

**SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO POR DIFRAÇÃO DE RAIOS-X E  
ESPECTROSCOPIA DE IMPEDÂNCIA DA CERÂMICA FERROELÉTRICA  
 $Ti_{0.4}Fe_{0.3}Nb_{0.3}O_2$  (TFNO) COM ADIÇÕES DE  $Bi_2O_3$**

D. G. Sousa <sup>a</sup>, A. J. M. Sales <sup>b</sup>, J. C. Sales <sup>c</sup>, J. C. S. Carneiro <sup>d</sup> E. O. Sancho  
<sup>e</sup>, A. S. B. Sombra <sup>f</sup>

<sup>a</sup> Departamento de Teleinformática (DETI), Universidade Federal do Ceará (UFC), CEP 60455-760, Fortaleza. Ceará, Brasil. e-mail: djfisica@gmail.com

<sup>b, d</sup> Departamento de Teleinformática (DETI), Universidade Federal do Ceará (UFC), Fortaleza. Ceará, Brasil.

<sup>c</sup> Departamento de Engenharia, Universidade Estadual Vale do Acaraú (UVA), Fortaleza, Ceará, Brasil.

<sup>e</sup> Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal do Ceará (UFC), Fortaleza, Ceará, Brasil.

<sup>f</sup> Laboratório de Telecomunicações e Ciências e Engenharia de Materiais (LOCEM), Departamento de Física, Universidade Federal do Ceará (UFC), Fortaleza. Ceará, Brasil.

RESUMO

*A cerâmica  $Ti_{0.4}Fe_{0.3}Nb_{0.3}O_2$  (TFNO), foi sintetizada através método de reação em estado sólido. Os óxidos foram moídos por 7h e calcinados por 4h a 1075°C. A fase TFNO foi confirmada por meio da técnica de difração de Raios-X (DRX) e refinamento Rietveld. Foram realizadas adições de 6% e 8% de  $Bi_2O_3$  ao pó calcinado, que após prensagem e sinterização a 1125°C, foram submetidas à análise por DRX e estudo de espectroscopia de impedância. A técnica de difração de Raios-X confirmou uma estrutura do tipo rutilo [ $TiO_2$  (tP6)] para o pó calcinado e a presença de duas fases,  $Ti_{0.4}Fe_{0.3}Nb_{0.3}O_2$  (TFNO tetragonal-rutilo P 42/m n m(136)) e  $Bi_{1.721}Fe_{1.056}Nb_{1.134}O_7$  (BFNO cúbico F d -3 m Z(227)), para as amostras sinterizadas. A espectroscopia de impedância revelou em 240°C, para a TFNO com adição de 8% em 100 KHz, os seguintes resultados:  $\sigma' = 0,04517$  ( $\Omega.m$ )<sup>-1</sup>;  $\epsilon_r' = 9613$  e  $tg\delta = 0,83556$ .*

Palavras - chave: Reação em estado sólido, espectroscopia de impedância, permissividade dielétrica.

## INTRODUÇÃO

A busca nos últimos anos por materiais cerâmicos com características adequadas a aplicações em radiofrequência (RF) e microondas e que atendam a uma crescente demanda por dispositivos com vasta largura de banda ou que operem em uma frequência específica como aquelas utilizadas na telefonia móvel ou em sistemas de segurança, é sem sombra de dúvidas o objeto de pesquisa de diversas áreas das ciências e engenharias.

Segundo A. J. Moulson e J. M. Herbert <sup>(1)</sup>, TiO<sub>2</sub> foi o primeiro a atrair a atenção para aplicações em microondas, isso devido a sua alta permissividade relativa e baixa perda ( $\epsilon_r \sim 100$  e  $\tan\delta \sim 3 \times 10^{-4}$ ), mas o seu alto coeficiente de temperatura o torna inadequado ( $\tau_f \sim 400 \text{ MK}^{-1}$ ). Sebastian <sup>(2)</sup> declara que o dióxido de titânio apresenta uma alta permissividade elétrica isotrópica, mas devido a sua pobre estabilidade na frequência de ressonância (+450ppm/°C) há um impedimento de que ele seja explorado comercialmente. Portanto, os atuais estudos têm focado a atenção na obtenção de novos compósitos no qual o dióxido de titânio é um dos materiais reagentes (substituição de íons) <sup>(3)</sup>. Isso tem levado a síntese de materiais cerâmicos com baixo coeficiente de temperatura e alta permissividade dielétrica.

