SÍNTESIS DE TiO_2, FASE ANATASA, POR EL MÉTODO PECHINI

Y. Ochoa[*]*, Y. Ortegón, M. Vargas, J. E. Rodríguez Páez*

- ✓ Este artículo forma parte del "Volumen Suplemento" **S1** de *la Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales* (*RLMM*). Los suplementos de la RLMM son números especiales de la revista dedicados a publicar memorias de congresos.
- ✓ Este suplemento constituye las memorias del congreso "*X Iberoamericano de Metalurgia y Materiales (X IBEROMET)*" celebrado en Cartagena, Colombia, del 13 al 17 de Octubre de 2008.
- ✓ La selección y arbitraje de los trabajos que aparecen en este suplemento fue responsabilidad del Comité Organizador del *X IBEROMET*, quien nombró una comisión *ad-hoc* para este fin (véase editorial de este suplemento).
- ✓ La *RLMM* no sometió estos artículos al proceso regular de arbitraje que utiliza la revista para los números regulares de la misma.
- ✓ Se recomendó el uso de las "Instrucciones para Autores" establecidas por la *RLMM* para la elaboración de los artículos. No obstante, la revisión principal del formato de los artículos que aparecen en este suplemento fue responsabilidad del Comité Organizador del *X IBEROMET*.

Suplemento de la Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales 2009; **S1** (3): 931-937

SÍNTESIS DE TiO_2, FASE ANATASA, POR EL MÉTODO PECHINI

Y. Ochoa[*]*, Y. Ortegón, M. Vargas, J. E. Rodríguez Páez*

Grupo Ciencia y Tecnología de Materiales Cerámicos (CYTEMAC). Departamento de Física FACNED
Universidad del Cauca. Calle 5 Nº 4 – 70. Popayán- Cauca/Colombia

[*]*E-mail: yasser8a@gmail.com*

Trabajos presentados en el X CONGRESO IBEROAMERICANO DE METALURGIA Y MATERIALES IBEROMET
Cartagena de Indias (Colombia), 13 al 17 de Octubre de 2008

Selección de trabajos a cargo de los organizadores del evento

Publicado On-Line el 29-Jul-2009
Disponible en: *www.polimeros.labb.usb.ve/RLMM/home.html*

Resumen

El dióxido de titanio, TiO_2, es un semiconductor sensible a la luz que absorbe radiación electromagnética cerca de la región UV, es anfótero y muy estable químicamente. Por las características mencionadas es el fotocatalizador mas empleado y actualmente se utiliza como degradante de moléculas orgánicas en el proceso de purificación del agua. En este trabajo se utilizó el método Pechini para sintetizar el dióxido de titano, proceso que permitió tener un mayor control sobre la pureza del óxido y el tipo de fase que pueda presentar, para el presente caso anatasa. Los polvos cerámicos obtenidos se caracterizaron empleando diferentes técnicas, principalmente espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FTIR) y Difracción de Rayos X (DRX). Los resultados indican que se puede obtener TiO_2, fase anatasa, a 450ºC.

***Palabras claves**: Óxido de titanio; anatasa; pechini; caracterización*.

Abstract

The titanium dioxide is a sensitive semiconductor to the light that absorbs electromagnetic radiation near the region UV, it is anfoteric and very stable chemically. The TiO_2 is the photocatalyst more employed and at the moment it is used in the process of purification of the water as degrading of organic molecules. In this work, the method Pechini was used to synthesize the titanium dioxide, this process allow to have a bigger control on the purity of the oxide and the phase type present in it, anatase in this work. The ceramic powders obtained were characterized using different technical: infrared spectroscopy (FTIR) and Ray-X Diffraction (RDX). The results indicate that the TiO_2 present the anatase phase at 450ºC.

Keywords: Titanium dioxide; anatase; Pechini; characteritation.

