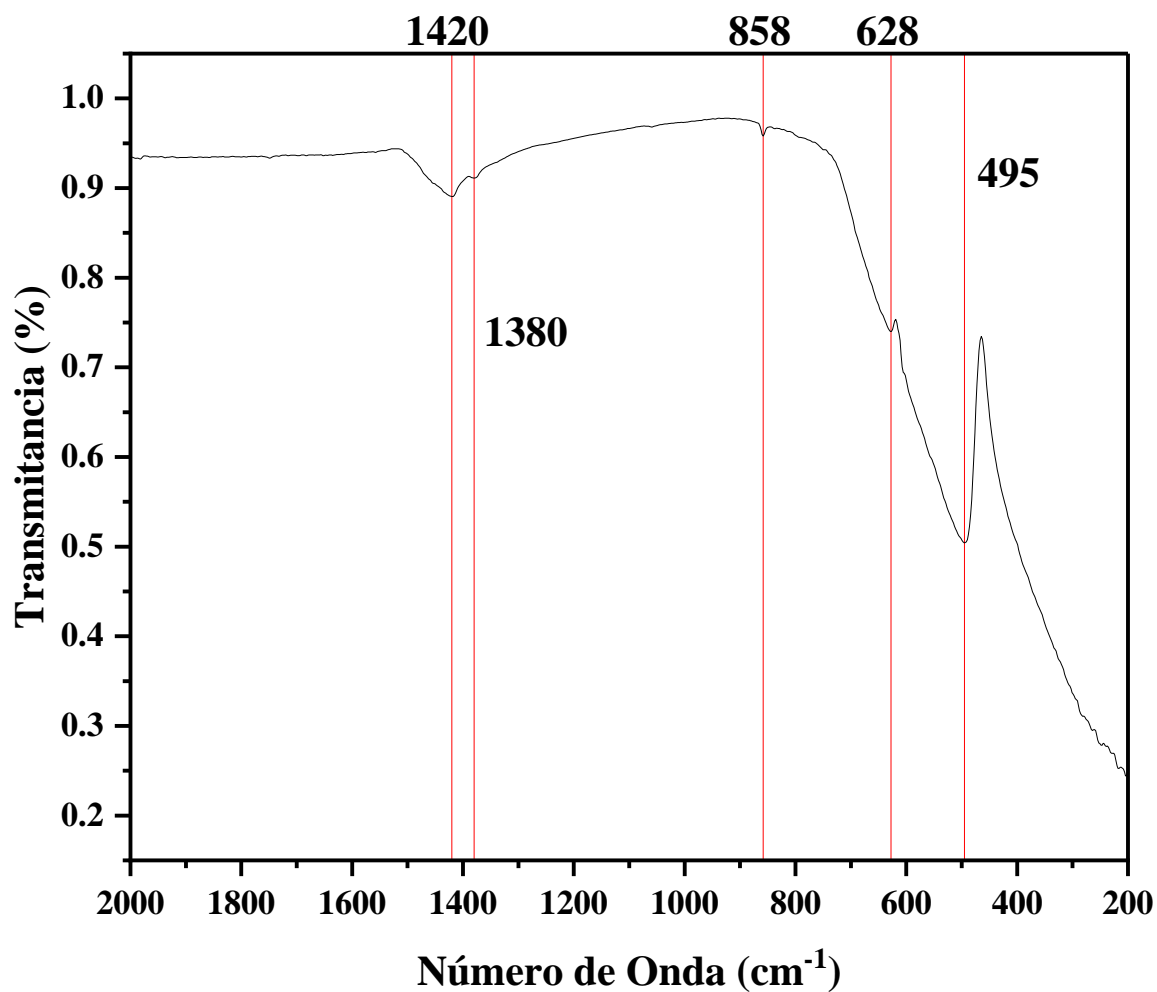
<b>BaTiO3-Cr % 5</b>				
<i>h k l</i>	$\theta$	$\beta$ (grados)	$\beta$ (radián)	<i>D</i> (nm)
<b>1 0 0</b>	22,57	0,22	$3,82 \times 10^{-3}$	37,86
<b>1 1 0</b>	31,94	0,21	$3,67 \times 10^{-3}$	39,47
<b>1 1 1</b>	39,29	0,21	$3,60 \times 10^{-3}$	40,20
<b>2 0 0</b>	45,59	0,41	$7,11 \times 10^{-3}$	20,36
<b>2 1 0</b>	51,29	0,34	$5,89 \times 10^{-3}$	24,58
<b>2 1 1</b>	56,56	0,34	$5,84 \times 10^{-3}$	24,79
<b>2 2 0</b>	66,23	0,38	$6,66 \times 10^{-3}$	21,75
<b>Tamaño promedio del cristal del pico representativo</b>				<b>39,47</b>

### 4.3 FTIR (Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier).

En la Figura 37 se muestra el espectro infrarrojo del Titanato de Bario sin dopaje sintetizado por la vía Sol-precipitación a una temperatura de calcinación de 700 °C, en ella se puede observar los picos característicos del material, así como las impurezas presentes en la muestra que no terminaron de reaccionar.

**Figura 37**

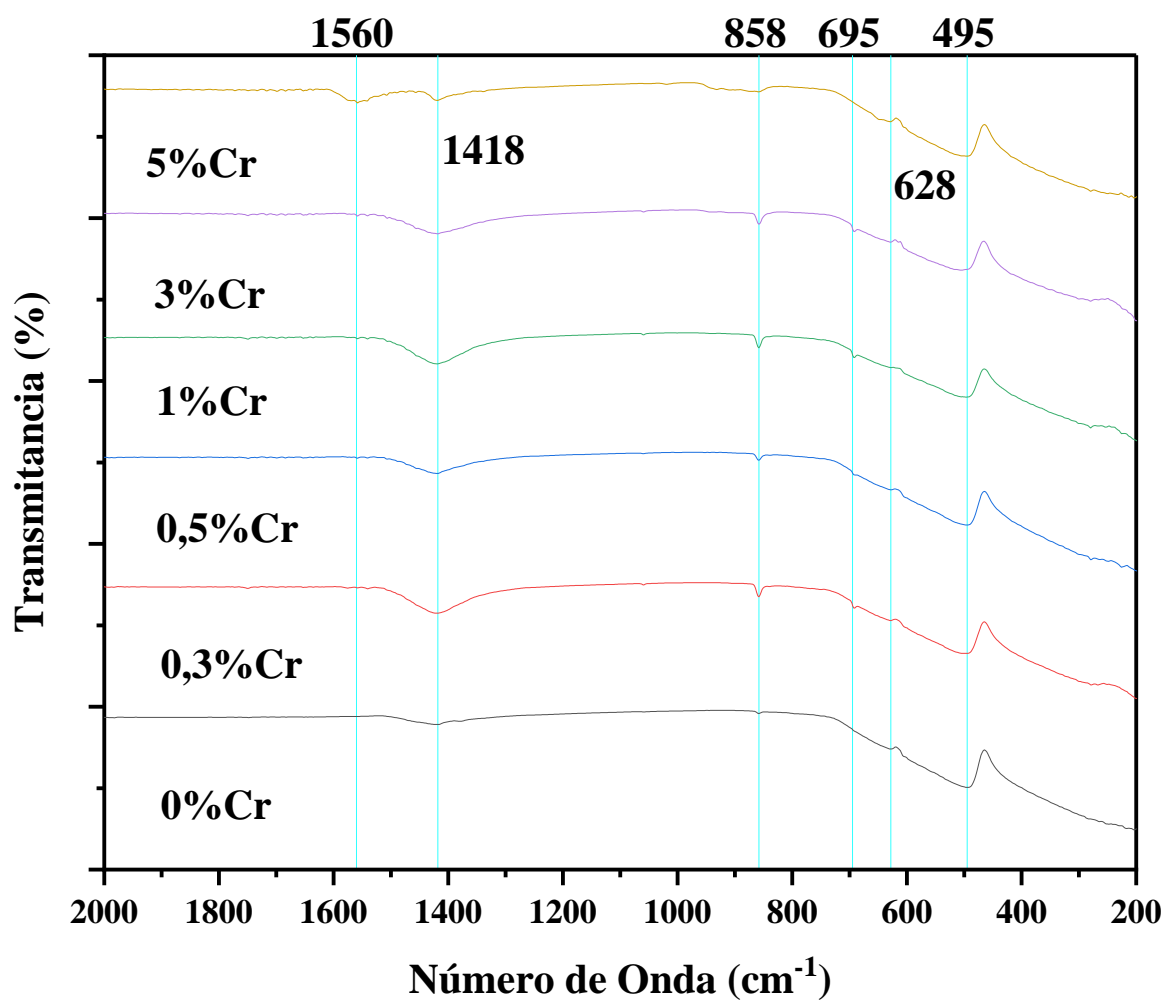
*Espectro infrarrojo de las nanopartículas de Titanato de Bario sin dopaje.*



En la Figura 38 se visualiza el espectro infrarrojo del Titanato de Bario puro y dopado con diferentes concentraciones de Cromo. Los picos coinciden con los obtenidos para la muestra sin dopaje. El pico en 695 se debe a la presencia del dióxido de titanio que queda como impureza por no terminar de reaccionar para formar la estructura.

**Figura 38**

*Espectro infrarrojo de las nanopartículas de Titanato de Bario puro y dopado con Cromo a distintas concentraciones.*

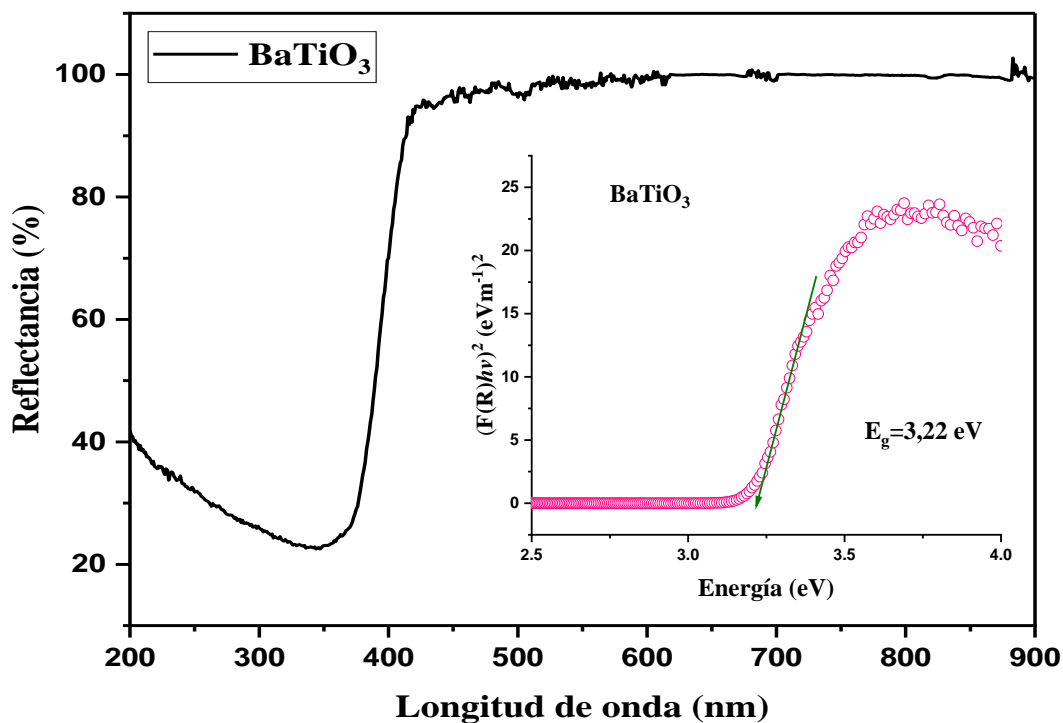


#### 4.4 UV-Visible

La reflectancia para el Titanato de Bario sin dopaje, presentada en la Figura 39, se observa que el material refleja el espectro ultravioleta por encima del 60 % mientras que es altamente reflejante en el espectro visible. El cálculo de la banda prohibida usando estos datos fue de 3,22 eV.

**Figura 39**

*Reflectancia óptica de las nanopartículas de Titanato de Bario puro.*

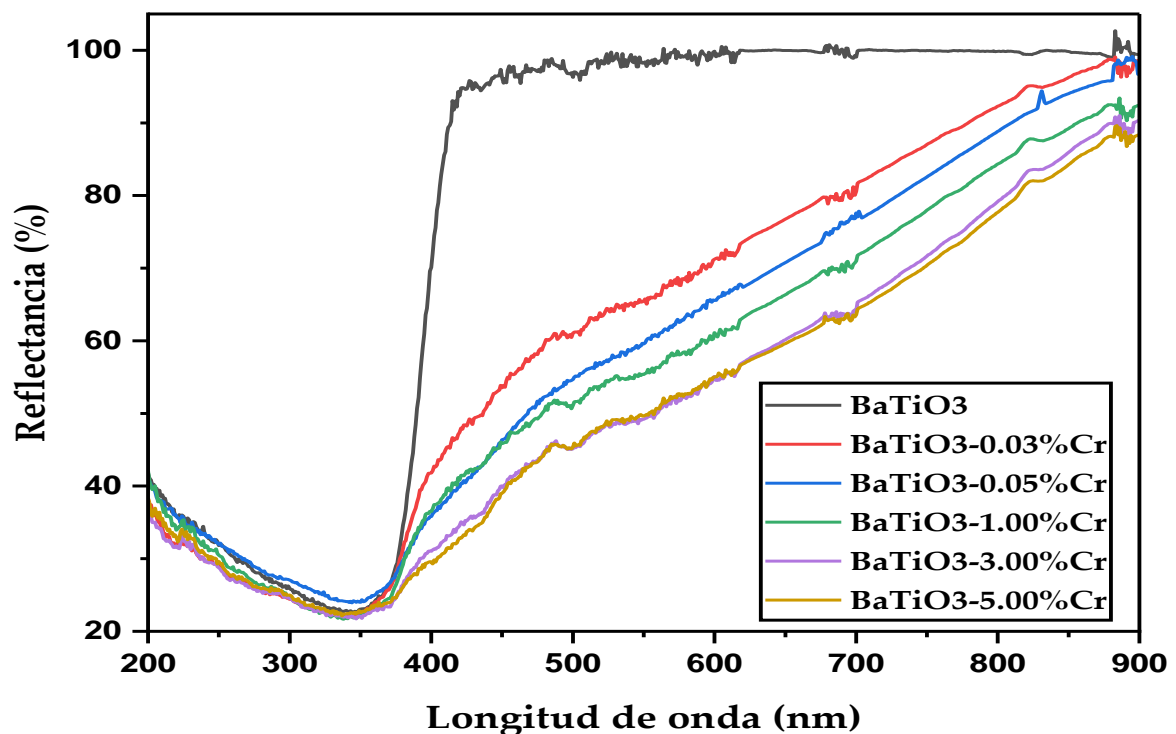


*Nota:* La parte interna de la figura representa el método Kubelka-Munk para aproximar la banda prohibida del material.

