

RZECZPOSPOLITA
POLSKA



Urząd Patentowy
Rzeczypospolitej Polskiej

(12) **OPIS PATENTOWY** (19) **PL** (11) **236317**
(13) **B1**

(21) Numer zgłoszenia: **415165**

(22) Data zgłoszenia: **07.12.2015**

(51) Int.Cl.
C04B 35/475 (2006.01)
C04B 35/624 (2006.01)
H01L 41/18 (2006.01)

(54) **Sposób otrzymywania kompozytu ceramiczno-polimerowego
tytanianu bizmutu-poli(fluorku winylidenu)**

(43) Zgłoszenie ogłoszono:
19.06.2017 BUP 13/17

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:
28.12.2020 WUP 21/20

(73) Uprawniony z patentu:
**UNIwersytet Śląski w Katowicach,
Katowice, PL**

(72) Twórca(y) wynalazku:
EWA ĆWIKIEL, Będzin, PL

(74) Pełnomocnik:
recz. pat. Mariusz Grzesiczak

PL 236317 B1

Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania kompozytu ceramiczno-polimerowego tytanianu bizmutu-poli(fluorku winylidenu), o wzorze $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ -PVDF, o ukierunkowanej mikrostrukturze (steksturowanego). Kompozyty tego typu przeznaczone są zwłaszcza do budowy wysokotemperaturowych przetworników piezoelektrycznych, kondensatorów, nieulotnych pamięci ferroelektrycznych FRAM.

Tytanian bizmutu jest materiałem znanym, którym zainteresowano się pod kątem aplikacji po odkryciu około roku 1961 r. jego właściwości ferroelektrycznych. Tytanian bizmutu $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ jest ferroelektrykiem o warstwowej strukturze perowskitowej, tzw. strukturze Aurivilliusa (ang. bismuth layer-structured ferroelectrics). Jak każdy ferroelektryk, tytanian bizmutu posiada także właściwości piezoelektryczne. Ceramiczny tytanian bizmutu jest materiałem o dużych możliwościach aplikacyjnych. Może być stosowany do budowy kondensatorów, nieulotnych pamięci ferroelektrycznych FRAM (ang. Ferroelectric RAM) [A. N. Kalinkin, E. M. Kozhvakhteev, A. E. Polyakov, and V. M. Skorikov. Application of BiFeO_3 and $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ in Ferroelectric Memory, Phase Shifters of a Phased Array, and Microwave HEMTs. *Inorganic Materials*, 49 (10) 1031–1043, 2013], a dzięki wysokiej temperaturze Curie (około 675°C) również wysokotemperaturowych przetworników piezoelektrycznych [K. L. McAughey, S. E. Burrows, R. S. Edwards, S. Dixon. Investigation into the use of Bismuth Titanate as a High Temperature Piezoelectric Transducer. 18th World Conference on Nondestructive Testing, 16–20 April 2012, Durban, South Africa].

Nie bez znaczenia jest fakt, że tytanian bizmutu jest materiałem bezołowiowym, spełniającym zalety dyrektywy Restriction of Hazardous Substances (2002/95/WE), mogącym zastąpić zawierającą ołów ceramikę typu PZT, która obecnie jest najczęściej stosowaną ceramiką piezoelektryczną i ferroelektryczną [Y. Saito, H. Takao, T. Tani, T. Nonoyama, K. Takatori, T. Homma, T. Nagaya, M. Nakamura. Lead-free piezoceramics. *Nature*, 432, 84–87, 2004; E. Cross. Materials science: Lead-free at last. *Nature*, 432, 24–25, 2004].

Ceramiczny tytanian bizmutu uzyskuje się dotychczas różnymi metodami. Trudno jest jednak uzyskać ceramiczny tytanian bizmutu o dobrych właściwościach piezoelektrycznych, ponieważ jego ziarna mają tendencję do wzrostu w formie płytek (ang. plate-like grains), których właściwości dielektryczne zależą od kierunku [A. Watcharapasorn, P. Siriprapa, S. Jiansirisomboon. Grain growth behavior in bismuth titanate-based ceramics. *Journal of the European Ceramic Society*, 30, 87–93, 2010]. Właściwości dielektryczne wzdłuż kierunku prostopadłego i równoległego do krystalograficznej osi c są różne. Wzrost ziaren w kształcie płytek, który jest wadą w przypadku litej ceramiki, jest zaletą w przypadku wykorzystania proszku ceramicznego jako fazy aktywnej steksturowanego kompozytu ceramiczno-polimerowego.