Tena, et al. <sup>(4)</sup> obtiveram, a partir de métodos cerâmicos e sol-gel, um material com composição Fe<sub>0.4</sub>Ti<sub>0.2</sub>Nb<sub>0.4</sub>O<sub>2</sub>, pertencente a classe de composições do tipo Ti<sub>1-2x</sub>Fe<sub>x</sub>M<sub>x</sub>O<sub>2</sub> (M=Nb, 0<x<0.4 e M=Ta, 0<x<0.5). Em seguida estudaram as propriedades químicas e físicas do material ao ser dopado por estanho (Sn). Pela síntese de sol-gel o material foi obtido na faixa de temperatura de 800°C a 1000°C, já pelo método cerâmico a temperatura de síntese foi em torno de 1200°C.

Como são raros relaxadores ferroelétricos de estequiometria geral FeNbTiO<sub>6</sub> <sup>(5)</sup>, principalmente quando há a exigência de uma alta constante dielétrica média ( $\epsilon_m$ ) acima de 500K, assim como, aplicações de materiais com esta estequiometria ou com estequiometrias do tipo Ti<sub>1-2x</sub>Fe<sub>x</sub>Nb<sub>x</sub>O<sub>2</sub> <sup>(4)</sup>, em microondas ou em antenas ressoadoras dielétricas (DRA's) não tem sido encontrada na literatura disponível, este trabalho propõe realizar uma síntese do material com estequiometria Ti<sub>0.4</sub>Fe<sub>0.3</sub>Nb<sub>0.3</sub>O<sub>2</sub> com e sem adições de óxido de bismuto Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (6% e 8%) e, confirmada a estrutura por meio da técnica de difração de Raios-X (DRX) e

refinamento Rietveld, construir discos cerâmicos para análise de Espectroscopia de Impedância.

## MATERIAL E MÉTODOS

Por meio da reação de estado sólido, a partir dos reagentes em pó,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (Sigma-Aldrich, 99,0%),  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  (Sigma-Aldrich, 99,99%) e  $\text{TiO}_2$  (Vetec, 99,75%) obteve-se a cerâmica de composição  $\text{Ti}_{0.4}\text{Fe}_{0.3}\text{Nb}_{0.3}\text{O}_2$ . Inicialmente foi obtida, de acordo com a estequiometria, uma quantidade de 40 gramas do material, medida em uma balança analítica de precisão (0,5 mg), que em seguida foi misturada e homogeneizada por meio de uma moagem de 7 horas em um moinho planetário de alta energia (Fritsch Pulverisette 5) dentro de placas de poliacetal com esferas de zircônia ( $\text{ZrO}_2$ ). Após a moagem o material foi peneirado e dentro de cadinhos cerâmicos foram postos em fornos resistivos programáveis (JUNG – LF0914) para passarem por um processo de calcinação que foi iniciado à temperatura ambiente e que a uma taxa ascendente de  $5^\circ\text{C}/\text{min}$  atingiu, desde a primeira amostra de 10 gramas até a última, as temperaturas de  $1050^\circ\text{C}$ ,  $1075^\circ\text{C}$ ,  $1100^\circ\text{C}$  e  $1125^\circ\text{C}$ , respectivamente, na qual permaneceram por 4 horas em ar, com um degraú intermediário a  $200^\circ\text{C}$  por 1h, a fim de eliminar umidade.

Os pós calcinados foram investigados por Difração de Raios-X (DRX). O perfil de difração de raios-X das amostras foi obtido à temperatura ambiente (cerca de 294K) usando um difratômetro da marca PANanalytical modelo Xpert Pro MPD espelho-monocromador e radiação de cobalto  $\text{Co-K}\alpha$  com comprimento de onda  $1,78896 \text{ \AA}$ ;  $2\theta$ :  $10^\circ - 90^\circ$ ; tempo/passo: 68,85 s; fenda: 1/4; composto de um gerador de raios-X, goniômetro vertical (ou  $\theta$ : $\theta$ ) e detector de raios-X. Os padrões foram coletados com o equipamento operando em 40 kV e 40 mA (máx.) no intervalo de  $20^\circ - 80^\circ$  ( $2\theta$ ).