La Figura 40 muestra la reflectancia para la muestra sin dopaje y las dopadas con distintos porcentajes. En la región ultravioleta no se aprecia un gran cambio en la reflectancia, pero en la región visible hay una caída muy significativa para las muestras dopadas. La banda prohibida encontrada para el Titanato de Bario con dopaje de 0,3% de Cromo es de 3,18 eV, con dopaje de 0,5% de 3,17 eV, para 1% se calcula a 3,12 eV, para 3% de dopaje se estima en 3,11 eV y con dopaje de 5% de Cromo se estimó a 3,06 eV, esto se puede visualizar en la Figura 41.

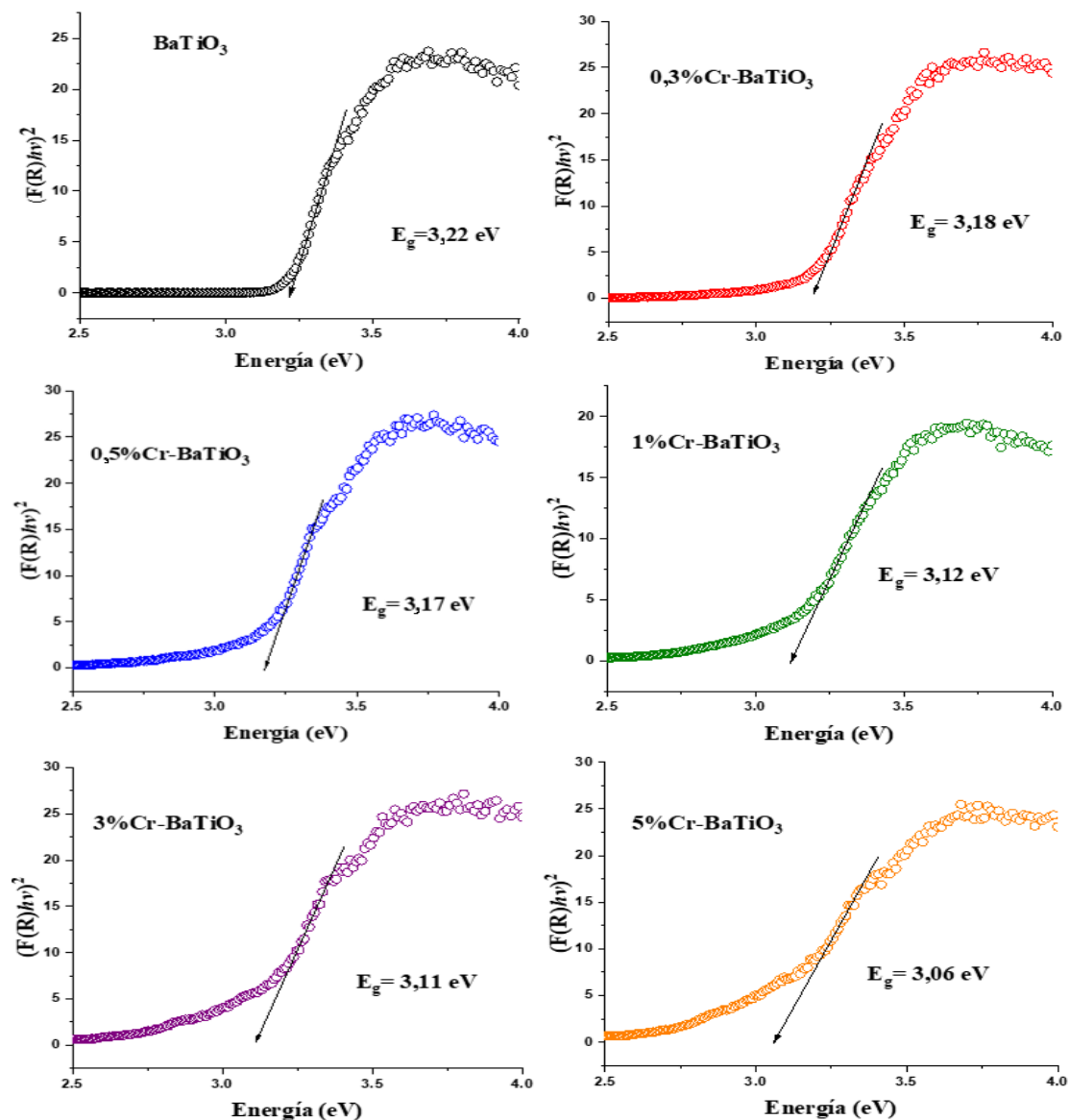
**Figura 40**

*Comparación de reflectancia óptica de las nanopartículas de Titanato de Bario puro y dopado con Cromo.*



**Figura 41**

*Función de reflectancia vs  $h\nu$  para aproximar la banda prohibida de las nanopartículas de Titanato de Bario puro y dopado con Cromo.*



*Nota:* Banda prohibida calculada mediante el método de Kubelka-Munk. Las ordenadas tienen unidades de  $(\text{eV m}^{-1})^2$ .

#### 4.5 Área superficial

En la Tabla 7 se muestran el área superficial calculada por el equipo BET para las distintas muestras. El área superficial más baja es para el Titanato de Bario sin dopaje, mientras que la muestra con mayor área superficial se obtiene con 0,5% de dopaje

**Tabla 7**

*Área superficial de las nanopartículas de Titanato de Bario puro y dopado con Cromo.*

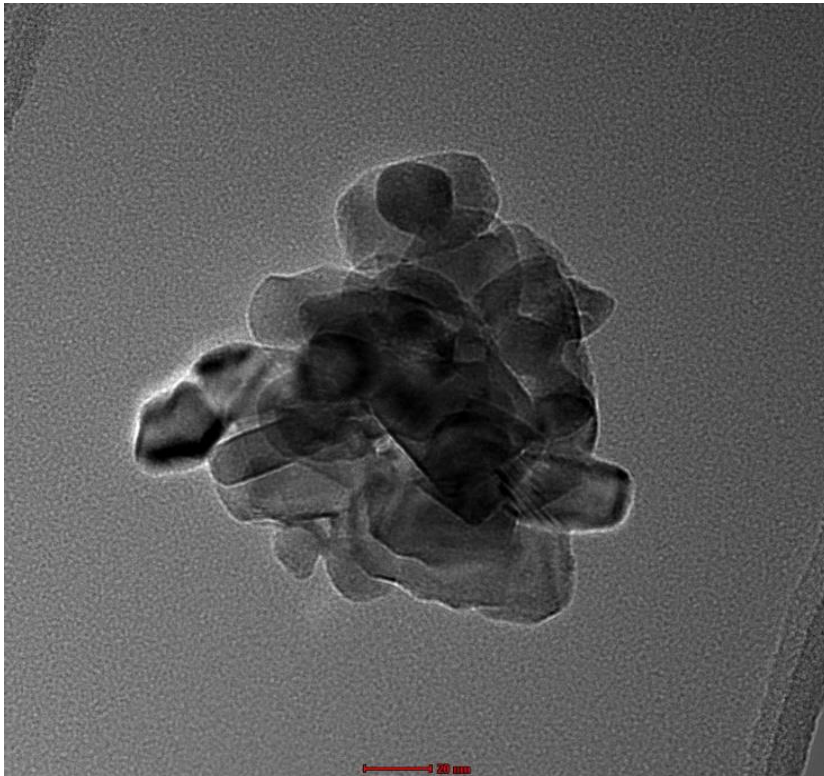
Material	Área superficial (m <sup>2</sup> /g)
BaTiO <sub>3</sub>	2,54
BaTiO <sub>3</sub> -0,3%Cr	4,41
BaTiO <sub>3</sub> -0,5%Cr	4,51
BaTiO <sub>3</sub> -1%Cr	3,38
BaTiO <sub>3</sub> -3%Cr	2,49
BaTiO <sub>3</sub> -5%Cr	2,94

#### 4.6 Análisis por TEM

La forma de las muestras se puede visualizar en la Figura 42 sin dopaje, en la Figura 43 con 0,5% de dopaje, con 1% en la Figura 44, con 3% en la Figura 45 y con 5% de dopaje en la Figura 46. Las micrografías revelan los tamaños de los cristales, así como su forma definida cuando no presenta dopaje y con distorsiones cuando se introduce el dopante. También se puede apreciar que estos granos están por debajo de los 100 nm lo que confirma el material en escala nanométrica.

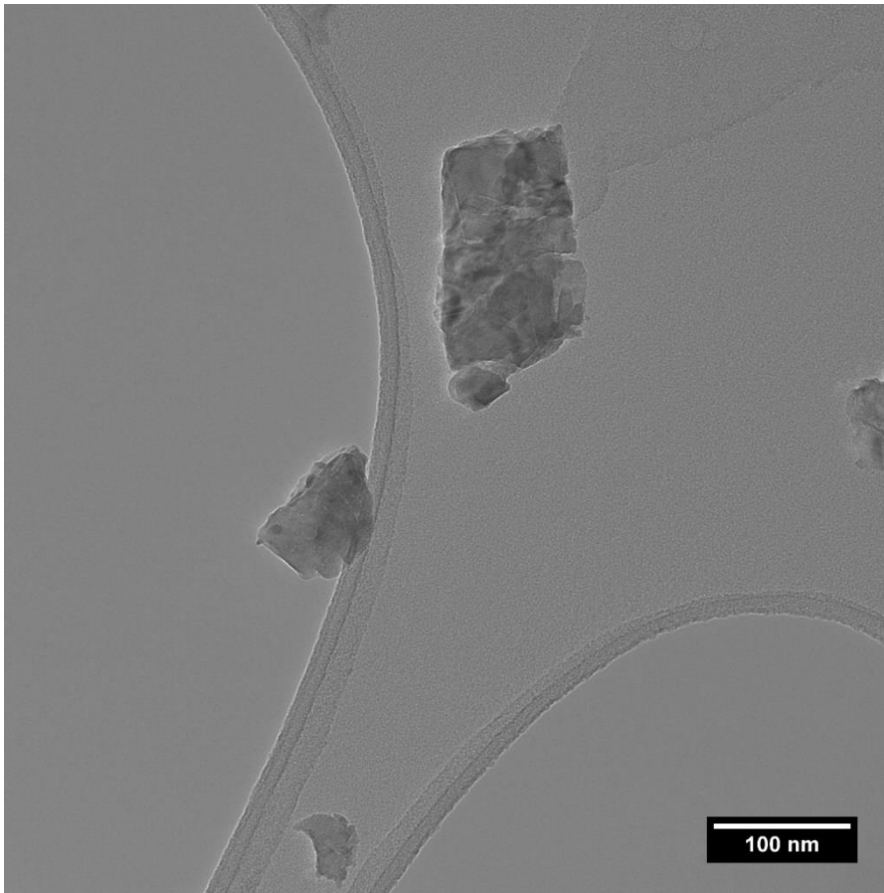
**Figura 42**

*Micrografía de las nanopartículas de Titanato de Bario sin dopaje obtenida por TEM.*



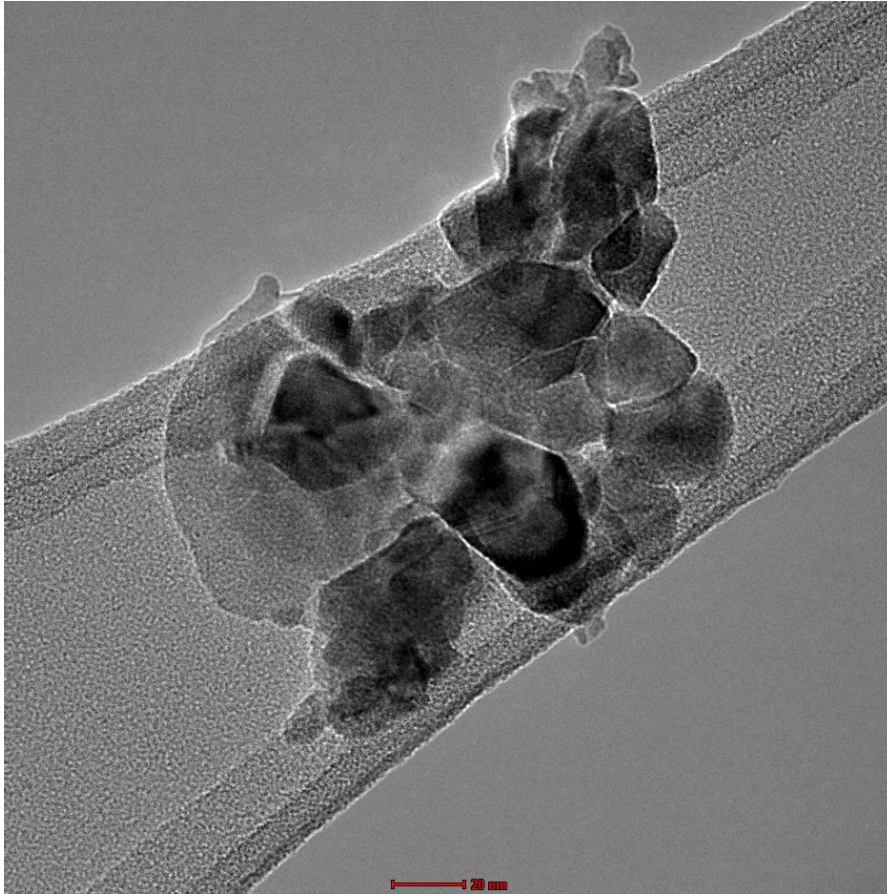
**Figura 43**

*Micrografía de las nanopartículas de Titanato de Bario con 0,5 % de dopaje con Cromo obtenida por TEM.*



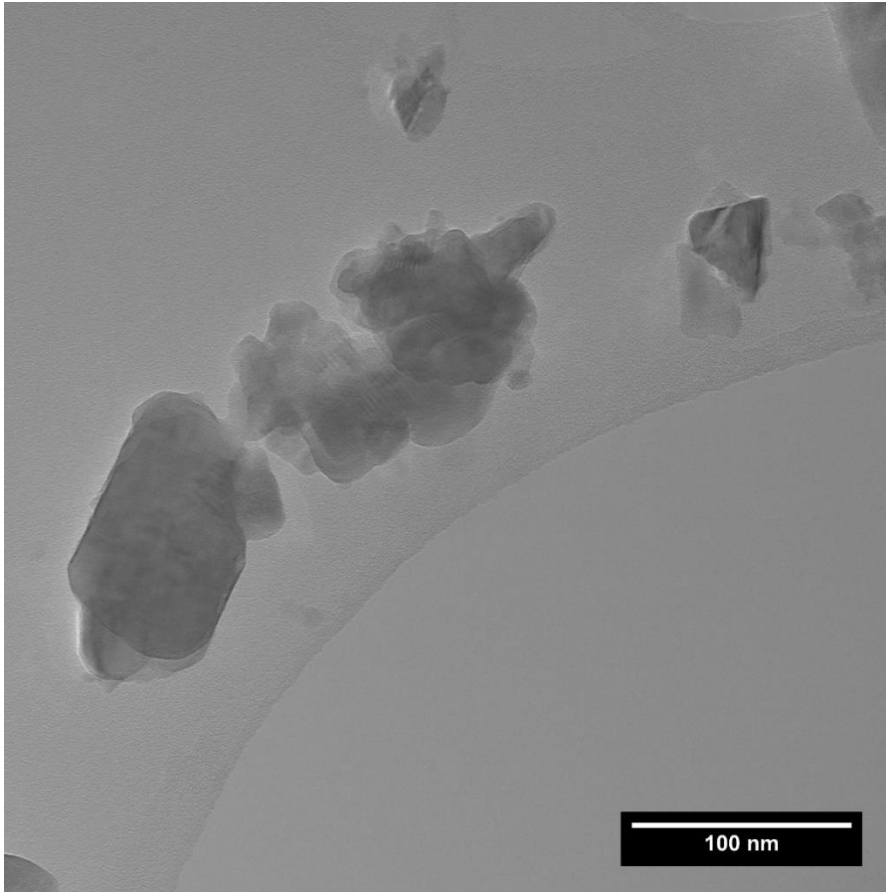
**Figura 44**

*Micrografía de las nanopartículas de Titanato de Bario con 1 % de dopaje con Cromo obtenida por TEM.*