1. INTRODUCCIÓN

El dióxido de titanio, TiO_2, es un compuesto de gran interés tecnológico. El TiO_2 presenta cuatro fases cristalinas: rutilo (estructura tetragonal), anatasa (estructura octaédrica), brookita (estructura ortorrómbica) y una de alta presión tipo α-PbO_2. Como lo requiere la regla electrostática de valencia, cada átomo de O es compartido por tres (3) octaedros. Para el rutilo y el TiO_2 de alta presión, cada octaedro tiene dos (2) lados comunes con otros octaedros; en la brookita hay tres (3) y en la anatasa cuatro (4) lados compartidos por octaedros [1]. Por lo anterior, el rutilo y la fase de alta presión son las formas más estables del TiO_2, por ello muchos compuestos cristalizan tipo rutilo y algunos tipo α–PbO_2, mientras que muy pocos ejemplos se conocen de materiales que presentan estructuras anatasa y brookita.

El dióxido de titanio, especialmente como fase anatasa, es ampliamente utilizado como catalizador por sus propiedades ópticas y electrónicas, bajo costo, estabilidad química y baja toxicidad, principalmente [2]; un gran número de trabajos [3] han reportado que el TiO_2 es un buen fotocatalizador debido a que el TiO_2 posee un adecuado valor de banda prohibida (□3eV). Además es utilizado como pigmento blanco, por sus propiedades de dispersión, recubrimiento anticorrosivo, sensor de gases, absorbente de rayos UV en productos cosméticos y de manera general en la industria cerámica [4].

El polvo cerámico de dióxido de titano puede ser obtenido utilizando métodos como: Sol-Gel [5], Hidrotermal [6], Precipitación Controlada [7] y el denominado Precursor Polimérico (Pechini) [8], entre otros. En el método Pechini se adiciona las

sales que contengan los cationes de interés, en el presente caso titanio, a una solución viscosa de ácido cítrico y etilenglicol. Esta mezcla, en agitación continua, debe llevar a la conformación de una disolución líquida transparente. Como en el sistema se encuentran presentes cationes es posible que se conformen quelatos polibásicos, ácidos, que posteriormente, por calentamiento, experimenten polimerización dando origen a una resina viscosa [8,9].

Comúnmente, en el proceso Pechini, se utiliza una solución de ácido cítrico y etilenglicol de tal manera que la quelación del catión [10], que ocurre por la acción de la temperatura, se puede esquematizar como se indica en la figura 1(a). Por otro lado, la poliesterificación del citrato metálico con el etilenglicol, que también ocurre por acción de la temperatura, se puede representar como se ilustra en la figura 1(b).

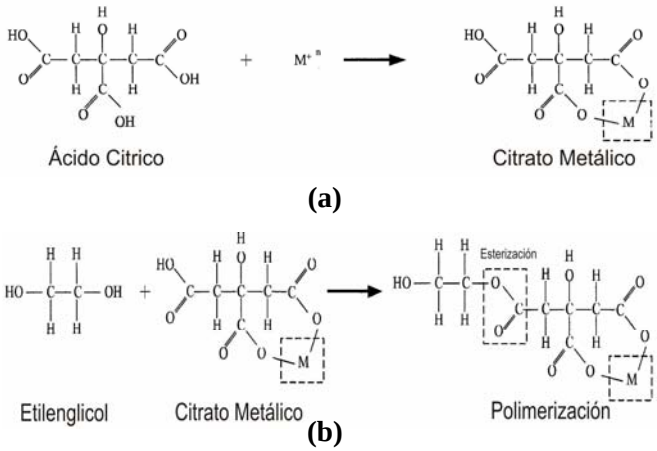


Figura 1. Etapas de formación de la resina en el proceso Pechini: (a) Esterificación y (b) poliesterificación.

En la práctica no se ha determinado si las reacciones de esterificación y poliesterificación ocurren simultánea o secuencialmente. El calentamiento de la solución se debe realizar continuamente hasta que toda el agua y el ácido cítrico se destilen dando como resultado el polímero. Aparentemente, la presencia del grupo hidróxido α del ácido carboxílico, en el ácido cítrico, es muy importante porque permite la reacción del ion metálico con el grupo ácido de manera completa. Si esta reacción no ocurre de manera completa se produciría la precipitación del ion metálico que no reaccionó, ocasionando segregación del metal en el sistema. La descomposición de esta resina, comúnmente amorfa, se realiza calcinándola a temperaturas inferiores a 350°C.