Após a obtenção da fase, que foi identificada nas temperaturas de calcinação igual ou superior a  $1075^\circ\text{C}$ , foram feitas adições de 6% e 8% de  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  a amostra TFNO calcinada a  $1075^\circ\text{C}$ , resultando em três amostras com massa média de 0,86246 g que foram em seguida homogeneizadas com o aglutinante Álcool Polivinílico (PVA 1:10, cerca de 1% da massa da amostra) em um almofariz para posterior prensagem uniaxial a 100 MPa dentro de um molde cilíndrico com uma média de 17,685 mm de diâmetro. Por fim, as amostras foram submetidas a um

tratamento térmico de sinterização na temperatura de 1125°C por 5 horas em ar, com um degrau intermediário a 200°C por 1h, a fim de eliminar umidade, e ao serem retiradas do forno, foram lixadas de modo que ficaram com o formato de um disco com altura média de 0,9095 mm. Nessas condições as amostras foram pintadas, nas faces superior e inferior do disco, com tinta prata, estando assim prontas para a etapa de estudo de Espectroscopia de Impedância.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na Figura 1 são mostrados os padrões de difração de raios-X, pós-análise Ritveld, do pó calcinado a 1075°C, do pó obtido das peças sinterizadas a 1125°C sem adição de Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e com adições 6% e 8% de Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, todos com tempo de moagem de 7h, respectivamente denominados, TFNO0B – 1075°C, TFNO0B – 1125°C, TFNO6B – 1125°C, TFNO8B – 1125°C.

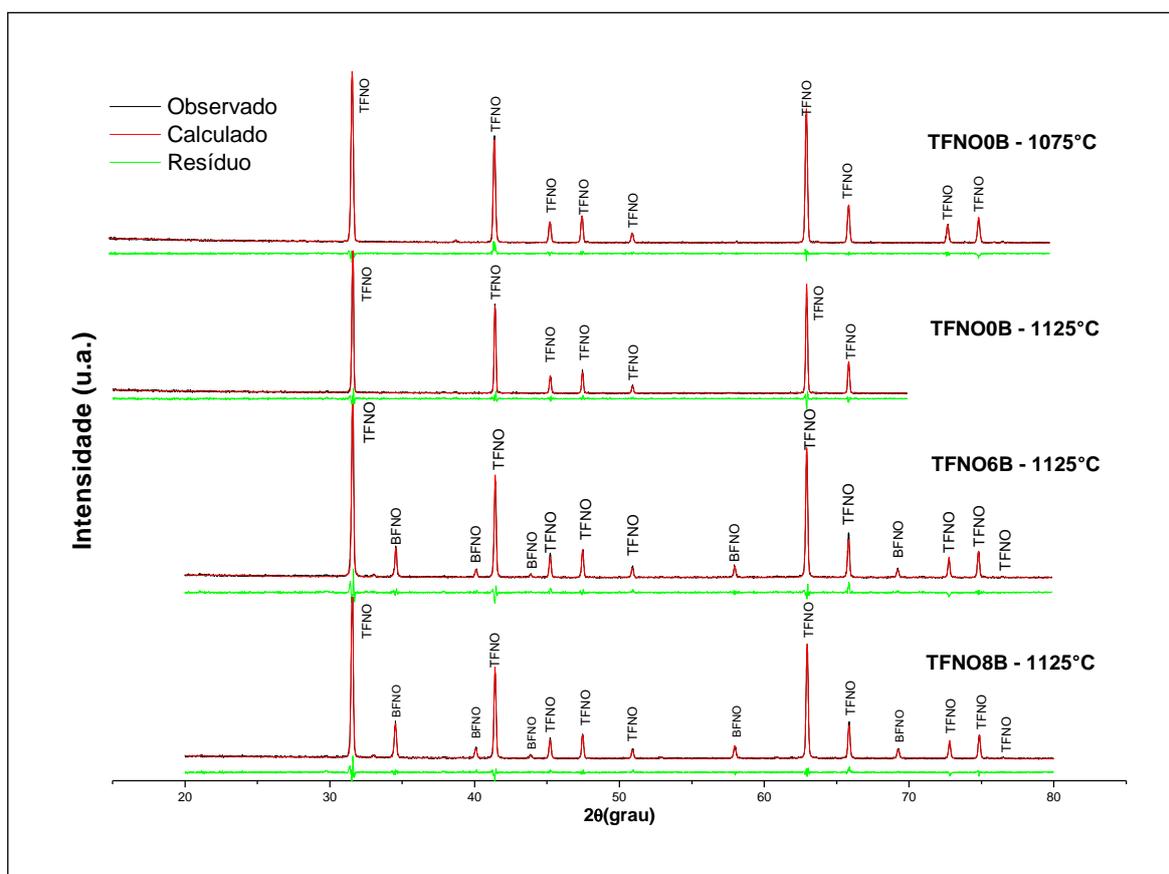


Figura 1 – Difratoograma, pós-análise Ritveld, do pó calcinado a 1075°C/4h e das peças sinterizadas a 1125°C/5h para adições variadas de Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> com tempo de moagem de 7h.