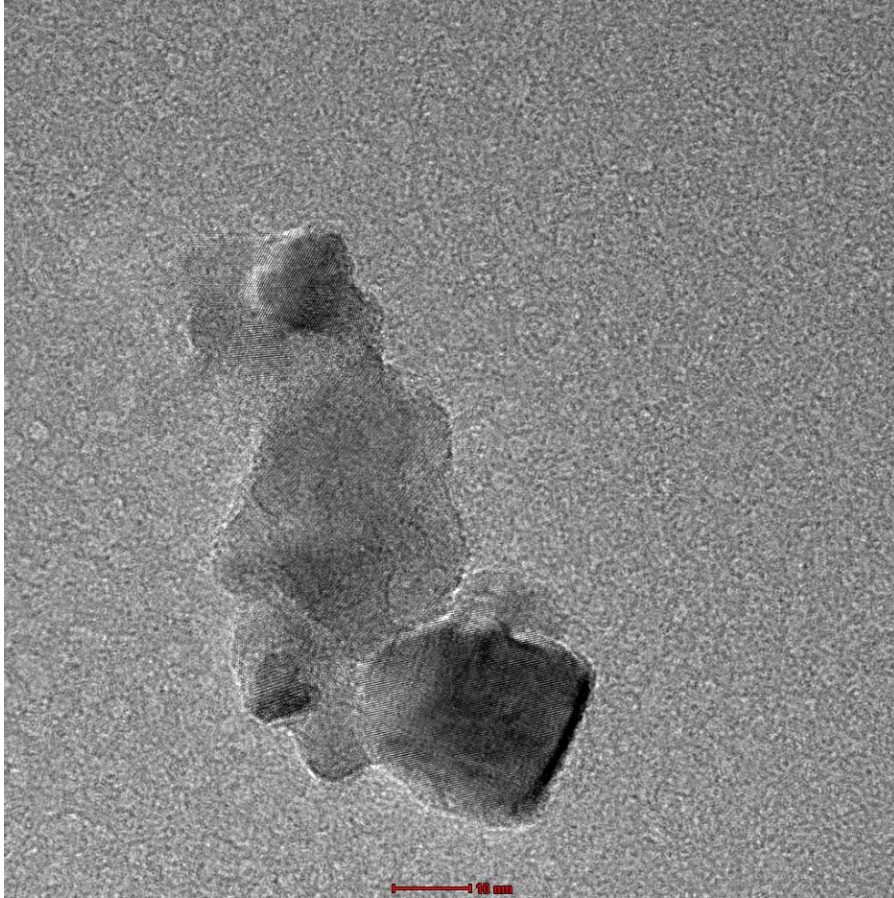
**Figura 45**

*Micrografía de las nanopartículas de Titanato de Bario con 3 % de dopaje con Cromo obtenida por TEM.*



**Figura 46**

*Micrografía de las nanopartículas de Titanato de Bario con 5 % de dopaje con Cromo obtenida por TEM.*



## CAPÍTULO V

### DISCUSIÓN

En este capítulo se discuten los resultados obtenidos y que fueron presentados en el capítulo anterior de la síntesis de los polvos de Titanato de Bario puro y dopado con Cromo a diferentes concentraciones.

#### **5.1 DSC y TGA (Calorimetría Diferencial de Barrido y Termo Gravimetría).**

Las características de las curvas TGA-DSC y TGA-DTG varían entre las distintas referencias consultadas y se debe al proceso de síntesis, precursores empleados y disolventes utilizados en la obtención del material. En la Figura 28 se pueden observar tres fases principales en la curva TGA que corresponde a la pérdida de peso en función de la temperatura: la primera se debe a la pérdida de agua, por la humedad atrapada del ambiente y algunos solventes que quedaron atrapados que se pierden hasta 200 °C (Lee et al., 1999) y parte de material orgánico que se fue descomponiendo hasta quedar un 76% del material inicial; la segunda fase se debe principalmente a la pérdida de dióxido de carbono, quedando un 73% del material inicial; la tercera fase se debe a la pérdida, muy rápida, de los carbonatos y restante de dióxido de carbono, quedando como material final 54% del inicial (Tian et al., 2000). En la cuarta fase ya se aprecia la estabilización de la curva con una ligera caída (0.3%) hasta los 990°C, que representa la estabilización del material.

La Figura 29 muestra las curvas TGA y DTG que corresponden al precursor sin calcinar del Titanato de Bario puro. La curva roja representa la primera derivada del cambio de la masa

respecto de la temperatura, es decir la velocidad a la que se pierde la masa a medida que aumenta la temperatura. La caída de la curva hasta los 100 °C representa la pérdida de agua absorbida (Claudia Fernández et al., 2010). Hasta 400 °C hay una significativa pérdida de peso que puede deberse al desprendimiento del CO<sub>2</sub>. La pérdida de peso entre 440 y 580 °C se le puede atribuir a la descomposición de redes orgánicas (Guo et al., 2004) y alrededor de 650 °C representa la descomposición de carbonatos. Ambos están relacionados con la formación de los cristales del Titanato de Bario de la Figura 30. Los picos alrededor de 350 °C se le atribuyen a los restos de ácido cítrico que todavía permanecieron atrapados en la muestra (Guo et al., 2004). Los picos entre 280 y 320 °C corresponden a la pérdida de monóxido de carbono que también se da en el pico de 650 °C (Potdar et al., 1990) y que por encima de los 220 °C al desprendimiento de dióxido de carbono (Hennings & Mayr, 1978). Hasta 200 °C corresponde la pérdida de agua (Hennings & Mayr, 1978). Por encima de 650 °C todavía se descompone fases de carbonatos, pero esto sólo en una pequeña proporción (Tangwiwat & Milne, 2005).

La curva TGA y DSC nos permite determinar con gran precisión la temperatura a la cual se forma el Titanato de Bario, que es de alrededor de 650 °C en adelante, y la transición a otra fase como la del pico endotérmico en 820 °C que se pueden observar en la Figura 30. Los picos endotérmicos son cuando se dan los máximos flujos calor hacia el exterior que también pueden deberse a descomposición de material y los picos exotérmicos se dan en los máximo flujos de calor hacia el material, es decir: el material absorbe energía calorífica. Pueden deberse también a la formación de fases del material. En la curva DSC, de 690 °C a 990 °C,

tiene una pendiente constante (a excepción del pequeño pico endotérmico en 820 °C), que representa la quema de las impurezas todavía presentes.

En la Figura 30 se presentan las curvas TGA y DSC, azul y rojo respectivamente. Se puede apreciar tres principales características de la curva DSC: la primera son los picos exotérmicos alrededor de los 600 °C que representa el flujo de calor hacia el exterior del material y coincide con la rápida pérdida de peso en la curva TGA, específicamente en 580 °C y 613 °C es la quema de carbono residual por oxidación con CO y formación de los cristales (Lee et al., 1999; Sadeghzadeh et al., 2016); la segunda es el pico endotérmico alrededor de 650 °C que se debe a la evaporación de material carbonatado residual y la tercera es el pequeño pico endotérmico alrededor de 820 °C que puede deberse a la formación de una nueva fase del Titanato de Bario. Otros detalles se observan en el primer pico exotérmico alrededor de 75 °C que corresponde a la vaporización de agua y alcoholes atrapados (Lemoine et al., 1994).

## **5.2 Difracción de Rayos-X**

El análisis por difracción de Rayos X confirma la obtención del Titanato de Bario por la ruta seguida a una temperatura de calcinación de 700 °C por 2 horas con sus patrones característicos bien definidos que se pueden identificar con los índices de Miller en: (1 0 0), (1 1 0), (1 1 1), (2 0 0), (2 1 0), (2 1 1) y (2 2 0) que se muestra en la Figura 32, y coinciden con los reportes de otros autores (Kumari & Dasgupta, 2017; M. Singh et al., 2017; Vijatović et al., 2011) y con la referencia comparada COD ID: 1507757 (Datos cristalográficos de

acceso abierto en línea: <http://www.nanocrystallography.org/>) para la estructura cúbica. La síntesis del Titanato de Bario sin dopaje tiene una estructura cúbica con parámetro de red  $a = 4,0140 \text{ \AA}$  y grupo espacial:  $Pm\bar{3}m$ , calculado mediante refinamiento Rietveld con el software de acceso libre: Maud. Normalmente la presencia de la fase tetragonal del Titanato de Bario se deduce del patrón de difracción que contiene dos reflexiones alrededor de  $45^\circ$ , en la fase cúbica sólo se presenta una reflexión bien notoria, por lo que los resultados confirman la fase cúbica del material (S. Zhang et al., 2008). También se puede observar, alrededor de  $2\theta=24^\circ$ , una pequeña difracción que correspondería al carbonato de bario ( $\text{BaCO}_3$ ) que no se terminó de descomponer en el tratamiento térmico y con un tratamiento más prolongado se podrían eliminar estos residuos que no intervinieron en la formación del Titanato de Bario y poder obtener un material con índices de purezas más altas. También se suele usar una solución de ácido para la eliminación de las fases de carbonato de bario (Michael Z.C. Hu et al., 2000).

En la Figura 31 se muestra el difractograma obtenido de la muestra del Titanato de Bario sin dopaje que representa la curva gris, mientras que las líneas verticales rojas representan los datos teóricos del patrón de difracción de la referencia COD ID: 1507757 con la que se compara. Los corrimientos de los picos comparados con la referencia se pueden dar por impurezas, factores estructurales y hasta pueden ser provocados por defectos del equipo de medición (Chicango Arcos, 2019). Otra observación que se puede hacer de la Figura 31 es la altura de los picos de la muestra del Titanato de Bario sin dopaje con el patrón teórico con el

que se compara, es que en algunos casos uno sobrepasa en tamaño al otro y esto se debe a que en ese plano de crecimiento los cristales son más grandes o pequeños según sea el caso.

Al patrón de difracción de la Figura 33 se le hizo el refinamiento Rietveld comparándolo con el patrón teórico, COD ID: 1507757, que se puede apreciar en la Figura 31. El patrón discontinuo representado por puntos negros representa el valor experimental de las intensidades mientras que la línea roja continua representa el valor teórico (base de datos cristalográficos de acceso abierto). La línea continua negra de la parte inferior representa la diferencia entre las intensidades experimentales y las teóricas, como se puede apreciar siempre hay un rango de diferencia pequeña entre las dos, pero que se aproxima bastante al valor teórico referido. Normalmente, la presencia de la fase tetragonal del Titanato de Bario se deduce del patrón de difracción que contiene dos reflexiones alrededor de  $45^\circ$ , en la fase cúbica sólo se presenta una reflexión (S. Zhang et al., 2008).

Los picos adicionales que aparecen en el difractograma del Titanato de Bario dopado a diferentes porcentajes (Figura 33) representan, principalmente, al carbonato de bario ( $\text{BaCO}_3$ ) (Surmenev et al., 2021) que no se pudo quemar en el tratamiento térmico y quedaron como impurezas dentro del material (Claudia Fernández et al., 2010; Panomsuwan, 2019). Estas impurezas que aparecen cuando se dopa el Titanato de Bario con Cromo se pueden retirar fácilmente con un tratamiento ácido (Zhao et al., 2014) o con un prolongado tratamiento térmico.

El dopamiento con Cromo favorece la formación de la fase tetragonal de la estructura con el grupo espacial  $P4mm$ , como se confirma en el difractograma de la Figura 35 y reportada

en la literatura (Böttcher et al., 2005; Srilakshmi et al., 2016), aunque también hay reportes en la que se observa una distorsión de la fase tetragonal a la cúbica (Jyoti & Ravinder K., 2013). El pico adicional que parece aumentar alrededor de 45 se debe a la aparición de la fase tetragonal (Niesz et al., 2011; Panomsuwan, 2019), esta separación en (2 0 0) y (0 0 2) es característico de la fase tetragonal (D. Lu et al., 2012) y la presencia de Cromo en la estructura (Pu et al., 2014). La distorsión se puede deber a que el estado iónico del +3 del Cromo y el estado iónico +4 del Titanio que crean defectos de oxígeno que introducen cambios en la simetría de la estructura (Jyoti & Ravinder K., 2013).

En la Figura 36 se puede apreciar de mejor manera la aparición de un pico alrededor de  $2\theta=45,25^\circ$  que vendría a ser el plano (0 0 2) indicativo de la formación tetragonal del material (C. Fernández et al., 2010) cuando se introduce el Cromo como sustituto del Titanio en la red. El pico disminuye para 0,5% de dopaje y vuelve a incrementarse a medida que aumenta hasta 5% de dopaje.