Jedną z nowszych metod otrzymywania ceramicznego proszku tytanianu bizmutu $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ jest metoda zolowo-żelowa (nazywana też metodą zol-żel). Metoda zolowo-żelowa otrzymywania proszków ceramiki ferroelektrycznej polega na syntezy z chemicznych prekursorów roztworów zol owych (zoli), które przekształcają się w żele na drodze procesów hydrolizy i kondensacji. Proszki otrzymuje się z wysuszonego żelu. Znane są między innymi publikacje opisujące otrzymywanie ceramiki $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ metodą zolowo-żelową z azotanów [C. Ma, X. Lin, Y. Yan. Sol-gel synthesis and characterisation of nanocrystalline $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ powder. *Advanced Materials Research*, 997, 359–362, 2014], [S. E. Burrows, K. L. McAughey, R. S. Edwards, S. Dixon. Sol-gel prepared bismuth titanate for high temperature ultrasound transducers. *RSC Advances*, 2, 3678–3683, 2012].

W literaturze spotkać można wiele przykładów (wariantów) metody zolowo-żelowej, które dość istotnie się różnią, przede wszystkim różnymi prekursorami i różnymi rozpuszczalnikami, odpowiednio dobranym czasem i temperaturą mieszania, odczynnikiem stabilizującym, odpowiednią ilością wody do hydrolizy, warunkami suszenia, doбором temperatury i czasu wypalania w celu pozbycia się pozostałości organicznych i przejścia proszku ze stanu amorficznego do stanu krystalicznego, a także metodą i czasem mielenia otrzymanego proszku. Odpowiedni dobór składników oraz parametrów wpływa na właściwości otrzymanego materiału, a następnie na właściwości otrzymanych z niego dalszych produktów.

Znanym i powszechnie stosowanym związkiem jest również poli(fluorek winylidenu), w skrócie PVDF, który charakteryzuje się wysokim stopniem krystalizacji – jest semikryształem. PVDF należy do polimerów termoplastycznych. Posiada dużą wytrzymałość na ścieranie, dużą sztywność i bardzo dobrą stabilność wymiarową. Zakres temperatur pracy PVDF wynosi od -40°C do +135°C [A. Boczkowska: Inteligentne polimery i kompozyty polimerowe. *Inżynieria Materiałowa*, 2, 72–76, 2004]. Jego

temperatura topnienia wynosi $\sim 170^{\circ}\text{C}$. Charakteryzuje się bardzo dobrą odpornością na promieniowanie ultrafioletowe i działanie czynników atmosferycznych, dzięki temu może być wykorzystywany zarówno w pomieszczeniach zamkniętych jak i na zewnątrz.

Z dotychczasowego stanu techniki znane było również otrzymywanie kompozytów ceramiczno-polimerowych $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ –PVDF [Tamanna Vilacha. Synthesis and Characterization of Ferroelectric Polyvinylidene fluoride (PVDF)– $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ nanocomposites. A dissertation for the award of the degree of Master of Science in Physics. School of Physics and Materials Science Thapar University, Patiala (Punjab) 2014].

W powyższej pracy jako prekursorów do otrzymania $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ metodą zolowo-żelową użyto $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ i $\text{TiO}_4\text{C}_{12}\text{H}_{28}$. Otrzymane tym sposobem ziarna nie mają jednak tendencji do ukierunkowanego wzrostu.

Celem twórcy niniejszego wynalazku było opracowanie sposobu otrzymywania kompozytu ceramiczno-polimerowego tytanianu bizmutu-poli(fluorku winylidenu), o wzorze $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ –PVDF, który pozwoli rozwiązać powyższy problem i uzyskać kompozyty charakteryzujące się ukierunkowaną mikrostrukturą (stekstrowane).