O método de Rietveld<sup>(6,7,8)</sup> foi aplicado através do programa DBWS Tools 2.3 para Windows<sup>(9,10)</sup>. Este método permitiu identificar, na faixa 2θ de 20° a 80°, por meio das fichas cristalográficas 040725<sup>(11)</sup> e 245024<sup>(12)</sup> do ICSD (*Inorganic Crystal Structure Database*), as fases Ti<sub>0,4</sub>Fe<sub>0,3</sub>Nb<sub>0,3</sub>O<sub>2</sub> (TFNO)<sup>(11)</sup> e Bi<sub>1.721</sub>Fe<sub>1.056</sub>Nb<sub>1.134</sub>O<sub>7</sub> (BFNO)<sup>(12)</sup>, a primeira presente de forma majoritária e a segunda proporcional aos percentuais de adição de Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> das peças sinterizadas a 1125°C.

As amostras sinterizadas com as adições de Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> apresentaram estrutura TFNO tetragonal–rutilo P 42/m n m(136) e BFNO cúbico F d -3 m Z(227). Os parâmetros cristalográficos das amostras obtidos do refinamento Rietveld e dos padrões retirados da base de dados do ICSD, são apresentados na Tabela 1.

Tabela 1 - Parâmetros cristalográficos das amostras com suas adições e dos padrões de acordo com a base de dados do ICSD.

Fase	a	b	c	α	β	γ
<b>TFNO0B-1075°C</b>	4.6525	4.6525	3.0168	90	90	90
<b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	5.0386	5.0386	13.7336	90	90	120
<b>TFNO0B-1125°C</b>	4.6536	4.6536	3.0161	90	90	90
<b>TFNO6B-1125°C</b>	4.6550	4.6550	3.0149	90	90	90
<b>BFNO</b>	10.4415	10.4415	10.4415	90	90	90
<b>TFNO8B-1125°C</b>	4.6545	4.6545	3.0146	90	90	90
<b>BFNO</b>	10.4424	10.4424	10.4424	90	90	90
<b>ICSD 88417</b> <b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	5.0206(24)	5.0206(24)	13.7196(13)	90	90	120
<b>ICSD 040725</b> <b>TFNO</b>	4.650(1)	4.650(1)	3.013(1)	90	90	90
<b>ICSD 245024</b> <b>BFNO</b>	10.50364(5)	10.50364(5)	10.50364(5)	90	90	90

O refinamento da amostra calcinada identificou um pequeno resíduo de óxido de ferro que não foi identificado nas amostras sinterizadas. A proximidade dos parâmetros de rede em relação aos padrões do ICSD indica um refinamento de boa qualidade, que é confirmado pelos índices de confiança R<sub>wp</sub>, R<sub>p</sub>, S<sub>GOF</sub> (“Goodness-of-fit”) e D<sub>DW</sub>, apresentados na Tabela 2, mostrando uma boa convergência para os valores calculados<sup>(9,10)</sup>. Visto que os valores da Tabela 2 se enquadram nas condições expostas, pode-se afirmar que os refinamentos das amostras foram eficientemente realizados.

Tabela 2 - Dados do refinamento Rietveld dos difratogramas das amostras, obtidos a partir da difração de raios-X.

Fase	Massa (%)	R <sub>p</sub> (%)	R <sub>wp</sub> (%)	S <sub>GOF</sub>	D <sub>DW</sub>
TFNO0B-1075°C	99,13	8,00	10,89	0,89	0,64
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,87				
TFNO0B-1125°C	100,00	11,20	15,50	0,94	0,74
TFNO6B-1125°C	94,54	10,78	14,18	1,01	0,43
BFNO	5,46				
TFNO8B-1125°C	92,13	9,34	12,95	0,92	0,71
BFNO	7,87				

Resultados referentes ao estudo de espectroscopia de impedância das peças sinterizadas a 1125°C sem adição de Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e com adições 6% e 8% de Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, aqui apenas chamados, TFNO0B, TFNO6B, TFNO8B, são apresentados nas Figuras 2, 3 e 4, respectivamente. Na Figura 2 são mostrados os gráficos de condutividade real entre as frequências de 10 Hz a 100 KHz em várias temperaturas.