En la Tabla 1, Tabla 2, Tabla 3, Tabla 4, Tabla 5 y Tabla 6 se muestran los tamaños promedios del cristal de Titanato de Bario calculados mediante la fórmula de Debye-Scherrer (ecuación 2.5) para los primeros siete picos de cada una de las muestras. Los datos calculados en las tablas del 1 al 6, mediante la formula presentan los siguientes resultados que fueron tomados del pico más característico del patrón de difracción con índices de Miller (110): para el Titanato de Bario puro se presenta un tamaño promedio de 38,73 nm; con dopaje de 0,3% de Cr, 41,24 nm; con dopaje de 0,5% de Cr, 40,92 nm; con dopaje de 1% de Cr, 41,85 nm; con dopaje de 3% de Cr, 43,79 nm; y con dopaje de 5% de Cr, 39,47 nm. Se debe tener en cuenta

que el tamaño del cristalito calculado mediante la fórmula de Debye-Scherrer no corresponde necesariamente con el tamaño de las partículas, ya que las partículas pueden ser policristalinas y contener múltiples dominios de cristales unidos. Cuando el tamaño calculado coincide, usando otros métodos adicionales como el SEM (Microscopía Electrónica de Barrido) o TEM (Microscopía Electrónica de Transmisión), se puede decir que son monocristales. (Holder & Schaak, 2019). De los tamaños promedios de los cristales para la muestra sin dopaje como para las muestras dopadas se puede apreciar una afectación en el tamaño hacia arriba, es decir que: con el dopaje aumentan los tamaños de los cristalitos y esto puede ser debido a la distorsión que genera el dopaje en la estructura como ya se comentó anteriormente. Por otro lado, también se observa que no existe una relación lineal del tamaño del cristal con el dopaje, o dicho de otra manera, a medida que aumentamos la concentración del dopaje no aumenta el tamaño del cristal: con un 0,3 % de dopaje aumenta 2,51 nm respecto a la muestra sin dopar; luego, con un 0,5 % una ligera caída de 0,32 nm respecto al anterior; para 1 % un aumento de 0,93 nm respecto al anterior; con 3 % un aumento en el tamaño de 1,94 nm respecto al anterior y , por último, para la muestra con 5 % de dopaje una reducción significativa de 4,32 nm respecto al anterior, pero que es ligeramente superior (0,74 nm) a la muestra sin dopaje. Un factor que sí se puede decir que afecta el tamaño del cristal es el método, que como ya se mencionó en el capítulo anterior, porque el proceso de síntesis sí afecta esta propiedad junto con el tamaño de los granos (Yoon et al., 2007).

### 5.3 FTIR (Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier).

En la Figura 37 se muestra el espectro infrarrojo del Titanato de Bario sin dopaje sintetizado por la vía Sol-precipitación a una temperatura de calcinación de 700 °C, en ella se puede observar los picos característicos del material, así como las impurezas presentes en la muestra que no terminaron de reaccionar.

La banda alrededor de 570 a 400 se reportaron como al vibraciones de Ti-O y Ti-O<sub>2</sub> (Kumari & Dasgupta, 2017; Samantaray et al., 2002) y de 628 presencia de TiO<sub>6</sub> (Harizanov et al., 2004). El la banda alrededor de 495 muestra la vibración típica del enlace Ti-O y característico del cristal cúbico del BaTiO<sub>3</sub> (Last, 1956), el pico característico alrededor de 1420 de la banda característica del cristal de Titanato de Bario como se reporta en la literatura (Kappadan et al., 2016; Ni et al., 2014; Pant et al., 2006). 560 y 450 son vibraciones características de Ti-O y BaTiO<sub>3</sub>, por 1444 representan algunas impurezas de carbonato (Pant et al., 2006; Sreedhar et al., 2016), aunque algunos autores reportan que son también característicos de las vibraciones del Titanato de Bario (Nithya & Devi, 2019; Selmi et al., 2019; Slimani et al., 2020). El pico alrededor de 495 también es indicativo de presencia de BaTiO<sub>3</sub> (Chien et al., 1999). La región en 858 también corresponde a los enlaces entre Ba-Ti-O (Asimakopoulos et al., 2014). El pico en 1380 corresponde a las impurezas de carbonatos (Blanco et al., 1999).

En la Figura 38 se muestra el espectro infrarrojo del Titanato de Bario puro y dopado con diferentes concentraciones de Cromo que fueron sintetizados por la misma vía y a un mismo tratamiento térmico de 700 °C por dos horas, en dicha figura se puede apreciar las principales

diferencias en cuanto al dopamiento con Cromo. También se debe resaltar el hecho de que la muestra dopada con un 5% de Cromo fue “lavada” con ácido acético a fin de eliminar las impurezas, principalmente de carbonato de bario que no terminaron de reaccionar, a fin de tener una mejor pureza lo que se ve reflejado en la disminución en el pico alrededor de 1418 y un pequeño pico en 1560 que corresponde a los residuos del ácido acético que no fueron removidos en el proceso de lavado con agua ultrapura y posterior secado a 60 °C.

La primera diferencia que se puede apreciar en la Figura 38 es la presencia de un pico alrededor de 1560 que corresponde a la presencia de ácido acético (Kumari & Dasgupta, 2017) en la muestra de 5% de dopaje con Cromo que fue “lavada”. Luego, el pico disminuye alrededor de 1418 indicativo del aumento de impurezas por los carbonatos (Park & Park, 2008) presentes en el dopaje y que se correlacionan las impurezas en los difractogramas de dopaje con Cromo y también la disminución en el dopaje de 5% que fue tratada con ácido acético, indicativo que sí se eliminan impurezas al hacer este tratamiento en una solución ácida. También hay un incremento en el pico de 858 debido a la presencia de precursores de enlaces Ba-O y un aumento en 695 en los dopajes por la presencia del precursor TiO<sub>2</sub> (Tangwiwat & Milne, 2005). El pico en 858 también representa las vibraciones de los enlaces de Ba-Ti-O (Baiju et al., 2021).

#### **5.4 UV-Visible**

La Figura 39 muestra los resultados de transmitancia del Titanato de Bario sin dopaje sintetizado vía Sol-precipitación con un tratamiento térmico de 700°C por 2 horas. La curva

característica refleja desde un rango del infrarrojo (900 nm) hasta un rango del ultravioleta (200 nm). En el rango visible (900 nm hasta aproximadamente 400 nm) el material es reflejante de más del 95%, lo que se puede comprobar por la opacidad del mismo y que presenta un color blanco, indicativo de que refleja el espectro electromagnético en el rango visible y cae muy rápidamente cerca del límite ultravioleta-visible. Desde aproximadamente 400 nm hasta 200 nm (región ultravioleta) hay una buena parte del espectro que es absorbida por el material que llega a más del 75% en el pico de 350 nm hasta caer a un 60% en 200 nm. La banda prohibida calculada para el Titanato de Bario sin dopaje calculada por el método de Kubelka-Munk fue de 3,22 eV como se reportan experimentalmente en la literatura (Zhao et al., 2014).

En la Figura 40 se muestra la reflectancia óptica del Titanato de Bario puro y dopado con a 0,3%, 0,5%, 1%, 3% y 5% de Cromo. Para 0,3% de dopaje, la reflectancia empieza cerca de 98% en 900 nm para luego ir disminuyendo casi constantemente, salvo pequeñas variaciones, hasta cerca de 480 nm donde hay un aumento de la pendiente hasta alrededor de 390 nm donde hay un nuevo aumento de pendiente hasta cerca de los 370 nm. El espectro de reflectancia también se ve notablemente disminuida que se puede fácilmente comparar entre la curva oscura (0% de dopaje) y la curva roja (0,3% de dopaje). Sucede similarmente para las siguientes curvas; para 0,5%, 1%, 3% y 5% de dopaje con Cromo que inicia en 96%, 92% 90% y 88% de reflectancia en 900 nm para continuar con una caída, casi constante, hasta los 375 nm y a simple vista se ve una significativa caída en el área entre la curva negra y la curva mostaza. Esta importante disminución en la reflectancia observada al dopar con diferentes

porcentajes de Cromo puede ser una propiedad para ser aprovechada en colectores o el desarrollo de celdas solares en base a estos nanomateriales ya que presentan menores porcentajes de reflectancia en el rango visible y son absorbentes en el ultravioleta.

De la misma manera, la Figura 41 muestra las curvas obtenidas mediante el método Kubelka-Munk para aproximar la banda prohibida para el Titanato de Bario puro y dopado con Cromo que se encuentra interpolando la primera parte lineal de la curva y haciéndola coincidir con el eje de las abscisas y la intersección vendría a ser la banda prohibida buscada. Como ya se mencionó anteriormente, la banda prohibida encontrada para el Titanato de Bario puro es de 3,22 eV, luego con dopaje de 0,3% de Cromo se calcula 3,18 eV (una disminución de 0,04 eV), con dopaje de 0,5% se calcula 3,17 eV (una caída de 0,05 eV respecto sin dopaje), para 1% se calcula 3,12 eV (una caída de 0,1 eV respecto sin dopaje), para 3% de dopaje se estima en 3,11 eV (una caída de 0,11 eV) y con dopaje de 5% de Cromo se estimó 3,06 eV de banda prohibida (una caída de 0,16 eV respecto sin dopaje).

La caracterización por UV-Visible es importante en este material porque nos muestra un factor importante que es la interacción del espectro electromagnético con el material y se puede deducir, además, la banda prohibida que es una característica importante que califica al material como un semiconductor. Otro detalle importante a resaltar es en cuanto se llega al 5% de dopaje con Cromo no hay una diferencia significativa respecto con el dopaje de 3%, como se puede apreciar en la Figura 40, en la que las dos curvas son muy próximas y en ocasiones se superponen, lo que nos indicaría que hasta este valor, en cuanto al porcentaje de dopaje, se estaría llegando a una máxima eficiencia en su disminución de reflectancia óptica

que nos estaría indicando que si queremos aumentar el porcentaje de dopaje nos encontraríamos con muy pocos cambios en este aspecto, pero sí se encuentra una pequeña diferencia en la banda prohibida de estas dos últimas curvas de 0,05 eV.

### **5.5 Área superficial**

Los resultados del área superficial caracterizados con el equipo BET para el Titanato de Bario puro y dopado con Cromo a diferentes concentraciones se encuentran en la Tabla 7. El área superficial aumenta con la introducción del dopante incrementando de un 2,54 m<sup>2</sup>/g, sin dopaje, hasta un 4,51 m<sup>2</sup>/g, con 0,5% de dopaje y que luego vuelve a disminuir hasta 2,49 m<sup>2</sup>/g, para el dopaje de 3% y por debajo de la muestra sin dopaje. Finalmente, para un dopaje de 5%, se obtiene un área superficial de 2,94 m<sup>2</sup>/g que está por encima para la muestra sin dopaje, pero que está por debajo de la muestra dopada a 0,3%. La mejor área superficial fue para el Titanato de Bario dopado con Cromo a un 0,5% con 4,51 m<sup>2</sup>/g.

En la Tabla 8 se muestran las áreas superficiales obtenidos por distintos autores con métodos de síntesis distintos al que se utilizó en el presente trabajo. La mayor área superficial reportada en la Tabla 8 para el Titanato de Bario es de 125 m<sup>2</sup>/g usando el método Sol-Gel, la menor área reportada es de 1 m<sup>2</sup>/g vía reacción en estado sólido, el área obtenida en este trabajo sólo se encuentra un escalón más arriba que el valor mínimo. La Tabla 8 también refleja que un factor importante en la caracterización del Titanato de Bario es el método que se usa para la síntesis de la misma.

**Tabla 8**

*Área superficial de Titanato de Bario sin dopaje obtenido por distintos autores.*

<b>Material</b>	<b>Método de síntesis</b>	<b>Área superficial (m<sup>2</sup>/g)</b>	<b>Referencia</b>
BaTiO <sub>3</sub>	Sol-Gel	125	(Pfafft, 1992)
BaTiO <sub>3</sub>	Solvotermal	109,22	(B. Hou et al., 2006)
BaTiO <sub>3</sub>	Hidrotermal	52,8	(Huei-jyh Chen & Chen, 2003)
BaTiO <sub>3</sub>	Sol-precipitación	50,2	(R. Z. Hou et al., 2008)
BaTiO <sub>3</sub>	Reacción en estado sólido	~20	(Sundararajan & Prabu, 2013)
BaTiO <sub>3</sub>	Hidrotermal	19,43	(Qi et al., 2015)
BaTiO <sub>3</sub>	Reacción en estado sólido	17,2	(Brzozowski & Castro, 2000)
BaTiO <sub>3</sub>	Pechini	13,47	(Stojanovic & Vijatovic, 2010)
BaTiO <sub>3</sub>	Pechini	13,47	(Radojkovic et al., 2012)
BaTiO <sub>3</sub>	Comercial	6,16	(Hyun et al., 2021)
BaTiO <sub>3</sub>	Hidrotermal	4,28	(Costa et al., 2012)
BaTiO <sub>3</sub>	Reacción en estado sólido	4,14	(Kozawa et al., 2009)
BaTiO <sub>3</sub>	Sol-precipitación	2,54	En este trabajo
BaTiO <sub>3</sub>	Reacción en estado sólido	1	(Uchino et al., 1989)

En la Tabla 9 se muestran los resultados de área superficial comparándolo con la de otro autor, pero que usa otro método de síntesis, hidrotermal y vía oxalato respectivamente. La diferencia es evidente en comparación al área superficial obtenido en el presente trabajo. Para el dopaje con 0,5% y 5% de dopaje con Cromo, el autor referido, reporta una menor área de 20,5 m<sup>2</sup>/g y 6,17 m<sup>2</sup>/g por vía oxalato, mientras la mayor área superficial se da para el método hidrotermal con 84,6 m<sup>2</sup>/g y 69,6 m<sup>2</sup>/g para 0,5 y 5% de dopaje con Cromo respectivamente.

**Tabla 9**

*Comparación del área superficial de Titanato de Bario dopado con Cromo con otros autores.*

<b>Material</b>	<b>Método de síntesis</b>	<b>Área superficial (m<sup>2</sup>/g)</b>	<b>Referencia</b>
BaTiO <sub>3</sub> -0,5%Cr	Hidrotermal	84,6	(Srilakshmi et al., 2016)
BaTiO <sub>3</sub> -0,5%Cr	Vía oxalato convencional	20,5	(Srilakshmi et al., 2016)
BaTiO <sub>3</sub> -0,5%Cr	Sol-precipitación	4,51	En este trabajo
BaTiO <sub>3</sub> -5%Cr	Hidrotermal	69,6	(Srilakshmi et al., 2016)
BaTiO <sub>3</sub> -5%Cr	Vía oxalato convencional	6,17	(Srilakshmi et al., 2016)
BaTiO <sub>3</sub> -5%Cr	Sol-precipitación	2,94	En este trabajo

### **5.6 Análisis por TEM**

La Figura 42 muestra la micrografía del Titanato de Bario sin dopaje obtenida por Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM). Se puede distinguir los cristales aglomerados en la que no se aprecia una regularidad muy notable en su forma salvo las líneas bien definidas que indican un crecimiento sin distorsiones en la red del cristal. Observando la escala de la figura y haciendo una comparación con los tamaños de los cristales podemos apreciar que está dentro del rango calculado por la fórmula de Debye-Sherrier (38,73 nm) del pico representativo del difractograma y que se muestra en la Tabla 1.

La micrografía que se muestra en la Figura 43 para el Titanato de Bario dopado con 0,5 % de Cromo con formas irregulares. Estos granos muestran dimensiones por debajo de los 100

nm, confirmando así la escala nanométrica de la muestra sintetizada con dopaje. Las formas de estos granos no presentan bordes definidos como en la figura anterior, esto puede deberse a las distorsiones al introducir el Cromo en la red cristalina.

La Figura 44 muestra la micrografía obtenida por TEM para el Titanato de Bario dopado con 1 % de Cromo en la que se aprecia la forma granular de los cristales aglomerados, aunque se pueden apreciar algunos bordes definidos, en su mayoría presentan formas irregulares debido también a las distorsiones en la estructura debido al dopaje. Otra observación de la escala de la figura es que el tamaño del cristal se aproxima bastante con la calculada por la fórmula de Debye-Sherrier (41,85 nm) que se muestra en la Tabla 4.