Cel ten osiągnięto poprzez opracowanie sposobu, polegającego na tym, że materiał ceramiczny w postaci ferroelektrycznego proszku tytanianu bizmutu $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ otrzymanego metodą zolowo-żelową, w ilości od 15 do 30% obj., miesza się, korzystnie przez co najmniej 15 minut, ze spoiwem polimerowym w postaci proszku poli(fluorku winylidenu), w ilości od 85 do 70% obj., po czym otrzymaną mieszaninę umieszcza się w matrycy o kształcie odpowiadającym oczekiwanemu kształtowi otrzymywanego elementu kompozytowego, a następnie ogrzewa się powyżej temperatury topnienia polimeru, która wynosi około 170°C . Temperatura otrzymywania kompozytów zależy od kształtu i wielkości elementu kompozytowego i należy ją dobrać w taki sposób aby polimer był na tyle ciekły aby mógł otoczyć ziarna ceramiki. Następnie kompozyt poddaje się procesowi prasowania na prasie, na przykład hydraulicznej, pod ciśnieniem z przedziału w zakresie od 90 MPa do 130 MPa, korzystnie 120 MPa, po czym matrycę z kompozytem pozostawia się pod prasą do ostygnięcia. W wyniku prasowania, a następnie studzenia pod ciśnieniem, polimer zestala się, a dzięki przyłożonemu ciśnieniu ziarna materiału ceramicznego układają się w nim kierunkowo. Zatem następuje ukierunkowanie (stekstrowanie) ziaren materiału ceramicznego w matrycy polimerowej.

Korzystnie, jako proszek tytanianu bizmutu $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ stosuje się proszek otrzymany uprzednio metodą zolowo-żelową z substratów w postaci octanu bizmutu $(\text{CH}_3\text{CO}_2)_3\text{Bi}$ i propanolanu tytanu $\text{Ti}(\text{OC}_3\text{H}_7)_4$, przy czym ilość octanu bizmutu i propanolanu tytanu oblicza się w oparciu o stechiometrię wzoru $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. W metodzie tej octan bizmutu rozpuszcza się najkorzystniej w kwasie metanokarboksyłowym CH_3COOH w ilości wystarczającej do rozpuszczenia całego użytego do reakcji octanu bizmutu, a otrzymany roztwór miesza się poniżej temperatury wrzenia do otrzymania klarownego roztworu. Natomiast propanolan tytanu rozpuszcza się najkorzystniej w propanolu $\text{C}_3\text{H}_7\text{OH}$ w ilości wystarczającej do rozpuszczenia całego użytego do reakcji propanolanu tytanu, a otrzymany roztwór miesza się do otrzymania klarownego roztworu. Następnie łączy się obydwa roztwory i miesza je w czasie od 0,5 do 2 godzin w temperaturze z zakresu od 40 do 60°C . Podczas mieszania zachodzi reakcja syntezy, w wyniku której uzyskuje się tytanian bizmutu $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ oraz produkty uboczne: kompleksy alkoholów i estry. W celu usunięcia estrów przeprowadza się destylację prostą. Następnie dodaje się stabilizator, korzystnie acetyloaceton $\text{C}_5\text{H}_8\text{O}_2$, korzystnie w ilości 1 mol acetyloacetonu na 1 mol $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Następnie roztwór poddaje się reakcji hydrolizy, którą inicjuje się poprzez dodanie wody destylowanej, korzystnie w takiej samej ilości (objętościowo) co stabilizatora. W wyniku hydrolizy powstaje zol, a następnie w procesie żelowania, to jest w wyniku łączenia się ze sobą w większe skupiska pojedynczych cząstek zolu powstaje żel, który następnie suszy się aż do momentu rozpadu na proszek. Otrzymany w ten sposób proszek zawiera pozostałości organiczne, ma postać amorficzną, czyli pozbawiony jest struktury krystalicznej, a co za tym idzie nie posiada właściwości piezoelektrycznych ani ferroelektrycznych. Aby wykazywał te właściwości przeprowadza się proces jego krystalizacji. W celu przejścia proszku w stan krystaliczny zawarte w nim części organiczne wypala się w temperaturze z zakresu od 830 do 870°C (czas wypalania zależy od ilości proszku).