En este trabajo se sintetizó TiO_2, en fase anatasa, utilizando el método de precursor polimérico (pechini). Se realiza una adecuada descripción del proceso para garantizar el control y por lo tanto la reproducibilidad del mismo. Se analizó la evolución de las fases cristalinas y de los grupos funcionales presentes en las muestras que se obtuvieron al tratar térmicamente, a diferentes temperaturas, el sólido precalcinado. Los polvos cerámicos se caracterizaron utilizando difracción de rayos X (DRX) y espectroscopia infrarroja (FTIR).

1. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1 Conformación de la resina

Se mezcló 20.9 g de etilenglicol (Mallinckrodt) y 17.5 g de ácido cítrico (Merck) para obtener una relación 4:1, a 70ºC. Después de que se enfrió la mezcla, se adicionó el precursor de titanio, el Tetrabutoxido de Titanio (Across) mezclado con etanol (Mallinckrodt), en cantidades determinadas por la concentración del sistema a estudiar.

Se debe garantizar que la solución que resulte del proceso anterior sea totalmente transparente, condición que indica una mezcla uniforme de los diferentes reactivos y favorecimiento de la formación del citrato (figura 1a). La mezcla se sometió a la acción de un equipo de alta cizalla (ultraturrax T50) para eliminar la presencia de los precipitados que se hayan podido conformar durante el proceso. Posteriormente, a la mezcla obtenida, se le adicionó una solución de hidróxido de amonio, NH_4OH-Merck, a una velocidad de 5.200 1/min, garantizando que la solución siga siendo transparente, es decir que no se formen precipitados. Después de la adición del hidróxido de amonio, el sistema se trato térmicamente a una temperatura entre 80ºC y 120ºC para favorecer las reacciones de poliesterificación (figura 1b) y por lo tanto la conformación de la resina.

Después de obtener la resina, se realizó el precalcinado de la misma tratándola a una temperatura entre 250°C y 300°C en un horno (HACEB modelo HL40), durante veinticuatro (24) horas, obteniéndose un sólido negro y fino, con alto contenido de carbono. El tratamiento térmico final se realizó a temperaturas de 350ºC, durante 3 horas, 450°C, durante tiempos de 3, 5 y 7 horas, 500, 600 y 700ºC durante 3 horas.

2.2 Caracterización del TiO_2

Los polvos cerámicos sintetizados, utilizando el

proceso anterior, se caracterizaron inicialmente con espectroscopia infrarroja (utilizando el equipo Termo Nicolet IR200 Spectrometer) para determinar cualitativamente los grupos funcionales presentes en ellos y como evolucionaban durante las diferentes etapas del proceso de obtención de los polvos de dióxido de titanio.

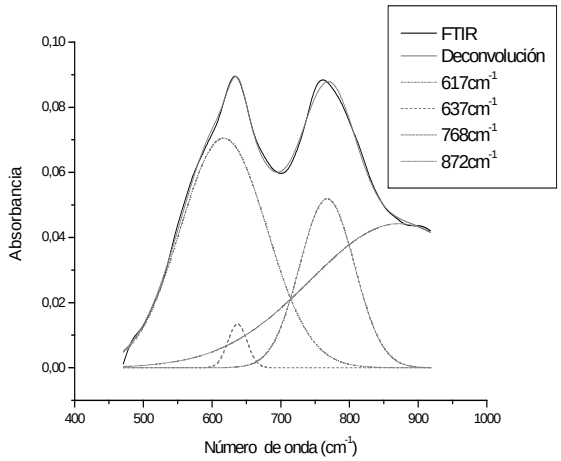
El análisis de las bandas presentes en el espectro fue realizado utilizando el software FITYK 0.8.6 (Marcin Wojdyr) para la adaptación de curvas no simétricas; se empleó la función PseudoVoigt que es la suma de la función Gaussiana y Lorentziana, que permitió obtener cuatro parámetros como resultado del proceso de deconvolución de las bandas.

Con la técnica de Difracción de Rayos X (DRX) (utilizando el equipo Philips PW1710 y la radiación K_α del Cu, $\lambda = 1.54$Å, en el intervalo 2θ entre 10º y 70º a una velocidad de barrido de $0.04^{o}s^{-1}$) se determinaron las fases cristalinas presentes en los polvos cerámicos obtenidos y la evolución de las mismas al someter el sólido a diferentes tratamientos térmicos.