La Figura 45 muestra la micrografía para la el Titanato de Bario con 3 % de dopaje con Cromo en la que se confirma el material a escala nanométrica. Los granos de la figura presentan formas de grano irregular que se aglomeran en unos casos.

En la Figura 46 se muestra la micrografía del Titanato de Bario con 5 % de dopaje con Cromo en la que, una vez más, se observa la forma irregular de los granos. Estas irregularidades observadas en las micrografías de las muestras con dopaje se deben principalmente al hecho de que la sustitución por Cromo en la red genera una distorsión en la red del cristal.

Las micrografías confirman que estamos hablando de nanopartículas por encontrarse en la escala de 1 a 100 nm. Los tamaños promedios de los cristales calculados por la fórmula de Debye-Sherrier con los difractogramass obtenidos por Difracción de Rayos X se acercan bastante a los tamaños observados en las micrografías.

## CAPITULO VI

### CONCLUSIONES

El método Sol-precipitación con tratamiento térmico a 700 °C, permitió la obtención de nanopartículas de Titanato de Bario puro y dopado con Cromo, y con la caracterización correspondiente, se llegaron a las siguientes conclusiones:

- La estructura cristalina de los polvos de Titanato de Bario sin dopaje presenta una fase cúbica con parámetro de red de  $a = 4,0140 \text{ \AA}$  y que pertenece al grupo espacial:  $Pm\bar{3}m$  con un tamaño promedio para los cristales de 38,73 nm. Para las muestras con dopaje de 0,1%, 0,3%, 1%, 3% y 5 % presentan un favorecimiento hacia la estructura tetragonal debido a las distorsiones en la red con tamaños promedios de los cristales de 41,24 nm, 40,92 nm, 41,85 nm, 43,79 nm y 39,47 nm respectivamente. Así mismo la espectroscopía infrarroja confirma los enlaces Ti-O, Ba-Ti-O presentes de la estructura del Titanato de Bario puro y dopado con Cromo. También confirma las impurezas de Carbonato de Bario presentes aún en las muestras, tanto para el Titanato de Bario puro como para Titanato de Bario con dopaje a distintos porcentajes.
- La reflectancia óptica refleja la opacidad del material, porque refleja en el rango visible y absorbe una parte significativa del ultravioleta. Para la muestra sin dopaje se observa una reflectancia de casi el 100% en el espectro visible y va disminuyendo significativamente mientras se aumenta el dopaje hasta un 5 %. La banda prohibida del material calculado con la ecuación de Kubelka-Munk para la muestra sin dopaje

fue de 3,22 eV que corresponde a un material semiconductor; para la muestra con un dopaje de 0,3 % es de 3,18 eV; con 0,5 % es de 3,17 eV; con 1 % es de 3,12 eV; con 3 % es de 3,11 eV; con 5 % es de 3,06 eV, mostrando una ligera disminución a medida que aumentamos el porcentaje de dopaje con Cromo.

- El área superficial de la muestra sin dopaje fue de 2,54 m<sup>2</sup>/g; con 0,3 % de dopaje es de 4,41 m<sup>2</sup>/g; con 0,5 % es de 4,54 m<sup>2</sup>/g; con 1 % es de 3,38 m<sup>2</sup>/g; con 3 % es de 2,49 m<sup>2</sup>/g; con 5 % es de 2,94 m<sup>2</sup>/g. El valor máximo de 4,54 m<sup>2</sup>/g se presentó para la muestra con 0,5 % de dopaje con Cromo. La micrografía de las muestras obtenidas, indican formas regulares sin mucha distorsión de los cristales para el Titanato de Bario sin dopaje; mientras que con dopaje presentaron formas granulares más irregulares debido a la presencia del Cromo en la red cristalina que causan las distorsiones.

## CAPÍTULO VII

### SUGERENCIAS

- Debido a los rastros de impurezas en la síntesis del Titanato de Bario sin dopaje, se recomienda un tratamiento más prolongado en el tiempo o una elevación de la temperatura de calcinación a fin de obtener el material requerido con altos grados de pureza.
- En la síntesis del Titanato de Bario dopado con Cromo se observó una significativa cantidad de picos de impurezas, lo que sugiere la revisión en el proceso de disolución y mezcla de los precursores, así como en el tratamiento térmico a fin de obtener fases puras del material y también caracterizar las curvas TGA y DSC serían importantes para visualizar a qué temperatura empieza la cristalización del material.
- El método de síntesis es un factor importante en la obtención de nanomateriales, por lo que se sugiere sintetizar por otras técnicas a fin de comparar la influencia en las propiedades estructurales, ópticas y morfológicas a fin de tener una mayor amplitud de resultados que luego nos podrían servir en las aplicaciones de dicho material.
- La curva DSC revela un pico endotérmico cerca de 820 °C que sugiera la transición a otra fase, muy probable a la fase tetragonal, por lo que se sugiere elevar la temperatura por sobre esta para confirmar la aparición de dicha fase del Titanato de Bario.

- Se recomienda complementar análisis más detallado por Microscopía Electrónica (de Barrido, Transmisión u otras) para obtener los parámetros morfológicos con mejor precisión.

## REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

Abdellatif, A. A. H., Tawfeek, H. M., Abdelfattah, A., Batiha, G. E., & Hetta, H. F. (2021).

Recent updates in COVID-19 with emphasis on inhalation therapeutics :

Nanostructured and targeting systems. *Journal of Drug Delivery Science and Technology*, 63(November 2020), 102–435.

<https://doi.org/10.1016/j.jddst.2021.102435>

Aegerter, M. A., & Menning, M. (2004). *Sol-Gel Technologies for Glass Producers and Users* (M. A. Aegerter & M. Menning (eds.)). Springer Science and Business Media LLC. <https://doi.org/10.1007/978-0-387-88953-5>

Alexander, K. S., Riga, A. T., & Haines, P. J. (2005). Thermoanalytical instrumentation and applications. In J. Cazes (Ed.), *Analytical Instrumentation Handbook, Third Edition* (third, pp. 445–507). <https://doi.org/10.1201/9781315118024-15>

Amaechi, I. C., Kolhatkar, G., Youssef, A. H., Rawach, D., Sun, S., & Ruediger, A. (2019). B-site modified photoferroic Cr<sup>3+</sup>-doped barium titanate nanoparticles: microwave-assisted hydrothermal synthesis, photocatalytic and electrochemical properties. *Royal Society of Chemistry*, 9, 20806–20817. <https://doi.org/10.1039/c9ra03439k>

Amiri, S., & Rahimi, A. (2016). Hybrid nanocomposite coating by sol–gel method: a review. *Iranian Polymer Journal (English Edition)*, 25(6), 559–577. <https://doi.org/10.1007/s13726-016-0440-x>

- Argueta-Figueroa, L., Mesta-Pichardo, D., Torres-Gómez, N., Martínez-Alvarez, O., Paulino-González, Á. D., & Arenas-Arrocena, M. C. (2018). Acrílico termopolimerizable enriquecido con nanopartículas de cobre: evaluación antibacteriana y citotóxica. *Mundo Nano. Revista Interdisciplinaria En Nanociencia y Nanotecnología*, 11(21), 45.  
<https://doi.org/10.22201/ceiich.24485691e.2018.21.62549>
- Asimakopoulos, I. A., Psarras, G. C., & Zoumpoulakis, L. (2014). *Barium titanate / polyester resin nanocomposites : Development , structure-properties relationship and energy storage capability*. 8(9), 692–707.  
<https://doi.org/10.3144/expresspolymlett.2014.72>
- Avrahami, Y. (2003). BaTiO<sub>3</sub> based materials for Piezoelectric and Electro-Optic Applications [Massachusetts Institute of Technology]. In *Ceramics* (Issue January).  
<https://dspace.mit.edu/handle/1721.1/16702>
- Avrahami, Y., & Tuller, L. H. (2003). *United States Patent: Rhombohedral Phase Barium Titanate As A Piezoelectric Transducer* (Patent No. US 6,526,833 B1).  
<https://www.freepatentsonline.com/6526833.html>
- Baeten, F., Derks, B., Coppens, W., & van Kleef, E. (2006). Barium titanate characterization by differential scanning calorimetry. *Journal of the European Ceramic Society*, 26(4–5), 589–592.  
<https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2005.06.029>

- Baiju, K. G., Murali, B., & Kumaresan, D. (2021). Ferroelectric barium titanate microspheres with superior light-scattering ability for the performance enhancements of flexible polymer dye sensitized solar cells and photodetectors. *Solar Energy*, 224(May), 93–101. <https://doi.org/10.1016/j.solener.2021.05.063>
- Balachandran, R., Ong, B. H., Wong, H. Y., Tan, K. B., & Muhamad Rasat, M. (2012). Dielectric characteristics of barium strontium titanate based metal insulator metal capacitor for dynamic random access memory cell. *International Journal of Electrochemical Science*, 7(12), 11895–11903. <https://www.semanticscholar.org/paper/Dielectric-Characteristics-of-Barium-Strontium-for-Balachandran-Ong/94b30e9a8e7be048acf25d2cc1919f6d44b3b4a5>
- Bardestani, R., Patience, G. S., & Kaliaguine, S. (2019). Experimental methods in chemical engineering: specific surface area and pore size distribution measurements—BET, BJH, and DFT. *Canadian Journal of Chemical Engineering*, 97(11), 2781–2791. <https://doi.org/10.1002/cjce.23632>
- Beak, K., Choi, M., Kim, D. H., Yu, Y., Theerthagiri, J., Al-Mohaimed, A. M., Kim, Y., Jung, H. J., & Choi, M. Y. (2022). Silane-treated BaTiO<sub>3</sub> ceramic powders for multilayer ceramic capacitor with enhanced dielectric properties. *Chemosphere*, 286(P2), 131734. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2021.131734>
- Blanco, C., Fournalis, G., Rand, B., & Riley, F. L. (1999). Characterization of Barium Titanate Powders : Barium Carbonate Identification. *Journal of the American Ceramic Society*, 86(7), 1777–1786. <https://doi.org/https://doi.org/10.1111/j.1151->

2916.1999.tb01999.x

- Böttcher, R., Erdem, E., Langhammer, H. T., Müller, T., & Abicht, H.-P. (2005). *Incorporation of chromium into hexagonal barium titanate : an electron paramagnetic resonance study*. *17*, 2763–2774. <https://doi.org/10.1088/0953-8984/17/17/026>
- Bragg, W. H., & Bragg, W. L. (1913a). The reflection of X-rays by crystals. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical and Physical Character*, *88*(605), 428–438. <https://doi.org/10.1098/rspa.1913.0040>
- Bragg, W. H., & Bragg, W. L. (1913b). The structure of the diamond. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical and Physical Character*, *89*(610), 277–291. <https://doi.org/10.1098/rspa.1913.0084>
- Brown, C. W. (2005). Analytical Instrumentation Handbook. In J. Cazes (Ed.), *Ewing's Analytical Instrumentation Handbook, Fourth Edition* (Third). <https://doi.org/10.1201/9781315118024>
- Brunauer, S., H., E. P., & Teller, E. (1938). Adsorption of Gases in Multimolecular Layers. *Journal of the American Chemical Society*, *407*(1), 309–319. <https://doi.org/10.1021/ja01269a023>
- Brzozowski, E., & Castro, M. S. (2000). Synthesis of barium titanate improved by modifications in the kinetics of the solid state reaction. *Journal of the European Ceramic Society*, *20*, 2347–2351. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0955-2219\(00\)00148-5](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0955-2219(00)00148-5)

- Buscaglia, M. T., Buscaglia, V., Viviani, M., Nanni, P., & Hanuskova, M. (2007). Influence of foreign ions on the crystal structure of BaTiO<sub>3</sub>. *Journal of the European Ceramic Society*, 20(2000), 1997–2007. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0955-2219\(00\)00076-5](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0955-2219(00)00076-5)
- Buscaglia, Maria Teresa, Buscaglia, V., Viviani, M., & Nanni, P. (2001). Atomistic Simulation of Dopant Incorporation in Barium Titanate. *Journal of the American Ceramic Society*, 84(2), 376–384. <https://doi.org/https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.2001.tb00665.x>
- Camacho, Á., & Zapata, M. (2017). ¿Qué Es Un Nanomaterial? What Is a Nanomaterial? *Revista de Fisica*, 53(E), 57–66. <https://doaj.org/article/4e2c2df963564e28a53fc03688205370>
- Cañazaca, C. M., & Ccama, W. E. Y. (2017). *Biosíntesis de nanopartículas de hierro cero valente 8NZVI) usando hojas de eucalipto (Eucalyptus SP.) para la remoción de cromo hexavalente* [Universidad Nacional de San Agustín de Arequipa]. <http://repositorio.unsa.edu.pe/handle/UNSA/6083>
- Caramillo Abad, E., Blome Fernández, R., Castellanos Andrade, P. I., & Campos Delgado, Y. (2019). Mitos y realidades de la nanotecnología en México. *Mundo Nano*, 12(22), 73–88. <https://doi.org/http://dx.doi.org/10.22201/ceiich.24485691e.2019.22.65023>
- Cartelle Gestal, M., & Zurita, J. (2015). La nanotecnología en la producción y conservación de los alimentos. *Revista Cubana de Alimentación y Nutrición*, 25(1), 184–207.

<https://revalnutricion.sld.cu/index.php/rcan/article/view/93>

Chen, Hong, Wu, Y., Ma, H., Shi, J., Pan, X., Lei, B., & Sun, Z. (2020). Dye-sensitized titanium dioxide nanotube array solar cells with superior performance induced by ferroelectric barium titanate. *Thin Solid Films*, 709(February), 138205.

<https://doi.org/10.1016/j.tsf.2020.138205>

Chen, Huei-jyh, & Chen, Y. (2003). *Hydrothermal Synthesis of Barium Titanate*. 300 mL, 473–483. <https://doi.org/10.1021/ie010796q>

Cheng, J. J., & Wu, J. M. (1997). Effect of Mn on the electrical properties of (Ba, Bi, Nb)-added TiO<sub>2</sub> ceramics prepared by the sol-precipitation method. *Materials Chemistry and Physics*, 48(2), 129–135. [https://doi.org/10.1016/S0254-0584\(97\)80106-X](https://doi.org/10.1016/S0254-0584(97)80106-X)

Cheung, M. C., Chan, H. L. W., & Choy, C. L. (2001). Study on barium titanate ceramics prepared by various methods. *Journal of Materials Science*, 36(2), 381–387.

<https://doi.org/10.1023/A:1004820411064>

Chicango Arcos, N. G. (2019). *síntesis y caracterización de sistemas nanoestructurados de titanato de bario e hidroxiapatita* [Escuela Politécnica Nacional].

<http://bibdigital.epn.edu.ec/handle/15000/20394>

Chien, A. T., Xu, X., Kim, J. H., Sachleben, J., Speck, J. S., & Lange, F. F. (1999).