W efekcie zastosowania sposobu według wynalazku otrzymuje się kompozyt, ceramiczno-polimerowy $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ –PVDF, w którym faza aktywna w postaci ceramicznego tytanianu bizmutu $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ jest ułożona w matrycy polimerowej w sposób stekstrowany i który różni się właściwościami od wcześniej znanych kompozytów. Poszukiwanie metod otrzymywania materiałów o ukierunkowanej mikrostrukturze jest obecnie ważnym kierunkiem Inżynierii Materiałowej. Rozwiązanie według wynalazku

umożliwiło otrzymywanie kompozytu stekstrowanego, co jest ważne z punktu widzenia potencjalnych jego zastosowań. Ukierunkowanie mikrostruktury kompozytu pozwala na uzyskanie większej odpowiedzi przetworników wykonanych z tego kompozytu lub na uzyskanie różnych odpowiedzi w różnych kierunkach. Ponadto, ponieważ ziarna ceramiki w kompozycie zostały stekstrowane w procesie jego otrzymywania, więc ich ułożenie w przestrzeni nie podlega procesom starzenia, dzięki temu zbudowane z takiego kompozytu przetworniki mogą dłużej zachować swoje właściwości piezoelektryczne.

Na otrzymanie pożądanej ukierunkowanej mikrostruktury kompozytu według wynalazku wpływ miało łącznie kilka elementów procesu.

Po pierwsze dobór odpowiedniej ceramiki piezoelektrycznej/ferroelektrycznej. Dotychczas najczęściej stosowaną ceramiką piezoelektryczną/ferroelektryczną była ceramika typu PZT (czyli domieszkowany tytanian cyrkonian ołowiu), która posiada strukturę typu perowskitu. Podczas spiekania ceramiki o strukturze typu perowskitu jej ziarna dążą do uzyskania izotropowego kształtu, tzw. czternastościanu Kelvina. Anizotropowo mogą rosnąć materiały ceramiczne z asymetrycznymi komórkami elementarnymi lub strukturą krystaliczną składającą się z łańcuchów lub warstw wielościennych. Warstwową strukturę perowskitową (tzw. strukturę Auriviliusa) posiada tytanian bizmutu $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Ziarna ceramicznego tytanianu bizmutu mają tendencję do wzrostu w formie płytek (ang. plate-like grains), i właśnie dlatego do otrzymywania kompozytu według wynalazku wybrano ten rodzaj ceramiki.

Po drugie – i to pełni kluczową rolę w sposobie według wynalazku – zastosowanie proszku tytanianu bizmutu otrzymanego metodą zolowo-żelową. Proszki aktywnej fazy ceramicznej do kompozytu można otrzymać na dwa sposoby: poprzez redukcję rozmiarów cząstek (mielenie ceramiki) lub metodami polegającymi na wzroście cząstek, na przykład metodą zolowo-żelową. Zastosowanie metody zolowo-żelowej zwiększa aktywność ziaren do anizotropowego wzrostu. Kompozyt, w którym fazą ceramiczną jest proszek tytanianu bizmutu otrzymany metodą zolowo-żelową charakteryzuje się innymi właściwościami niż kompozyt, w którym fazą ceramiczną jest proszek tytanianu bizmutu otrzymany przez zmielenie ceramiki zsyntezowanej metodą konwencjonalną. Kompozyt, w którym zastosowano proszek tytanianu bizmutu otrzymany metodą zolowo-żelową wykazuje tendencję do tworzenia tekstury.

Po trzecie dobór odpowiedniego polimeru. Poli(fluorek winylidenu) charakteryzuje się wysokim stopniem krystalizacji (jest semikryształem). Zastosowanie polimeru semikrystalicznego w kompozycie powoduje inny rozkład ziaren aktywnej fazy ceramicznej niż przy zastosowaniu polimerów amorficznych. W uporządkowanym polimerze łatwiej o uporządkowanie ziaren ceramiki.