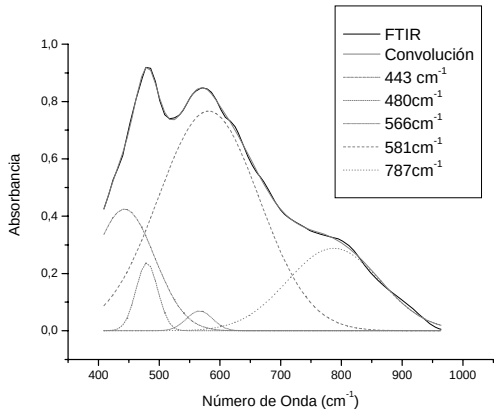
2. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

2.1 Efecto de la temperatura de tratamiento térmico

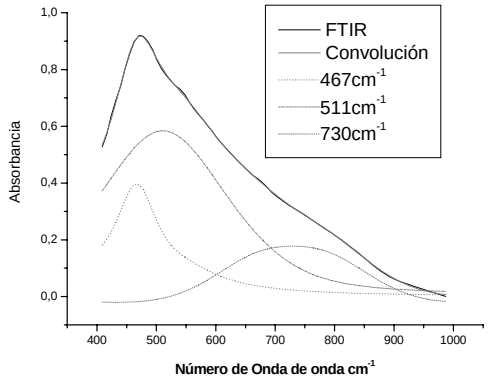
En la figura 2 se muestran los espectros correspondientes a la muestra calcinada a 250ºC durante 24 horas, figura 2(a)**,** a 400ºC por 3 horas, figura 2(b), y 450ºC por 3 horas, figura 2(c); se indica solo el intervalo entre 400 y 1000 cm^{-1} porque es en esta región donde están las bandas de interés correspondientes a los enlaces Ti-O, Ti-OH y Ti-C. La figura 2(a) indica que en el espectro aparece un doblete en la región entre 600 y 900 cm^{-1}; en esta zona están presentes las bandas a 617 cm^{-1}, 637 cm^{-1},768 cm^{-1} y 872 cm^{-1} que son características del ácido cítrico y etilenglicol [11]. En la figura 2(b)**,** las bandas a 443 y 480 cm^{-1} corresponden al enlace Ti-C y las ubicadas a 566 cm^{-1}y 581 cm^{-1} corresponden a los enlaces formados entre el oxigeno y el titanio, O-Ti-O [12]. Otra banda ubicada en 787 cm^{-1} pertenece al enlace C-H, alcano en modo de balanceo [13]. A la temperatura de 400ºC el doblete es menos intenso, esto se puede deber a que se ha eliminado una gran parte de la fase orgánica. En el espectro de IR de la muestra tratada a 450ºC/3h, como resultado de deconvolución, son evidentes tres bandas a 467, 511 y 730 cm^{-1} que son características de la fase inorgánica presente en la muestra, concretamente estarían relacionados con los enlaces Ti-O y Ti-OH, principalmente.



(a)



(b)



(c)

Figura 2. Espectros IR correspondientes a los polvos cerámicos obtenidos por el método de Pechini, en la región entre 400 y 1000 cm^{-1}, y que fueron sometidas a tratamientos térmicos: **(a)** 250ºC/24 horas**, (b)** 400ºC/ 3horas y **(c)** 450ºC/3 horas.

Los cuatro parámetros que se obtuvieron utilizando el software FITYK se indican en la tabla 1**.**

Tabla 1. Valores de los parámetros más importantes al realizar la deconvolución de las bandas que componen el espectro de la muestra calcinada a 250ºC y de las muestras tratadas térmicamente a 400 y 450ºC, en la región entre 400 y 1000 cm^{-1}.