Electrical characterization of BaTiO<sub>3</sub> heteroepitaxial thin films by hydrothermal synthesis. *Journal of Materials Research*, 14(8), 3330–3339.

<https://doi.org/https://doi.org/10.1557/JMR.1999.0451>

- Coates, J. (2000). Interpretation of Infrared Spectra, A Practical Approach. In *Southern Medical Journal* (Vol. 77, Issue 2, pp. 1–23). <https://doi.org/10.1097/00007611-198402000-00017>
- Coppo, J. A. (2009). Nanotecnología, medicina veterinaria y producción agropecuaria. *Revista Veterinaria*, 20(1), 61–71. <https://doi.org/10.30972/vet.2011886>
- Costa, G. C. C., Maram, P. S., & Navrotsky, A. (2012). *Thermodynamics of Nanoscale Lead Titanate and Barium Titanate Perovskites*. 9, 1–9. <https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2012.05373.x>
- Daniel, M., & Luciano, C. (2018). Obtención de nanomateriales magnéticos de bajo costo para tratamiento fotoquímico de aguas. *Investigación Joven. Universidad Nacional de La Plata*, 10(especial), 1–7. <https://revistas.unlp.edu.ar/InvJov/article/view/6758>
- de Jong, K. P. (2009). *Synthesis of Solid Catalysts*. <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/book/10.1002/9783527626854>
- Ehtesabi, H. (2020). Application of carbon nanomaterials in human virus detection. *Journal of Science: Advanced Materials and Devices*, 5(4), 436–450. <https://doi.org/10.1016/j.jsamd.2020.09.005>
- Elizondo, M. C., & Gallo, A. C. (2011). Uso De Nanomateriales En Polímeros Para La Obtención De Bioempaques En Aplicaciones Alimentarias. *Revista de La Sociedad Química Del Perú*, 77(4), 292–306. [http://www.scielo.org.pe/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S1810-](http://www.scielo.org.pe/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1810-)

634X2011000400007

Ertuğ, B. (2013). The Overview of The Electrical Properties of Barium Titanate. *American Journal of Engineering Reseach (AJER)*, 2(08), 1–7.

<https://docslib.org/doc/10562866/the-overview-of-the-electrical-properties-of-barium-titanate>

Ezhilvalavan, S., & Tseng, T. Y. (2000). Progress in the developments of (Ba,Sr)TiO<sub>3</sub> (BST) thin films for Gigabit era DRAMs. *Materials Chemistry and Physics*, 65(3), 227–248. [https://doi.org/10.1016/S0254-0584\(00\)00253-4](https://doi.org/10.1016/S0254-0584(00)00253-4)

Fagerlund, G. (1973). Determination of specific surface by the BET method. *Matéria UX Et Constructions*, 6(33), 239–245. <https://doi.org/https://doi.org/10.1007/BF02479039>

Fan, M., Dai, D., & Huang, B. (2012). Fourier Transform Infrared Spectroscopy for Natural Fibres. In *Fourier Transform - Materials Analysis* (pp. 45–68). <https://doi.org/10.5772/35482>

Fang, T. -T, Lin, H. -B, & Hwang, J. -B. (1990). Thermal Analysis of Precursors of Barium Titanate Prepared by Coprecipitation. *Journal of the American Ceramic Society*, 73(11), 3363–3367. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1990.tb06462.x>

Fernández, C., Rivera, E., & Rodríguez-Páez, J. E. (2010). Caracterización eléctrica y microestructural de cerámicas densificadas de BaTiO<sub>3</sub> obtenido por pechini. *Boletín de La Sociedad Espanola de Ceramica y Vidrio*, 49(6), 399–404.

Fernández, Claudia, Rivera, E., & Rodríguez, J. (2010). BaTiO<sub>3</sub> cubic synthesis by

chemical ways. *Revista de La Facultad de Ingeniería de La Universidad de Antioquia*, 1(56), 9–19. [http://www.scielo.org.co/scielo.php?pid=S0120-62302010000600001&script=sci\\_abstract](http://www.scielo.org.co/scielo.php?pid=S0120-62302010000600001&script=sci_abstract)

Fernández Perdomo, C., Rivera Figueroa, E., & Rodríguez Paez, J. (2008). BaTiO<sub>3</sub> obtenido por el método de coprecipitación. *DYNA (Colombia)*, 75(156), 223–230. [http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S0012-73532008000300022](http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0012-73532008000300022)

Feynman, R. P. (1959). There's Plenty of Room at the Bottom. *Caltech's Engineering and Science*, 1–11. <http://www.zyvex.com/nanotech/feynman.html>

Flaschen, S. S. (1955). *An Aqueous Synthesis of Barium Titanate*. 77, 6194. <https://doi.org/https://doi.org/10.1021/ja01628a030>

Flores, J., Albarrán, I., Romero, T., Cano, U., Loyola, F., López, M. de J., de la Cruz, S., Félix, R., & Beltrán, M. (2016). *Desarrollo de nuevos nanomateriales para su aplicación en la tecnología de celdas de combustibles tipo PEM*. 2, 108–113. [https://backend.aprende.sep.gob.mx/media/uploads/proedit/resources/boletin\\_iie\\_7abc9946.pdf](https://backend.aprende.sep.gob.mx/media/uploads/proedit/resources/boletin_iie_7abc9946.pdf)

Frei, R. W., & MacNeil, J. D. (2019). Diffuse Reflectance Spectroscopy in Environmental Problem-Solving. In *Diffuse Reflectance Spectroscopy in Environmental Problem-Solving*. <https://doi.org/10.1201/9781351071413>

Fytianos, G., & Rahdar, A. (2020). Nanomaterials in Cosmetics : Recent Updates.

- Nanomaterials*, 10(979), 1–16. <https://doi.org/doi:10.3390/nano10050979>
- Gaffney, J. S., Marley, N. A., & Jones, D. E. (2012). Fourier Transform Infrared Spectra. *Fourier Transform Infrared Spectra*, 32. <https://doi.org/10.1016/c2009-0-22072-1>
- Gago, J. (2010). *Nanociencia y Nanotecnología. Entre la ciencia ficción del presente y la tecnología del futuro*. <http://www.fecyt.es>
- Ghaemi, F., Amiri, A., Yazid, M., Yuliana, N., & Ferrara, M. (2021). Role of different types of nanomaterials against diagnosis , prevention and therapy of COVID-19. *Sustainable Cities and Society*, 72(December 2020), 103046. <https://doi.org/10.1016/j.scs.2021.103046>
- Gibson, N., Kuchenbecker, P., Rasmussen, K., & Hodoroaba, V. (2020). Volume-specific surface area by gas adsorption analysis with the BET method. In *Characterization of Nanoparticles*. Elsevier Inc. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-814182-3.00017-1>
- Godbole, P. D., Deshpande, S. B., Potdar, H. S., & Date, S. K. (1991). Sol-gel synthesis of barium titanate using barium carbonate with glacial acetic acid and butyl titanate monomer. *Materials Letters*, 12(1–2), 97–101. [https://doi.org/10.1016/0167-577X\(91\)90065-E](https://doi.org/10.1016/0167-577X(91)90065-E)
- Goldschmidt, V. V. M. (1926). Die Gesetze der Krystallochemie. *Peritoneal Dialysis International*, 15(1), 477–485. <https://doi.org/10.1177/089686089501500104>
- Green, M. A., Ho-Baillie, A., & Snaith, H. J. (2014). The emergence of perovskite solar cells. *Nature Photonics*, 8(7), 506–514. <https://doi.org/10.1038/nphoton.2014.134>

- Gregg, S. J., & Sing, K. S. W. (1982). Adsorption, Surface Area and Porosity. In *Zeitschrift für Physikalische Chemie* (Vol. 63, Issue 1\_4, p. 313).  
[https://doi.org/10.1524/zpch.1969.63.1\\_4.220](https://doi.org/10.1524/zpch.1969.63.1_4.220)
- Guangneng, F., Lixia, H., & Xueguang, H. (2005). Synthesis of single-crystal BaTiO<sub>3</sub> nanoparticles via a one-step sol-precipitation route. *Journal of Crystal Growth*, 279(3–4), 489–493. <https://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2005.02.054>
- Guo, W., Datye, A. K., & Ward, T. L. (2004). Synthesis of barium titanate powders by aerosol pyrolysis of a Pechini-type precursor solution. *Journal of Materials Chemistry*, 15(4), 470–477. <https://doi.org/10.1039/b413140a>
- Hao, Y., Wang, X., & Li, L. (2014). Highly dispersed SrTiO<sub>3</sub> nanocubes from a rapid sol-precipitation method. *Nanoscale*, 6(14), 7940–7946.  
<https://doi.org/10.1039/c4nr00171k>
- Harizanov, O., Harizanova, A., & Ivanova, T. (2004). *Formation and characterization of sol – gel barium titanate*. 106, 191–195. <https://doi.org/10.1016/j.mseb.2003.09.014>
- Hassan, M. H. A. (2005). Small Things and Big Changes in the Developing World. *Nanotechnology*, 309(July), 65–67. <http://science.sciencemag.org/>
- He, K., Chen, N., Wang, C., Wei, L., & Chen, J. (2018). Method for Determining Crystal Grain Size by X-Ray Diffraction. *Crystal Research and Technology*, 53(2), 1–6.  
<https://doi.org/10.1002/crat.201700157>
- Hennings, D., & Mayr, W. (1978). Thermal decomposition of (BaTi) citrates into barium

titanate. *Journal of Solid State Chemistry*, 26(4), 329–338.

[https://doi.org/10.1016/0022-4596\(78\)90167-6](https://doi.org/10.1016/0022-4596(78)90167-6)

Holder, C. F., & Schaak, R. E. (2019). Tutorial on Powder X-ray Diffraction for Characterizing Nanoscale Materials. *ACS Nano*, 13(7), 7359–7365.

<https://doi.org/10.1021/acsnano.9b05157>

Hou, B., Li, Z., Xu, Y., Wu, D., & Sun, Y. (2006). *Size-controllable barium titanate nanopowder synthesized via one-pot solvothermal route in a mixed solvent*. 127–133.

<https://doi.org/10.1007/s10832-006-4300-5>

Hou, R. Z., Ferreira, P., & Vilarinho, P. M. (2008). *A facile route for synthesis of mesoporous barium titanate crystallites*. 110, 392–396.

<https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2007.06.051>

Hu, M. Z.C., Miller, G. A., Payzant, E. A., & Rawn, C. J. (2000). Homogeneous (co)precipitation of inorganic salts for synthesis of monodispersed barium titanate particles. *Journal of Materials Science*, 35(12), 2927–2936.

<https://doi.org/10.1023/A:1004718508280>

Hu, Michael Z.C., Kurian, V., Payzant, E. A., Rawn, C. J., & Hunt, R. D. (2000). Wet-chemical synthesis of monodispersed barium titanate particles - Hydrothermal conversion of TiO<sub>2</sub> microspheres to nanocrystalline BaTiO<sub>3</sub>. *Powder Technology*, 110(1–2), 2–14. [https://doi.org/10.1016/S0032-5910\(99\)00262-4](https://doi.org/10.1016/S0032-5910(99)00262-4)

Hueter, T. F., & Dozois, E. (1951). The Frequency Response of Barium Titanate

Transducers. *Journal of the Acoustical Society of America*, 24(1), 85–86.

<https://doi.org/10.1121/1.1906857>

Hung, K. M., Yang, W. D., & Huang, C. C. (2003). Preparation of nanometer-sized barium titanate powders by a sol-precipitation process with surfactants. *Journal of the European Ceramic Society*, 23(11), 1901–1910. [https://doi.org/10.1016/S0955-2219\(02\)00431-4](https://doi.org/10.1016/S0955-2219(02)00431-4)

Hwu, J. M., Yu, W. H., Yang, W. C., Chen, Y. W., & Chou, Y. Y. (2005). Characterization of dielectric barium titanate powders prepared by homogeneous precipitation chemical reaction for embedded capacitor applications. *Materials Research Bulletin*, 40(10), 1662–1679. <https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2005.05.019>

Hyun, D., Jun, S., Theerthagiri, J., Choi, M., & Yong, M. (2021). Chemosphere In-situ thermal phase transition and structural investigation of ferroelectric tetragonal barium titanate nanopowders with pseudo-cubic phase. *Chemosphere*, 283(May), 131218. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2021.131218>

Ianculescu, A., Br, A., Cri, M., Budrugaec, P., Voicu, G., Cri, D., & Marinescu, V. E. (2007). Influence of Barium source on the characteristics of Sol-Precipitated BaTiO<sub>3</sub> powders and related ceramics. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 88(1), 251–260. <https://doi.org/https://doi.org/10.1007/s10973-006-8083-3>

Inkson, B. J. (2016). Scanning Electron Microscopy (SEM) and Transmission Electron Microscopy (TEM) for Materials Characterization. In *Materials Characterization*

*Using Nondestructive Evaluation (NDE) Methods*. Elsevier Ltd.

<https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100040-3.00002-X>

Jaff, B., Cook, W. R., & Jaffe, H. (1971). Barium Titanate. *Piezoelectric Ceramics*, 53–114. <https://doi.org/10.1016/b978-0-12-379550-2.50009-0>

Jaggi, N., & Vij, D. R. (2006). Chapter 9 Fourier Transform Infrared. In *Handbook of Applied Solid State Spectroscopy* (pp. 411–450).

<https://www.sciencedirect.com/topics/engineering/fourier-transform-infrared-spectroscopy>

Jandt, K. D., & Watts, D. C. (2020). Nanotechnology in dentistry : Present and future perspectives on dental nanomaterials. *Dental Materials*.

<https://doi.org/10.1016/j.dental.2020.08.006>

Jiang, B., Iocozzia, J., Zhao, L., Zhang, H., Harn, Y., Chen, Y., & Lin, Z. (2019). *Barium titanate at the nanoscale : controlled synthesis and dielectric and ferroelectric properties*. <https://doi.org/10.1039/c8cs00583d>

Jiménez-Barrios, N., & Chirino, Y. I. (2018). ¿Los nanomateriales pueden causar neurotoxicidad? *Mundo Nano. Revista Interdisciplinaria En Nanociencia y Nanotecnología*, 11(20), 17.

<https://doi.org/10.22201/ceiich.24485691e.2018.20.64118>

Jin, M. H., Shin, E., Jin, S., Jo, H., Ok, K. M., Hong, J., & Durrant, J. R. (2018).