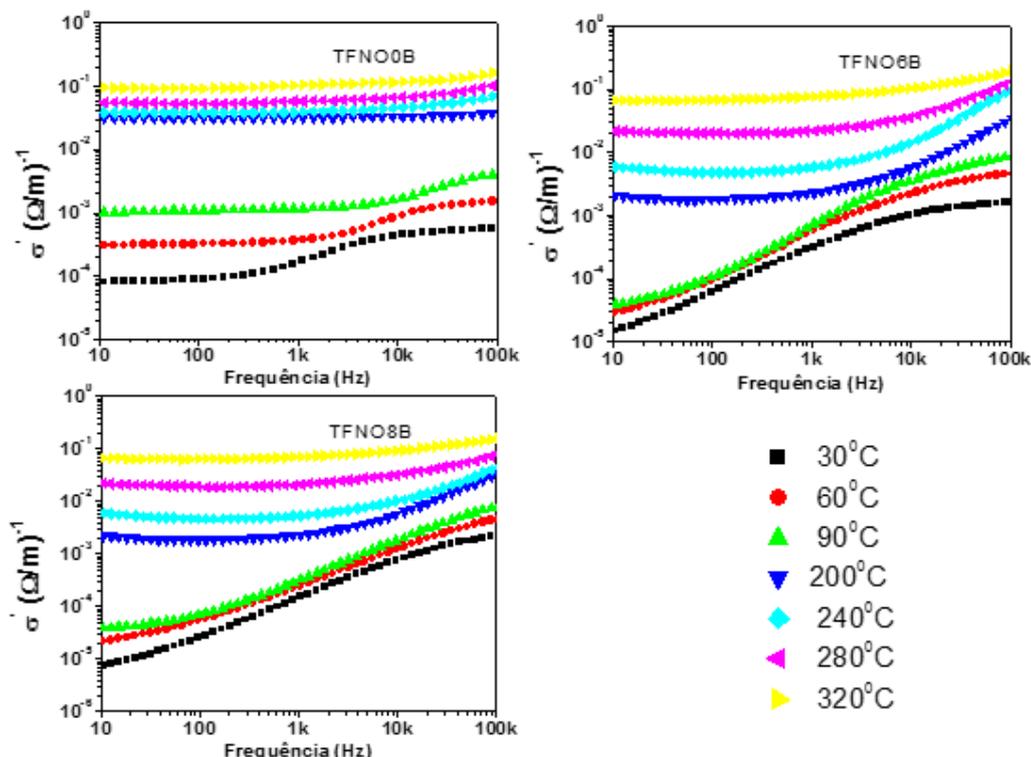


Figura 2 – Condutividade real entre as frequências de 10Hz a 100KHz em várias temperaturas para as peças pura e com adições 6% e 8% de Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

O comportamento da condutividade apresentado na Figura 2 para todos os casos é muito semelhante. Em baixas frequências os valores são praticamente constantes e passam a aumentar com o aumento da frequência, assim como, aumentam com o gradiente de temperatura, indicando claramente um aumento da energia de ativação.

A Figura 3 apresenta os gráficos de permissividade dielétrica relativa entre as frequências de 10 Hz a 100 KHz, também, para várias temperaturas.