Muestra	*Centro* (cm^{-1})	*Area* (%)	*Ancho Int.* (cm^{-1})	*Altura* (cm^{-1})
Calcinado a 250ºC	616.894	11.1278	157.437	0.07068
	637.142	0.46893	33.3444	0.01406
	767.514	5.19142	99.5074	0.05217
	871.918	14.3668	324.642	0.04425
400ºC/3h	442.902	52.8074	124.379	0.42457
	479.791	10.6545	44.7989	0.23782
	566.313	3.74761	53.7611	0.06970
	581.498	159.109	207.512	0.76674
	787.358	54.9678	190.788	0.28810
450ºC/3h	466.826	75.9037	190.873	0.39766
	510.941	195.626	334.787	0.58433
	729.597	23.5733	132.678	0.17767

Observando los espectros de la figura 2, los correspondientes a las muestra calcinada a 250ºC y a la tratada a 400ºC, figuras 2(a) y 2(b) respectivamente, aunque presentan diferencias su aspecto general es similar. En estas muestras existe fase orgánica y en la tratada a 400ºC comienzan a ser importantes los enlaces del Ti con el O, OH y C. Como se indicará más adelante, el material en ese rango de temperaturas es amorfo. Por otro lado, el espectro IR de la muestra tratada a 450ºC/3h, figura 2(c), son más evidentes las bandas a bajos números de onda indicando la prevalencia de los enlaces Ti-O. También se verá en el estudio realizado con DRX que a 450ºC la fase predominante es la anatasa o sea que la muestra internamente presenta un ordenamiento de largo rango.

Para el análisis de las muestras con FTIR, se considera que los espectros deben reflejar el efecto de la presencia de las fase orgánica y/o la inorgánica, el ordenamiento o no de largo rango de la estructura interna del sólido y la fase de TiO_2 presente en la muestra: anatas o rutilo.

Los espectros que se muestran en la figura 3 pertenecen a muestras tratadas a 500ºC por 3 horas, figura 3(a)**,** 600ºC por 3 horas, figura 3(b), y 700 ºC por 3 horas, figura 3(c). En la tabla 2 se indican los valores de los parámetros más importantes del proceso de deconvolución de la región del espectro entre 400 y 1000 cm^{-1}**.** En la figura 3(a) se observa un aumento en el área de la banda ubicada entre 400 y 650 cm^{-1} dando origen a dos bandas situadas a 454 cm^{-1} y 599 cm^{-1} que se pueden asociar a uno de los modos vibracionales del Ti-O [14].

En el espectro de la figura 3(b) se observa un hombro a ~455 cm^{-1} y algunas de las bandas presentes en el espectro de la figura 3(a) presentan un corrimiento a números de onda más altos en el espectro de la muestra tratada a 600ºC/3h. Es necesario indicar que en este rango de temperaturas, entre 500 y 600ºC, se presenta la transformación de fase anatasa-rutilo en el TiO_2 [3].

Al realizar el proceso de deconvolución del espectro de la muestra tratada a 700ºC/3h, figura 3(c), se obtienen tres bandas ubicadas a 513, 580 y 649 cm^{-1} que estarían relacionadas con la formación de enlaces Ti-O-Ti [14].

Es de esperar que a esta temperatura, 700ºC, sea la fase rutilo la que predomine; además las bandas alrededor de 560 y 674 cm^{-1} son características del rutilo [13].

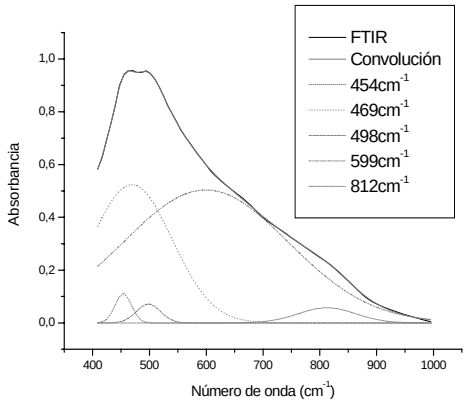
Los difractogramas de rayos X de muestras del sistema con titanio, sometidos a diferentes tratamientos térmicos, se indican en la figura 4. Además se presentan los difractogramas de las muestras tratadas térmicamente a 450ºC durante cinco y siete horas.

Tabla 2. Valores de los parámetros más importantes del proceso de deconvolución de las bandas que componen el espectro de las muestras tratadas térmicamente a 500, 600 y 700 ºC, durante 3 horas, en el rango entre 400 y 1000 cm^{-1}.