Po czwarte zastosowanie w sposobie według wynalazku metody prasowania na gorąco. Przyłożone jednoosiowo ciśnienie dodatkowo porządkuje ziarna ceramiki w matrycy polimerowej.

Sposób według wynalazku zostanie bliżej wyjaśniony na podstawie poniższych przykładów realizacji.

Przykład 1

Proszek tytanianu bizmutu $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ otrzymano metodą zolowo-żelową. Jako substratów użyto: octan bizmutu $(\text{CH}_3\text{CO}_2)_3\text{Bi}$ i propanolan tytanu $\text{Ti}(\text{OC}_3\text{H}_7)_4$. Ilość substratów obliczono w oparciu o stechiometrię wzoru $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Octan bizmutu (20,00 gram) rozpuszczono w 150 mililitrach kwasu metanokarboksyłowego CH_3COOH , roztwór mieszano przez jedną godzinę poniżej temperatury wrzenia. Propanolan tytanu (11,04 grama) rozpuszczono w 100 mililitrach propanolu $\text{C}_3\text{H}_7\text{OH}$, roztwór mieszano przez jedną godzinę. Następnie cały roztwór propanolanu tytanu w propanolu wiano do roztworu octanu bizmutu w kwasie metanokarboksyłowym i mieszano przez kolejną godzinę w temperaturze 50°C . Podczas mieszania zaszła reakcja syntezy, w wyniku której uzyskano $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, oraz produkty uboczne: kompleksy alkoholów i estry. W celu usunięcia estrów przeprowadzono destylację prostą. Następnie dodano 30 mililitrów acetyloacetonu $\text{C}_5\text{H}_8\text{O}_2$ (stabilizator), po czym roztwór poddano hydrolizie. Dla zainicjowania reakcji hydrolizy dodano 30 mililitrów wody destylowanej. W wyniku hydrolizy powstał zol. Pojedyncze cząstki zolu łącząc się ze sobą w większe skupiska w procesie żelowania utworzyły żel. Żel pozostawiono do wyschnięcia na 10 dni, w wyniku czego rozpadł się on na proszek. Otrzymany w ten sposób proszek zawierał pozostałości organiczne, miał postać amorficzną, czyli pozbawiony był struktury krystalicznej, a co za tym idzie nie posiadał właściwości piezoelektrycznych ani ferroelektrycznych. Aby wykazywał te właściwości przeprowadzono proces jego krystalizacji. W celu przejścia proszku w stan krystaliczny i pozbycia się części organicznych, proszek wypalano w temperaturze 850°C , przez 2 godziny.

Tak otrzymany proszek tytanianu bizmutu w ilości 20% obj. wymieszano z proszkiem poli(fluorku) winylidenu PVDF w ilości 80% obj., mieszając ręcznie w moździerzu przez jedną godzinę. Mieszaninę umieszczono w matrycy o kształcie odpowiadającym oczekiwanemu kształtowi otrzymwanego elementu kompozytowego i ogrzano do temperatury 170°C . Następnie prasowano na prasie

hydraulicznej pod ciśnieniem 120 MPa. Matrycę z kompozytem pozostawiono pod prasą do ostygnięcia. W efekcie uzyskano kompozyt ceramiczno-polimerowy $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ -PVDF, w którym faza aktywna w postaci ceramicznego tytanianu bizmutu $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ jest stekstrowana.

Przykład 2

Zastosowano proszek tytanianu bizmutu $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ otrzymany metodą zolowo-żelową jak w przykładzie 1.

Tak otrzymany proszek tytanianu bizmutu w ilości 25% obj. wymieszano z proszkiem poli(fluorku) winylidenu PVDF w ilości 75% obj., mieszając ręcznie w moździerzu przez pół godziny. Mieszaninę umieszczono w matrycy o kształcie odpowiadającym oczekiwanemu kształtowi otrzymywanego elementu kompozytowego i ogrzano do temperatury 175°C. Następnie prasowano na prasie hydraulicznej pod ciśnieniem 100 MPa. Matrycę z kompozytem pozostawiono pod prasą do ostygnięcia. W efekcie uzyskano kompozyt ceramiczno-polimerowy $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ -PVDF, w którym faza aktywna w postaci ceramicznego tytanianu bizmutu $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ jest stekstrowana.