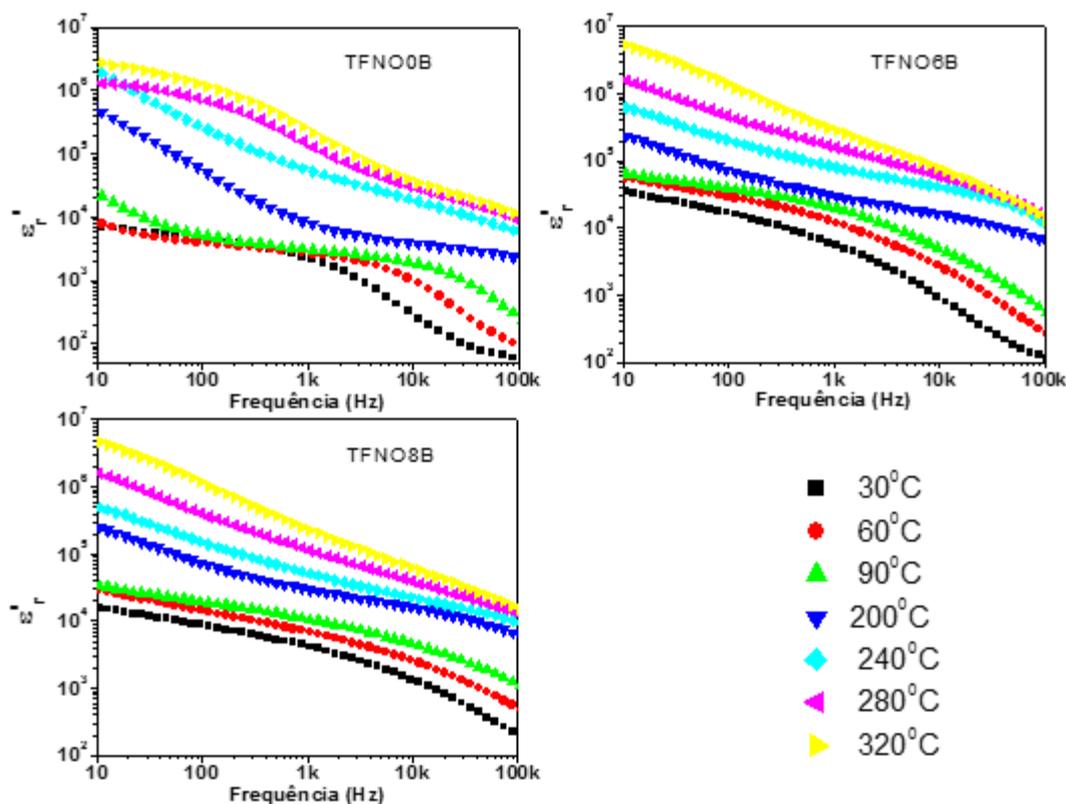


Figura 3 – Permissividade dielétrica relativa real entre as frequências de 10 Hz a 100 KHz em várias temperaturas para as peças pura e com adições 6% e 8% de  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ .

Com exceção do gráfico da amostra TFNO pura, os valores de permissividade dielétrica em temperaturas acima de 200°C tendem a convergi, isto é devido a transições de fase próximo das temperaturas de 500K e 600K, visto que os valores de máxima permissividade dielétrica relativa são da mesma ordem de grandeza do que foi relatado por Mani et al<sup>(14)</sup>.

Na Figura 4 são mostrados os gráficos de tangente de perda dielétrica a temperatura ambiente e a 240°C entre as frequências de 10 Hz a 100 KHz.

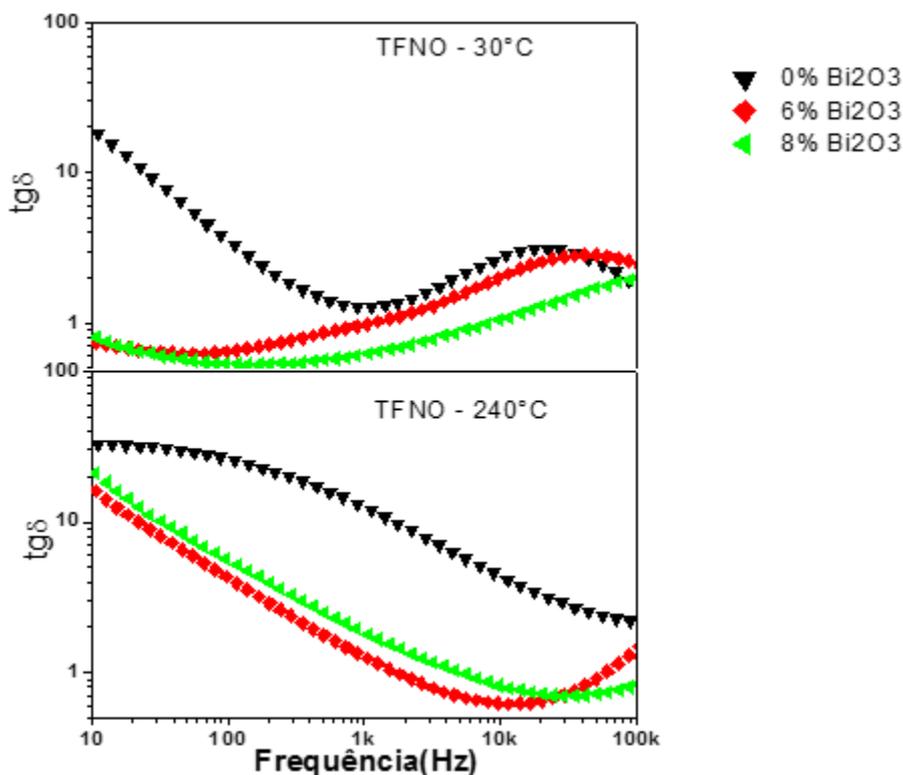


Figura 4 – Tangente de perda dielétrica das peças pura e com adições 6% e 8% de  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  a temperatura ambiente e a 240°C entre as frequências de 10 Hz a 100 KHz.

Observa-se que a tangente de perda dielétrica, em baixas frequências, em geral diminui com o aumento da adição de  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  em temperaturas próximas a ambiente, todavia em altas frequências esta redução é percebida também com o aumento da adição de  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ , mas em altas temperaturas.

Valores detalhados dos apresentados nas Figuras 2, 3 e 4 são apresentados nas Tabelas 3 e 4, onde pode-se observar da hachura mais clara para as mais escuras, de forma geral, uma redução nos valores das variáveis do estudo de espectroscopia de impedância. Na Tabela 3 são mostrados os valores de condutividade real, permissividade dielétrica relativa real e tangente de perda dielétrica a temperatura ambiente e próxima às temperaturas de transição de fase para os valores extremos de frequência (10 Hz a 100 KHz).