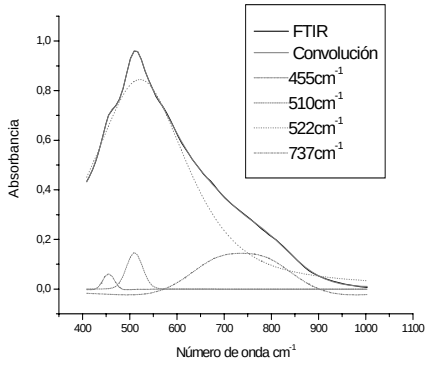
Muestra	*Centro* (cm^{-1})	*Area* (%)	*Ancho Int.* (cm^{-1})	*Altura* (cm^{-1})
500ºC/3h	454.058	4.03335	36.035	0.111929
	469.11	92.9613	177.367	0.524119
	498.343	3.80416	52.8968	0.071916
	599.208	183.686	364.663	0.503714
	812.441	7.31551	127.42	0.057412
600ºC/3h	455.322	1.46573	23.6823	0.061891
	510.192	6.41537	43.2535	0.14832
	521.519	284.543	336.673	0.845161
	737.098	10.2612	71.2909	0.143934
700ºC/3h	513.346	90.4416	134.709	0.671383
	580.432	26.9796	127.547	0.211527
	649.346	99.2512	257.868	0.384891

Los difractogramas de la figura 4 indican que las muestras son aún amorfas a 350ºC y que a 450ºC se alcanza la cristalización del sólido obteniéndose la

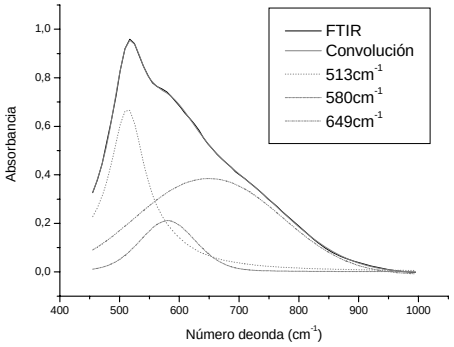
fase anatasa (PDF 21-1272). Al tratar la muestra a 450ºC durante diferente tiempo, 5 y 7 horas, se observa que la anatasa se mantiene como principal fase cristalina del dióxido de titanio.



(a)



(b)



(c)

Figura 3. Espectros IR de los polvos cerámicos obtenidos por el método Pechini, en la región entre 400 y 1000 cm^{-1}, correspondientes a muestras tratadas térmicamente: **(a)** 500ºC/3 horas**, (b)** 600ºC/ 3 horas y **(c) 70**0ºC/3 horas.

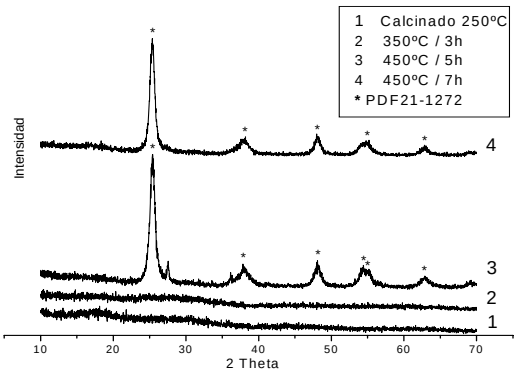


Figura 4. Difractogramas del sistema TiO_2, pH 9, calcinado y tratado térmicamente a 450ºC por 3, 5 y 7 horas.

3.2 Efecto de la duración del tratamiento térmico

Se trató térmicamente la muestra a 450 ºC durante diferentes tiempos con el fin de determinar la evolución de las bandas. En la figura 5 se muestran los espectros IR correspondientes a muestras tratadas a 450ºC durante diferentes tiempos. Los espectros presentan una banda a 3440 cm^{-1} que se puede asociar al modo vibracional de tensión del H-OH, mientras que la banda a 1630 cm^{-1} correspondería al modo de flexión del agua. La banda a 1430 cm^{-1} se podría asociar a la vibración de grupos orgánicos C-H residuales [15]. La región del espectro entre 1000 y 400 cm^{-1} es donde se encuentran los enlaces Ti-O característicos de la fase anatasa del TiO_2. Se presenta una banda alrededor de 466 cm^{-1} que se puede asignar a uno de los modos vibracionales del Ti-O y las bandas cercana a 515 cm^{-1} y 715 cm^{-1} corresponden a los enlaces Ti-O-Ti [14].