*Solvothermal Synthesis of Ferroelectric BaTiO<sub>3</sub> Nanoparticles and Their Application*

to *Dye-sensitized Solar Cells*. 73(5). <https://doi.org/10.3938/jkps.73.627>

Jyoti, S., & Ravinder K., K. (2013). *Induced magnetism and magnetoelectric coupling in ferroelectric BaTiO<sub>3</sub> by Cr doping synthesized by a facile chemical route*. 8601–8608. <https://doi.org/10.1039/c3ta11845b>

Kappadan, S., Woldu, T., Thomas, S., & Kalarikkal, N. (2016). *Materials Science in Semiconductor Processing Tetragonal BaTiO<sub>3</sub> nanoparticles : An efficient photocatalyst for the degradation of organic pollutants*. 51, 42–47. <https://doi.org/10.1016/j.mssp.2016.04.019>

Kareiva, A., Tautkus, S., Rapalaviciute, R., Jørgensen, J. E., & Lundtoft, B. (1999). Sol-gel synthesis and characterization of barium titanate powders. *Journal of Materials Science*, 34(19), 4853–4857. <https://doi.org/10.1023/A:1004615912473>

Karvounis, A., Timpu, F., Vogler-Neuling, V. V., Savo, R., & Grange, R. (2020). Barium Titanate Nanostructures and Thin Films for Photonics. *Advanced Optical Materials*, 8(24), 1–23. <https://doi.org/10.1002/adom.202001249>

Kim, H. K., Kang, S. J., Choi, S. K., Min, Y. H., & Yoon, C. S. (1999). Highly efficient organic/inorganic hybrid nonlinear optic materials via sol-gel process: Synthesis, optical properties, and photobleaching for channel waveguides. *Chemistry of Materials*, 11(3), 779–788. <https://doi.org/10.1021/cm980652a>

Kittel, C. (2005). Introduction to solid state physics. In J. Wiley & S. Inc (Eds.), *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* (Eight Edit, Vol. 6, Issue 1).

[https://doi.org/10.1016/0022-5096\(57\)90051-0](https://doi.org/10.1016/0022-5096(57)90051-0)

Kordas, G. (1990). Sol-Gel Processing Of Ceramic Superconductors. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 121, 436–442. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/0022-3093\(90\)90172-1](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/0022-3093(90)90172-1)

Kozawa, T., Onda, A., & Yanagisawa, K. (2009). *Accelerated formation of barium titanate by solid-state reaction in water vapour atmosphere*. 29, 3259–3264.

<https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2009.05.031>

Kubelka, P., & Munk, F. (1931). An article on optics of paint layers. *Z. Tech. Phys.*, 12(1930), 593–601. <http://www.graphics.cornell.edu/~westin/pubs/kubelka.pdf>

Kumar, A., Yadav, N., Bhatt, M., Mishra, N. K., Chaudhary, P., & Singh, R. (2015). Sol-Gel Derived Nanomaterials and It's Applications: A Review. *Oyobuturi*, 5(12), 98–105. <https://doi.org/10.11470/oubutsu1932.62.1248>

Kumari, A., & Dasgupta, B. (2017). *A study of dielectric behavior of manganese doped barium titanate – polyimide composites*. August, 1–11.

<https://doi.org/10.1002/adv.21886>

Kwei, G. H., Lawson, A. C., & Billinge, J. L. (1993). Structures of the Ferroelectric Phases of Barium Titanate. *Journal of Physical Chemistry C*, 97, 2368–2377.

<https://doi.org/https://doi.org/10.1021/j100112a043>

Last, J. T. (1956). *Infrared-Absortion Studies on Barium Titanate anda Related Materials*. 105(6), 1740–1750. <https://doi.org/https://doi.org/10.1103/PhysRev.105.1740>

- Lee, S. J., Biegalski, M. D., & Kriven, W. M. (1999). Powder synthesis of barium titanate and barium orthotitanate via an ethylene glycol complex polymerization route. *Journal of Materials Research*, *14*(7), 3001–3006. <https://doi.org/10.1557/JMR.1999.0403>
- Lemoine, C., Gilbert, B., Michaux, B., Pirard, J. P., & Lecloux, A. J. (1994). Synthesis of barium titanate by the sol-gel process. *Journal of Non-Crystalline Solids*, *175*(1), 1–13. [https://doi.org/10.1016/0022-3093\(94\)90309-3](https://doi.org/10.1016/0022-3093(94)90309-3)
- Lewis, G. V, & Catlow, C. R. A. (1986). Defect studies of doped and undoped Barium Titanate using computer simulation techniques. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, *47*(I), 89–97. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/0022-3697\(86\)90182-4](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/0022-3697(86)90182-4)
- Li, T., & Xu, H. (2020). Review Selenium-Containing Nanomaterials for Cancer Treatment. *Cell Reports Physical Science*, *1*(7), 100111. <https://doi.org/10.1016/j.xcrp.2020.100111>
- Lopez, J., Espinoza-Beltran, F. J., Zambrano, G., Gómez, M. E., & Prieto, P. (2012). Caracterización de nanopartículas magnéticas de  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  y  $\text{CoZnFe}_2\text{O}_4$  preparadas por el método de coprecipitación química. *Revista Mexicana de Física*, *58*(4), 293–300. [https://repositorio.unam.mx/contenidos/caracterizacion-de-nanoparticulas-magneticas-de-cofe2o4-y-coznfe2o4-preparadas-por-el-metodo-de-coprecipitacion-qu-4107329?c=BOZoy4&d=false&q=diseño\\_del\\_esquema\\_de\\_puesta\\_a\\_tierra\\_en\\_clinicas&i=49&v=1](https://repositorio.unam.mx/contenidos/caracterizacion-de-nanoparticulas-magneticas-de-cofe2o4-y-coznfe2o4-preparadas-por-el-metodo-de-coprecipitacion-qu-4107329?c=BOZoy4&d=false&q=diseño_del_esquema_de_puesta_a_tierra_en_clinicas&i=49&v=1)
- Lu, D., Zhang, L., Han, D., Wang, Y., Yang, X., & Sun, X. (2012). *Influence of Cr Valence*

- State on Dielectric-Temperature Stability of Barium Titanate Ceramics*. 561, 914–918.  
<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.560-561.914>
- Lu, F., & Astruc, D. (2020). Nanocatalysts and other nanomaterials for water remediation from organic pollutants. *Coordination Chemistry Reviews*, 408, 213180.  
<https://doi.org/10.1016/j.ccr.2020.213180>
- Ma, N., & Yang, Y. (2019). Nano Energy Boosted photocurrent via cooling ferroelectric BaTiO<sub>3</sub> materials for self-powered 405 nm light detection. *Nano Energy*, 60(March), 95–102. <https://doi.org/10.1016/j.nanoen.2019.03.036>
- Matsuda, H., Kobayashi, N., Kobayashi, T., Miyazawa, K., & Kuwabara, M. (2000). Room-temperature synthesis of crystalline barium titanate thin films by high-concentration sol-gel method. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 271(1), 162–166.  
[https://doi.org/10.1016/S0022-3093\(00\)00101-0](https://doi.org/10.1016/S0022-3093(00)00101-0)
- Medina, M., Galván, L., & Reyes, R. (2015). Las nanopartículas y el medio ambiente. *Universidad, Ciencia y Tecnología*, 19(74), 49–58.  
[https://ve.scielo.org/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S1316-48212015000100005](https://ve.scielo.org/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1316-48212015000100005)
- Medvedev, E. F. (1998). Technological methods for barium titanate synthesis (Review). *Glass and Ceramics (English Translation of Steklo i Keramika)*, 55(9–10), 311–313.  
<https://doi.org/10.1007/BF02694776>
- Mergen, Ö. B., & Arda, E. (2020). Determination of Optical Band Gap Energies of CS/MWCNT Bio-nanocomposites by Tauc and ASF Methods. *Synthetic Metals*,

269(August). <https://doi.org/10.1016/j.synthmet.2020.116539>

Merz, W. J. (1949). The electric and optical behavior of BaTiO<sub>3</sub> single-domain crystals.

*Physical Review*, 76(8), 1221–1225. <https://doi.org/10.1103/PhysRev.76.1221>

Mikrajuddin, A., & Khairurrijal, K. (2008). Derivation of Scherrer Relation Using an Approach in Basic Physics Course. *Nano*, 1(1), 28–32.

<https://www.researchgate.net/publication/26844330> Derivation

Moghaddam, H. A., Mohammadi, M. R., & Reyhani, S. M. S. (2016). Improved photon to current conversion in nanostructured TiO<sub>2</sub> dye-sensitized solar cells by incorporating cubic BaTiO<sub>3</sub> particles deliting incident. *Solar Energy*, 132, 1–14.

<https://doi.org/10.1016/j.solener.2016.02.026>

Mohamed, M. A., Jaafar, J., Ismail, A. F., Othman, M. H. D., & Rahman, M. A. (2017).

Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy. In *Membrane Characterization*.

Elsevier B.V. <https://doi.org/10.1016/B978-0-444-63776-5.00001-2>

Mondragón Cortez, P. (2015). Espectroscopia de infrarrojo para todos. In *Neural*

*Regeneration Research*.

[https://ciatej.mx/files/divulgacion/divulgacion\\_5a43b7c09fdc1.pdf](https://ciatej.mx/files/divulgacion/divulgacion_5a43b7c09fdc1.pdf)

Morales, A. E. (2007). Use of diffuse reflectance spectroscopy for optical characterization of un-supported nanostructures. *Revista Mexicana de Física*, 53(5), 18–22.

<https://www.researchgate.net/publication/229050010%0AUse>

Mukasyan, A. S. (2017). DTA/TGA-Based Methods. In *Concise Encyclopedia of Self-*

*Propagating High-Temperature Synthesis*. Elsevier Inc. <https://doi.org/10.1016/b978-0-12-804173-4.00040-5>

Mulvaney, P. (2015). Nanoscience vs Nanotechnology; Defining the Field. *American Chemical Society*, 9(3), 2215–2217.

<https://doi.org/https://doi.org/10.1021/acsnano.5b01418>

Muñoz, V. Z. (2014). Nanoingeniería y nanoproducción industrial. *Tribuna Vizcaya*, 1(April), 82–84. <https://www.researchgate.net/publication/314246273>

Naderi, M. (2015). Surface Area : Brunauer – Emmett – Teller ( BET ). In *Progress in Filtration and Separation* (pp. 585–608). <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-384746-1.00014-8>

Naderi, M., Khoo, J., Acharya, M., & Burnett, D. (2015). *Isotherm Measurements for BET Surface Area Calculations using Inverse Gas Chromatography* (pp. 4–7).

[https://www.researchgate.net/publication/358142049\\_Isotherm\\_Measurements\\_for\\_BET\\_Surface\\_Area\\_Calculations\\_using\\_Inverse\\_Gas\\_Chromatography](https://www.researchgate.net/publication/358142049_Isotherm_Measurements_for_BET_Surface_Area_Calculations_using_Inverse_Gas_Chromatography)

Nandiyanto, A. B. D., Oktiani, R., & Ragadhita, R. (2019). How to read and interpret ftir spectroscopy of organic material. *Indonesian Journal of Science and Technology*, 4(1), 97–118. <https://doi.org/10.17509/ijost.v4i1.15806>

Ni, Y., Zheng, H., Xiang, N., Yuan, K., & Hong, J. (2014). *Simple hydrothermal synthesis and photocatalytic performance of coral-like BaTiO<sub>3</sub> nanostructures*.

<https://doi.org/10.1039/b000000x>

- Niesz, K., Ould-ely, T., Tsukamoto, H., & Morse, D. E. (2011). Engineering grain size and electrical properties of donor-doped barium titanate ceramics. *Ceramics International*, 37(1), 303–311. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2010.08.040>
- Nithya, P. M., & Devi, L. G. (2019). Heavy atom perturbation by the incorporation of iodine ion into BaTiO<sub>3</sub> lattice: Reduction of fluorescence and enhancement of rate of interfacial charge transfer process under the visible light irradiation. *Surfaces and Interfaces*, 100411. <https://doi.org/10.1016/j.surfin.2019.100411>
- Noormans, A. G. (2010). Impact of Nanotechnology in Food Production Impacto de la Nanotecnología en la Producción de Alimentos. *Lámpsakos*, 4, 2145–4086. <https://doi.org/10.21501/21454086.801>
- NREL. (2021). *Best Research-Cell Efficiencies* (p. 1). <https://www.nrel.gov/pv/cell-efficiency.html>
- Okamoto, Y., & Suzuki, Y. (2015). Double-layer dye-sensitized solar cells using SrTiO<sub>3</sub> and BaTiO<sub>3</sub> second layer with enhanced photovoltaic performance. *Journal of the Ceramic Society of Japan*, 123(1442), 967–971. <https://doi.org/10.2109/jcersj2.123.967>
- Padilla-Vaca, F., Mendoza-Macías, C. L., Franco, B., Anaya-Velázquez, F., Ponce-Noyola, P., & Flores-Martínez, A. (2018). El mundo micro en el mundo nano: importancia y desarrollo de nanomateriales para el combate de las enfermedades causadas por bacterias, protozoarios y hongos. *Mundo Nano. Revista Interdisciplinaria En*

*Nanociencia y Nanotecnología*, 11(21), 15.

<https://doi.org/10.22201/ceiich.24485691e.2018.21.62591>

Panomswan, G. (2019). Correlation between size and phase structure of crystalline BaTiO<sub>3</sub> particles synthesized by sol-gel method Correlation between size and phase structure of crystalline BaTiO<sub>3</sub> particles synthesized by sol-gel method. *Materials Research Express*, 6, 1–8. <https://doi.org/10.1088/2053-1591/ab101b>

Pant, H. C., Patra, M. K., Verma, A., Vadera, S. R., & Kumar, N. (2006). *Study of the dielectric properties of barium titanate – polymer composites*. 54(December 2005), 3163–3169. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2006.02.031>

Park, J. H., & Park, S. Do. (2008). Synthesis of Barium Titanate by Hydrothermal Method and Its. *Journal of Chemical Engineering of Japan*, 41(7), 631–638. <https://doi.org/10.1252/jcej.07WE071>

Periyasamy, A. P., Venkataraman, M., Kremenakova, D., Militky, J., & Zhou, Y. (2020). Progress in sol-gel technology for the coatings of fabrics. *Materials*, 13(8). <https://doi.org/10.3390/MA13081838>

Petit, S., & Madejova, J. (2013). Fourier Transform Infrared Spectroscopy. In *Developments in Clay Science* (2nd ed., Vol. 5, Issue C). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-098259-5.00009-3>

Petit, T., & Puskar, L. (2018). FTIR spectroscopy of nanodiamonds: Methods and interpretation. *Diamond and Related Materials*, 89(July), 52–66.

<https://doi.org/10.1016/j.diamond.2018.08.005>

Pfafft, G. (1992). Sol-Gel Synthesis of Barium Titanate Powders of Various Corn posi.

*Journal of Materials Chemistry*, 2(6), 591–594.

<https://doi.org/https://doi.org/10.1039/JM9920200591>

Pierre, A. C., & Pajonk, M. (2002). Chemistry of Aerogels and Their Applications.

*National Library of Medicine*, 102, 4243–4265. <https://doi.org/10.1021/cr0101306>

Potdar, H. S., Singh, P., Deshpande, S. B., Godbole, P. D., & Date, S. K. (1990). Low-

temperature synthesis of ultrafine barium titanate (BaTiO<sub>3</sub>) using organometallic barium and titanium precursors. *Materials Letters*, 10(3), 112–117.