A Tabela 4 foi construída levando-se em conta para quais valores de frequência encontram-se os menores valores de condutividade real, tangente de perda dielétrica e maiores valores de permissividade dielétrica relativa real.

Tabela 3 - Dados de espectroscopia de impedância a temperatura ambiente e a 240°C para os valores extremos de frequência (10 Hz a 100 KHz).

TFNO	f	$\sigma'$		$\epsilon'r$		tg $\delta$	
		30°C	240°C	30°C	240°C	30°C	240°C
PURA	10 Hz	7,95E-05	3,92E-02	7285,6	<b>2,13E+06</b>	19,64622	33,15259
	100 KHZ	<b>5,78E-05</b>	<b>7,19E-02</b>	<b>58</b>	5890,1	<b>1,793631</b>	2,196709
6% de Bi2O3	10 Hz	<b>1,46E-05</b>	5,99E-03	35040,1	6,45E+05	<b>0,739775</b>	16,53541
	100 KHZ	1,62E-03	9,54E-02	115,9	11839	2,487573	1,435757
8% de Bi2O3	10 Hz	<b>7,28E-06</b>	<b>6,16E-03</b>	16099,3	5,00E+05	<b>0,80396</b>	21,94416
	100 KHZ	2,22E-03	4,52E-02	198,7	9612,8	1,988814	<b>0,835563</b>

Tabela 3 - Dados de espectroscopia de impedância a temperatura ambiente e a 240°C para frequências com menores valores de  $\sigma'$ ,  $\epsilon'r$  e tg $\delta$ .

TFNO	f	$\sigma'$		$\epsilon'r$		tg $\delta$	
		30°C	240°C	30°C	240°C	30°C	240°C
PURA	1KHz	1,62E-04	3,94E-02	2275,37	5,65E+04	<b>1,283246</b>	12,57422
	100 KHZ	<b>5,78E-05</b>	<b>7,19E-02</b>	<b>58</b>	5890,05	3,535371	2,196709
6% de Bi2O3	61 Hz	<b>4,28E-05</b>	4,89E-03	20067,89	<b>2,59E+05</b>	<b>0,628899</b>	5,583428
	11,6 KHZ	1,09E-03	1,57E-02	789,94	39281,41	2,128546	<b>0,619629</b>
8% de Bi2O3	139,7 Hz	<b>3,27E-05</b>	4,70E-03	7978,47	1,27E+05	<b>0,527424</b>	4,759422
	32 KHZ	1,46E-03	1,92E-02	556,83	15417,93	1,479468	0,699306

## CONCLUSÃO

A partir dos resultados obtidos podemos perceber que acima da temperatura de 1075°C a amostra apresentou uma estrutura do tipo rutilo como esperado e já relatada por outros autores<sup>(4,5,11,14,15)</sup>.

Os difratogramas refinados pelo método de Rietveld mostram claramente a evolução da adição por meio do aparecimento de novos picos em 2 $\theta$  próximos de 35°, 40°, 43°, 58° e 69°, aproximadamente.

O refinamento confirmou para as amostras uma estrutura TFNO tetragonal-rutilo  $P 42/m n m(136)$ , majoritária e uma estrutura BFNO cúbico  $F d -3 m Z(227)$ , correspondente às adições de  $Bi_2O_3$ .

A alta condutividade das amostras pode ser, de acordo com Yao e Liu<sup>(5)</sup>, devido a vacâncias de oxigênio que pode levar a flutuações de valência de íons de Fe (do estado +3 para o estado +2).

Os menores valores de condutividade real foram obtidos para maiores adições  $Bi_2O_3$  (8%) e próximo à região de baixas frequências, como esperado.

A tangente de perda dielétrica diminuiu com o aumento da adição e tende a ter menor diferença entre as regiões de baixa e alta frequências conforme aproxima-se da região de elevadas temperaturas ou próximo a temperatura de transição de fase (Vide Tabelas 3 e 4). Mesmo sendo valores ainda elevados, são valores típicos de materiais relaxadores ferroelétricos<sup>(5)</sup>.

Na região de temperaturas mais elevadas, próximas as transições de fase, são obtidos valores de permissividade dielétrica mais elevados. Este resultado favorece uma tomada de decisão entre uma permissividade dielétrica não tão baixa para uma tangente de perda dielétrica não tão alta em frequências e temperaturas relativamente altas. Esta decisão mostrará a melhor aplicação da cerâmica como dispositivos para microondas (MO) ou radiofrequência (RF).