En la tabla 3 se indican los valores de los parámetros más importantes del proceso de deconvolución de los espectros de la figura 5 en la región entre 400 y 1000 cm^{-1}.

En la figura 6 se muestra la variación del área integrada, A_b/A_T siendo A_b el área de la banda correspondiente y A_T el área total de la banda experimental, de las bandas más importantes referenciadas en la tabla 3. La banda alrededor de 466 cm^{-1} presenta un valor de área integrada relativamente bajo, esto indica poco aporte de este modo vibracional al espectro. La banda a 515 cm^{-1}

(asociada a enlaces Ti – O – Ti), con un valor de área integrada alta, es el modo vibracional que más aporta al espectro IR. El modo asociado a la banda a 715 cm^{-1}, área integrada baja, contribuye poco al espectro.

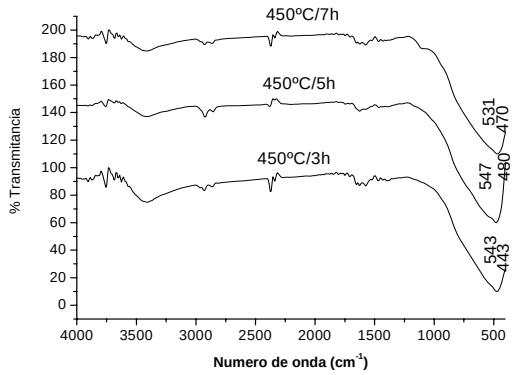


Figura 5. Espectros de Infrarrojo de los polvos cerámicos obtenidos por el método Pechini correspondientes a las muestras tratadas térmicamente a: **(a)** 450ºC/3 horas**, (b)** 450ºC/ 5horas y **(c)** 450ºC/7 horas.

Tabla 3. Resultados del análisis de las bandas que componen el espectro de la muestras tratadas térmicamente a 450ºC durante diferentes tiempos.

Muestra	*Centro* (cm^{-1})	*Area* (%)	*Ancho Int.* (cm^{-1})	*Altura* (cm^{-1})
450ºC/3h	466.826	75.9041	190.874	0.397666
	510.936	195.644	334.816	0.584331
	729.584	23.5647	132.638	0.177662
450ºC/5h	434.244	1.8895	18.39	0.102746
	470.138	21.5741	59.9845	0.359662
	520.766	171.918	278.061	0.618274
	627.375	6.92964	140.92	0.0491743
	683.532	57.5148	208.751	0.275519
450ºC/7h	461.321	73.7691	185.322	0.39806
	514.175	232.084	382.794	0.60629
	733.142	30.0722	154.372	0.194804

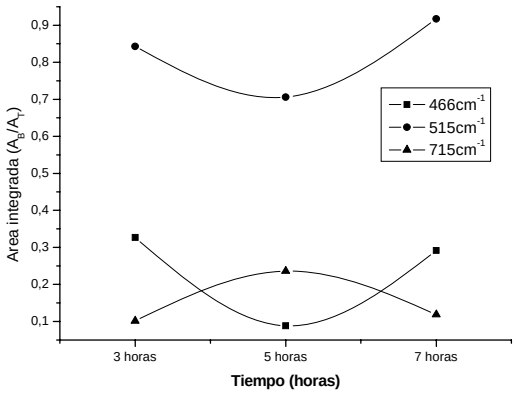


Figura 6. Evolución del área integrada, A_b/A_T, de los modos vibracionales correspondientes a las bandas 466, 515 y 715 cm^{-1} de muestras tratadas térmicamente a 450ºC durante diferentes tiempos.