[https://doi.org/10.1016/0167-577X\(90\)90042-K](https://doi.org/10.1016/0167-577X(90)90042-K)

Pu, Y., Liu, D., & Shi, X. (2014). Double-hysteresis-like loops in Cr<sub>2</sub>Ti<sub>3</sub>O<sub>9</sub> -doped

BaTiO<sub>3</sub> ceramics. *Vacuum*, 99, 38–41. <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2013.04.017>

Qi, H., Fang, L., & Xie, W. (2015). Study on the hydrothermal synthesis of barium titanate

nano-powders and calcination parameters. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 1–8. <https://doi.org/10.1007/s10854-015-3528-8>

Radojkovic, A. M., Banys, J., & Stojanovic, B. D. (2012). *Improvement of barium titanate*

*properties induced by attrition milling*. 38, 5347–5354.

<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2012.03.041>

Rajamanickam, N., Jayakumar, K., & Ramachandran, K. (2017). Nano-Structures & Nano-

Objects Influence of Mn ion on flower shaped perovskite BaTiO<sub>3</sub> nanostructures

based dye-sensitized solar cell. *Nano-Structures & Nano-Objects*, 9, 19–25.

<https://doi.org/10.1016/j.nanoso.2016.12.003>

Ravanamma, R., Muralidhara Reddy, K., Venkata Krishnaiah, K., & Ravi, N. (2021).

Structure and morphology of yttrium doped barium titanate ceramics for multi-layer capacitor applications. *Materials Today: Proceedings*, 46(xxxx), 259–262.

<https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.07.646>

Rejón, L., Gustavo, C., & Ramos, A. (2016). *Aplicación de nanomateriales en el almacenamiento de energía*. 114–119.

Rizwan, M., Hajra, Zeba, I., Shakil, M., Gillani, S. S. A., & Usman, Z. (2020). Electronic, structural and optical properties of BaTiO<sub>3</sub> doped with lanthanum (La): Insight from DFT calculation. *Optik*, 211(March), 164611.

<https://doi.org/10.1016/j.ijleo.2020.164611>

Ryland, A. L. (1958). X-ray diffraction. *Journal of Chemical Education*, 35(2), 80–83.

<https://doi.org/10.1021/ed035p80>

Sadeghzadeh, A., Salehi, E., & Sharafi, S. (2016). Structural and dielectric properties of Bi-doped barium strontium titanate nanopowders synthesized by sol – gel method.

*Integrative Medicine Research*, x x, 4–11. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2016.05.001>

Sakabe, Y., Takeshima, Y., & Tanaka, K. (1999). Multilayer ceramic capacitors with thin (Ba, Sr)TiO<sub>3</sub> layers by MOCVD. *Journal of Electroceramics*, 3(2), 115–121.

<https://doi.org/10.1023/A:1009986825169>

- Samantaray, C. B., Roy, A., Roy, M., Mukherjee, M. L., & Ray, S. K. (2002). Vibrational spectroscopic studies on Ba<sub>0.8</sub>Sr<sub>0.2</sub>TiO<sub>3</sub> thin films prepared by RF sputtering technique. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, *63*, 65–69.  
[https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0022-3697\(01\)00050-6](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0022-3697(01)00050-6)
- Sánchez, A. D. (2020). *Ectos no lineales en guías de onda en la región del infrarrojo medio* (Issue 043) [Instituto Balseiro].  
<https://bibliotecas.uncuyo.edu.ar/explorador3/Record/TSRCCAB019131?lng=en>
- Sangiorgi, N., Aversa, L., Tatti, R., Verucchi, R., & Sanson, A. (2017). Spectrophotometric method for optical band gap and electronic transitions determination of semiconductor materials. *Optical Materials*, *64*, 18–25. <https://doi.org/10.1016/j.optmat.2016.11.014>
- Scherrer, P., & Debye, P. (1918). Determination of the Size and Internal Structure of Colloidal Particles using X-Rays. *Nachr. Ges. Wiss. Göttingen, Math.-Physik. Klasse*, *2*, 101–120.
- Schofield, D., & Brown, R. F. (1957). An Investigation of Some Barium Titanate Compositions For Transducer Applications. *Canadian Journal of Physics*, *35*(1953), 594–607. <https://doi.org/10.1139/p57-067>
- Selmi, Y. S. A., Almessiere, E. H. M. A., & Ercan, M. M. A. B. I. (2019). Study of tungsten oxide effect on the performance of - BaTiO<sub>3</sub> ceramics. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, *30*(14), 13509–13518.  
<https://doi.org/10.1007/s10854-019-01718-x>

- Shen, W., Zhou, H., Liu, T., Pei, P., Huang, J., Yi, X., & Yang, K. (2020). The potential clinical applications of radionuclide labeled / doped gold-based nanomaterials. *Radiation Medicine and Protection*, August. <https://doi.org/10.1016/j.radmp.2020.11.001>
- Singh, K. R. B., Rathee, S., Nagpure, G., Singh, J., & Pratap, R. (2021). Smart and emerging nanomaterials-based biosensor for SARS-CoV-2 detection. *Materials Letters*, 307(September 2021), 131092. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2021.131092>
- Singh, M., Yadav, B. C., Ranjan, A., Kaur, M., & Gupta, S. K. (2017). Chemical Synthesis and characterization of perovskite barium titanate thin film and its application as LPG sensor. *Sensors & Actuators: B. Chemical*, 241, 1170–1178. <https://doi.org/10.1016/j.snb.2016.10.018>
- Sinha, P., Datar, A., Jeong, C., Deng, X., Chung, Y. G., & Lin, L. C. (2019). Surface Area Determination of Porous Materials Using the Brunauer-Emmett-Teller (BET) Method: Limitations and Improvements [Research-article]. *Journal of Physical Chemistry C*, 123(33), 20195–20209. <https://doi.org/10.1021/acs.jpcc.9b02116>
- Slimani, Y., Almessiere, M. A., Shirsath, S., Hannachi, E., Yasin, G., Baykal, A., Ozcelik, B., & Ercan, I. (2020). Investigation of structural, morphological, optical, magnetic and dielectric properties of  $(1-x)BaTiO_3/xSr_{0.92}Ca_{0.04}Fe_{12}O_{19}$  composites. 0–38. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2020.166933>
- Smith, B. C. (2011). Fundamentals of fourier transform infrared spectroscopy, second

edition. In *Fundamentals of Fourier Transform Infrared Spectroscopy, Second Edition* (2nd ed.). <https://institute.acs.org/courses/fourier-transform-infrared-spectroscopy.html>

Somdee, A. (2018). Improved photovoltaic efficiency of dye sensitized solar cells by decorating TiO<sub>2</sub> photoanode with barium titanate oxide. *Journal of Alloys and Compounds*. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.11.085>

Sreedhar, B., Vani, C. S., Devi, D. K., Rao, M. V. B., & Rambabu, C. (2016). *Shape Controlled Synthesis of Barium Carbonate Microclusters and Nanocrystallites using Natural Polysachharide – Gum Acacia*. 2(August), 5–13. <https://doi.org/10.5923/j.materials.20120201.02>

Srilakshmi, C., Saraf, R., Prashanth, V., Rao, G. M., & Shivakumara, C. (2016). Structure and Catalytic Activity of Cr-Doped BaTiO<sub>3</sub> Nanocatalysts Synthesized by Conventional Oxalate and Microwave Assisted Hydrothermal Methods. *Inorganic Chemistry*, 55(10), 4795–4805. <https://doi.org/10.1021/acs.inorgchem.6b00240>

Srivastava, M., Srivastava, N., Mishra, P. K., & Malhotra, B. D. (2021). Prospects of nanomaterials-enabled biosensors for COVID-19 detection. *Science of the Total Environment*, 754, 142363. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.142363>

Stojanovic, B. D., & Vijatovic, M. M. (2010). *Properties of lanthanum doped BaTiO<sub>3</sub> produced from nanopowders*. 36, 1817–1824. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2010.03.010>

- Subramanian, A., & Rodriguez-saona, L. (2009). Spectroscopy. In *Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy* (p. 155).  
<https://www.sciencedirect.com/topics/engineering/fourier-transform-infrared-spectroscopy>
- Sundararajan, T., & Prabu, S. B. (2013). Spark plasma sintering of microwave processed nanocrystalline barium titanate and their characterisations. *Materials Chemistry and Physics*, 139(2–3), 465–470. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2013.01.026>
- Surmenev, R. A., Chernozem, R. V., Skirtach, A. G., Bekareva, A. S., Leonova, L. A., Mathur, S., Ivanov, Y. F., & Surmeneva, M. A. (2021). Hydrothermal synthesis of barium titanate nano/microrods and particle agglomerates using a sodium titanate precursor. *Ceramics International*, 47(7), 8904–8914.  
<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.12.011>
- Tang, C. Y., & Yang, Z. (2017). Transmission Electron Microscopy (TEM). In *Membrane Characterization*. Elsevier B.V. <https://doi.org/10.1016/B978-0-444-63776-5.00008-5>
- Tangwiwat, S., & Milne, S. J. (2005). Barium titanate sols prepared by a diol-based sol – gel route. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 351, 976–980.  
<https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2004.12.008>
- Tauc, J. (1973). *Amorphous and Liquid Semiconductors*. (1st ed.).  
<https://doi.org/10.1080/715120893>
- Tewatia, K., Sharma, A., Sharma, M., & Kumar, A. (2020). Factors affecting

morphological and electrical properties of Barium Titanate: A brief review. *Materials Today: Proceedings*, xxxx. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.10.813>

Thurnauer, H., & Deaderick, J. (1947). *United States Patent Office*.

[https://www.uspto.gov/web/trademarks/tmog/20010821\\_OG.pdf](https://www.uspto.gov/web/trademarks/tmog/20010821_OG.pdf)

Tian, H. Y., Luo, W. G., Pu, X. H., Qiu, P. S., He, X. Y., & Ding, A. L. (2000). Synthesis and analyses of thermal decomposition and microstructure of Sr-doped barium titanate alkoxide derived precipitates and thin films. *Thermochimica Acta*, 360(1), 57–62.

[https://doi.org/10.1016/S0040-6031\(00\)00530-X](https://doi.org/10.1016/S0040-6031(00)00530-X)

Țucureanu, V., Matei, A., & Avram, A. M. (2016). FTIR Spectroscopy for Carbon Family Study. *Critical Reviews in Analytical Chemistry*, 46(6), 502–520.

<https://doi.org/10.1080/10408347.2016.1157013>

Uchino, K., Sadanaga, E., & Hirose, T. (1989). Dependence of the Crystal Structure on Particle Size in Barium Titanate. *Journal of the American Ceramic Society*, 72(8), 1555–1558. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1989.tb07706.x>

Ul, R., Rouffaud, R., Tran-Huu-Hue, L. P., Levassort, F., Pham-Thi, M., & Bantignies, C. (2017). Complete electroelastic set of co doped barium titanate for transducer applications. *IEEE International Ultrasonics Symposium, IUS*, 2–5.

<https://doi.org/10.1109/ULTSYM.2017.8092203>

Vidal-Limón, A., Contreras, O., & Águila, S. A. (2017). Materiales híbridos como alternativa nanotecnológica para la producción de energéticos. *Mundo Nano*, 10(19),

- 109–116. <https://doi.org/http://dx.doi.org/10.22201/ceiich.24485691e.2017.19.62404>
- Vijatovi, M. M., Bobi, J. D., & Stojanovi, B. D. (2008). *History and Challenges of Barium Titanate : Part I*. 40, 155–165. <https://doi.org/10.2298/SOS0802155V>
- Vijatović, M. M., Bobić, J. D., Ramoska, T., Banys, J., & Stojanovic, B. D. (2011). *Antimony doping effect on barium titanate structure and electrical properties*. 37, 2669–2677. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2011.04.015>
- Wegmann, M., Brönnimann, R., Clemens, F., & Graule, T. (2007). Barium titanate-based PTCR thermistor fibers: Processing and properties. *Sensors and Actuators, A: Physical*, 135(2), 394–404. <https://doi.org/10.1016/j.sna.2006.08.008>
- Wong, C., & Teng, Y. E. Y. (1991). Barium Titanate ( BaTiO<sub>3</sub> ). In *Handbook of Optical Constants of Solids II* (pp. 789–803). <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-055630-7.50049-3>
- Wul, B., & Golgman, J. M. (1945). Dielectric constants of some titanates. *Nature*, 156, 480. <https://www.nature.com/articles/157297c0>
- Xie, D., Lin, Y., & Fu, N. (2018). *Changes of the dye adsorption state induced by ferroelectric polarization to improve photoelectric performance †*. 24595–24602. <https://doi.org/10.1039/c8ta07180b>
- Yang, J., Hou, B., Wang, J., Tian, B., Bi, J., Wang, N., Li, X., & Huang, X. (2019). *Nanomaterials for the removal of heavy metals from wastewater*. *Nanomaterials*, 9(3). <https://doi.org/10.3390/nano9030424>

- Yoon, S., Baik, S., Kim, M. G., & Shin, N. (2006). Formation mechanisms of tetragonal barium titanate nanoparticles in alkoxide-hydroxide sol-precipitation synthesis. *Journal of the American Ceramic Society*, 89(6), 1816–1821.  
<https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2006.01056.x>
- Yoon, S., Baik, S., Kim, M. G., Shin, N., & Kim, I. (2007). Synthesis of tetragonal barium titanate nanoparticles via alkoxide-hydroxide sol-precipitation: Effect of water addition. *Journal of the American Ceramic Society*, 90(1), 311–314.  
<https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2006.01361.x>
- Zhang, L., Shi, Y., Peng, S., Liang, J., Tao, Z., & Chen, J. (2008). Dye-sensitized solar cells made from BaTiO<sub>3</sub>-coated TiO<sub>2</sub> nanoporous electrodes. *197*(3), 260–265.  
<https://doi.org/10.1016/j.jphotochem.2008.01.002>
- Zhang, S., Jiang, F., Qu, G., & Lin, C. (2008). Synthesis of single-crystalline perovskite barium titanate nanorods by a combined route based on sol-gel and surfactant-templated methods. *Materials Letters*, 62(15), 2225–2228.  
<https://doi.org/10.1016/j.matlet.2007.11.055>
- Zhang, X., Wang, X., Tian, Z., Sun, T., & Li, L. (2010). Synthesis of monodispersed barium titanate nanoparticles with narrow size distribution by a modified alkoxide-hydroxide sol-precipitation method. *Journal of the American Ceramic Society*, 93(11), 3591–3594. <https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2010.04126.x>
- Zhao, P., Wang, L., Bian, L., Xu, J., Chang, A., Xiong, X., Xu, F., & Zhang, J. (2014).

Growth Mechanism , Modified Morphology and Optical Properties of Coral-like  
BaTiO<sub>3</sub> Architecture through CTAB Assisted Synthesis. *Journal of Materials Science  
& Technology*, 2–7. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2014.04.002>