## AGRADECIMENTOS

A Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – CAPES e a Universidade Federal do Ceará – UFC.

## REFERÊNCIAS

- (1) Moulson, A. J.; Herbet, J. M.; *Electroceramics: Materials, Properties and Applications*, 2<sup>nd</sup>, Wiley, 2003.
- (2) M. T. Sebastian, *Dielectric Materials for Wireless Communication*, Elsevier Science, Amsterdam, 2008, pp. 161-196 & 379-428.
- (3) Y.-H., Chu et al. Electric-field control of local ferromagnetism using a magnetoelectric multiferroic. *Nature Materials*, v.7, p.478-482, 2008.

- (4) M. A. Tena, G. Monrós, J. Carda, V. Cantavella and P. Escribano. *J. Sol-Gel Sci. and Techn.*, 2, 381-385 (1994).
- (5) Yao, G.; Liu, P., "Synthesis and dielectric properties of FeNbTiO<sub>6</sub> ceramics", Elsevier 405 (2010) 1955-1957.
- (6) R. Young (Ed.), *The Rietveld Method*, International Union of Crystallography Monographs on Crystal, vol. 5, Oxford University Press/IUCr, 1995.
- (7) H.M. Rietveld, *Acta Crystallogr.* 22 (1967) 151.
- (8) H. M. Rietveld, *J. Appl. Cryst.* 2 (1969) 65-67.
- (9) L. Bleicher, J.M. Sasaki, C.O. Paiva-Santos. *J. Appl. Cryst.* 33 (2000) 1189.
- (10) Young, R. A., A. Sakthivel, T. S. Moss, C. O. Paiva-Santos, *J. Appl. Cryst.*, 28, (1995) 366-367.
- (11) Tena, M.A.; Escribano, P.; Monros, G.; Carda, J.; Alarcon, J. *Materials Research Bulletin* (1992) 27, p1301-p1308.
- (12) Lufaso, M.W.; Vanderah, T.A.; Pazos, I.M.; Levin, I.; Roth, R.S.; Nino, J.C.; Provenzano, V.; Schenck, P.K. *Journal of Solid State Chemistry* (2006) 179, p3900-p3910.
- (13) R. Yimnirun, S. Ananta, P. Laoratanakul, *J. Eur. Ceram. Soc.* 25 (2005) 3535.
- (14) R. Mani, S.N. Achary, K.R. Chakraborty, S.K. Deshpande, J.E. Joy, A. Nag, J. Gopalakrishnan, A.K. Tyagi, *Journal of Solid State Chemistry* 183 (2010) 1380-1387.
- (15) R. Mani, S.N. Achary, K.R. Chakraborty, S.K. Deshpande, J.E. Joy, A. Nag, J. Gopalakrishnan, A.K. Tyagi, *Adv. Mater.* 20 (2008) 1348.

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION BY DIFFRACTION OF X-RAY AND IMPEDANCE SPECTROSCOPY THE FERROELECTRICA CERAMIC  $Ti_{0.4}Fe_{0.3}Nb_{0.3}O_2$  (TFNO) WITH ADDITIONS OF  $Bi_2O_3$

ABSTRACT

The ceramic  $Ti_{0.4}Fe_{0.3}Nb_{0.3}O_2$  (TFNO), was synthesized through of the solid-state reaction technique. The oxides were mixed for 7h and calcined at 1075°C for 4h. Phase TFNO was confirmed via X-ray diffraction technique (XRD) and Rietveld refinement. Were made additions of 6% and 8% of  $Bi_2O_3$  to the calcined powder, that after the pressing and sintering at 1125°C, were submitted to analysis by XRD and

impedance spectroscopy study. The X-ray diffraction technique confirm a rutile-type structure [TiO<sub>2</sub> (tP6) ] to calcined powder and to presence of two phases, Ti<sub>0.4</sub>Fe<sub>0.3</sub>Nb<sub>0.3</sub>O<sub>2</sub> (TFNO tetragonal-rutile P 42/m n m(136)) and Bi<sub>1.721</sub>Fe<sub>1.056</sub>Nb<sub>1.134</sub>O<sub>7</sub> (BFNO cubic F d -3 m Z(227)), for samples sintered. The impedance spectroscopy reveal in 240°C, to TFNO with addition of 8% at 100 KHz, the following results:  $\sigma' = 0,0452(\Omega.m)^{-1}$ ;  $\epsilon_r' = 9613$  e  $\text{tg}\delta = 0,83556$ .

Key – words: Solid-state reaction, impedance spectroscopy, dielectric permittivity.