Kompozyty otrzymane sposobem według wynalazku mogą znaleźć zastosowanie między innymi do budowy wysokotemperaturowych przetworników piezoelektrycznych. Ziarna ceramiki w otrzymanym kompozycie zostają stekstrowane w procesie otrzymywania kompozytu, więc ich ułożenie w przestrzeni nie podlega procesom starzenia, dzięki temu zbudowane z takiego kompozytu przetworniki mogą dłużej zachować swoje właściwości piezoelektryczne.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania kompozytu ceramiczno-polimerowego tytanianu bizmutu-poli(fluorku) winylidenu), **znamienny tym**, że materiał ceramiczny w postaci ferroelektrycznego proszku tytanianu bizmutu $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ otrzymanego metodą zolowo-żelową, w ilości od 15 do 30% obj., miesza się, korzystnie przez co najmniej 15 minut, ze spoiwem polimerowym w postaci proszku poli(fluorku) winylidenu), w ilości od 85 do 70% obj., po czym otrzymaną mieszaninę umieszcza się w matrycy o kształcie odpowiadającym oczekiwanemu kształtowi otrzymywanego elementu kompozytowego, a następnie ogrzewa się powyżej temperatury topnienia polimeru, która wynosi około 170°C i poddaje się procesowi prasowania na prasie, pod ciśnieniem z przedziału w zakresie od 90 do 130 MPa, korzystnie 120 MPa, po czym matrycę z kompozytem pozostawia się pod prasą do ostygnięcia.
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako proszek tytanianu bizmutu $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ stosuje się proszek otrzymany uprzednio metodą zolowo-żelową z substratów w postaci octanu bizmutu $(\text{CH}_3\text{CO}_2)_3\text{Bi}$ i propanolanu tytanu $\text{Ti}(\text{OC}_3\text{H}_7)_4$, przy czym ilość octanu bizmutu i propanolanu tytanu oblicza się w oparciu o stechiometrię wzoru $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$.
3. Sposób według zastrz. 2, **znamienny tym**, że octan bizmutu rozpuszcza się, najkorzystniej w kwasie metanokarboksylowym CH_3COOH w ilości wystarczającej do rozpuszczenia całego użytego do reakcji octanu bizmutu, a otrzymany roztwór miesza się poniżej temperatury wrzenia do otrzymania klarownego roztworu, natomiast propanolan tytanu rozpuszcza się, najkorzystniej w propanolu $\text{C}_3\text{H}_7\text{OH}$ w ilości wystarczającej do rozpuszczenia całego użytego do reakcji propanolanu tytanu, a otrzymany roztwór miesza się do otrzymania klarownego roztworu, następnie łączy się obydwa roztwory i miesza je w czasie od 0,5 do 2 godzin w temperaturze z zakresu od 40 do 60°C, uzyskując w efekcie tytanian bizmutu $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ oraz produkty uboczne: kompleksy alkoholów i estry, po czym w celu usunięcia estrów przeprowadza się destylację prostą, następnie dodaje się stabilizator, korzystnie acetyloaceton $\text{C}_5\text{H}_8\text{O}_2$, korzystnie w ilości 1 mol acetyloacetonu na 1 mol $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, następnie roztwór poddaje się reakcji hydrolizy, którą inicjuje się poprzez dodanie wody destylowanej, korzystnie w takiej samej ilości (objętościowo) co stabilizatora, uzyskując w efekcie zol, a następnie w procesie żelowania – żel, który następnie suszy się aż do momentu rozpadu na proszek, który w celu uzyskania właściwości piezoelektrycznych oraz ferroelektrycznych poddaje się procesowi krystalizacji w taki sposób, że zawarte w proszku części organiczne wypala się w –temperaturze z zakresu od 830 do 870°C.