3. CONCLUSIONES

Con base en los resultados obtenidos en el presente trabajo, y lo anunciado durante el análisis de los mismos, se puede concluir lo siguiente**:**

- El sólido obtenido por el método de precursor polimérico es amorfo aun para tratamientos a 350ºC y presenta como principal fase cristalina la anatasa para tratamientos a 450ºC.
- A través del análisis con espectroscopia infrarroja, y correlacionando estos datos con los resultados de DRX, se puede determinar cualitativamente la presencia, en la muestra, de TiO_2 amorfo, con fase anatasa o rutilo a diferentes temperaturas; lo anterior se justifica con base en la presencia de las bandas características de estos compuestos en el intervalo de 400 a 1000 cm^{-1}. La forma de las bandas en esta región se va modificando y se ubicaron bandas, a través del proceso de deconvolución, que se pueden tomar como referentes para determinar la presencia o no de una cierta fase cristalina. Así, las bandas ubicadas a ~460, ~510 y ~730 cm^{-1} se podrían tomar como características de la fase anatasa y las ubicadas a ~560 y ~670 cm^{-1} para la fase rutilo. Con base en lo anterior se puede concluir que las muestras tratadas térmicamente a una temperatura entre 450 y 700ºC presentan una mezcla de anatasa y rutilo; en la muestra tratada a 700ºC predominaría la fase tipo rutilo.

- El método de síntesis utilizado en este trabajo, procedimiento Pechini, permite obtener TiO_2 fase anatasa a 450ºC. Este es un método reproducible que garantiza características predeterminadas del producto, pequeño tamaño de partícula y buena pureza química, que lo hacen muy adecuado para diversas aplicaciones tecnológicas que actualmente se estudian al interior del grupo CYTEMAC.

4. BIBLIOGRAFIA

[1] Müller U., Inorganic Structural Chemistry, second edition. England, John Wiley & Sons, Ltd, 2007, p. 57-58.

[2] Bevilacqua Elsa, Huntsman European Environment, Health and Safety Manager Tioxide Europe SAS, 2008 p. 3.

[3] Arconada N., Durán A. Síntesis y propiedades fotocatalíticas de recubrimientos porosos de TiO_2 – anatasa producidos por sol-gel. X Congreso Nacional de Materiales (Donostia - San Sebastián, 18-20 Junio 2008).

[4] Serpone N., Solar Energy Mater. Solar Cells, 1995, 38, p. 369.

[5] Fernandez A., Guzmán A. Obtención de recubrimientos con propiedades ópticas utilizando el método Sol-Gel, trabajo de grado programa Ingeniería Física, Universidad del Cauca, 2007, p. 19.

[6] Moulson A.J. and Herbert J.M. Electroceramics. Materials, properties, applications, Chapman & Hall, 1990, p. 234-237

[7] CLAUSER H. R. The Encyclopedia of Engineering Materials and Processes, Editorial Labor S. A. Barcelona 1990, p. (806-807).

[8] Pechini M.P., US Patent No. 3,330,697 (11 July 1967).

[9] FECHT H. J., Nanomaterials: Synthesis, Properties and Applications, Edited by A.S. Edelstein and R. C. Cammarata, Institute of Physics Publishing Bristol and Philadelphia, 1996, p. 89-110.

[10] M.S. Thompson, G.H. Wiseman, Synthesis and microstructure of gel derived varistor precursor powders. Ceram. Int. 1989; 15: 281-288.

[11] Mosquera A, Rodríguez J. Obtención de nano-estructuras bi-dimiensionales de sno_2 utilizando el método pechini: estudio de la conformación de la resina. Bol. Soc. Españ. Cerám. y Vidrio (aceptado para publicación), 2008.

[12] Guzmán A., Fernández A., Rodríguez J. Estudio de las reacciones de hidrólisis y condensación del titanio en presencia de acetilacetona. Rev. Acad. Colomb. Cienc. 2007; vol 31(121): 529-536.

[13] Silverstein R., Spectrometric Identification of Organic Compounds, 4 Ed, John Wiley & Sons, Inc. 1981.

[14] Tellez L., F. Rubio, R. Peña-Alonso, J. Rubio. Seguimiento por espectroscopía infrarroja (FT-IR) de la copolimerización de TEOS y PDMS en presencia de TBTBol. Soc. Españ. Cerám. y Vidrio. 2004; 43(5): 883-890.

[15] Nakamoto k, "Infrares Spectra of Inorganic and Cordination Compound". John Wiley & Inc. New Cork-London.1962.