OBTENÇÃO DE PÓS DE ZIRCÔNIA TOTALMENTE ESTABILIZADA COM ÍTRIA UTILIZANDO CLARA DE OVO COMO MEIO DE COMPLEXAÇÃO

Rafaella Siqueira Rodrigues Batista (PIBIC), Adriana Scoton Antonio Chinelatto (Orientadora), e-mail: adrianachinelatto@gmail.com

Universidade Estadual de Ponta Grossa/Departamento de Engenharia de Materiais.

Engenharia de Materiais e Metalúrgica, Materiais não Metálicos, Cerâmicos.

Palavras-chave: zircônia, síntese, ovalbumina.

Resumo

Muitos trabalhos têm relatado sucesso na produção de pós cerâmicos utilizando clara de ovo como agente formador de gel. Uma das principais motivações de utilizar a clara de ovo contendo ovalbumina, substituindo outros materiais comumente utilizados, é o seu baixo custo, além de sua natureza biodegradável, ausência de toxicidade e abundância na natureza. Assim, o objetivo desse projeto foi estudar a síntese de pós de zircônia estabilizada com 8% mol de ítria, utilizando clara de ovo como meio de complexação. Para obtenção dos pós foi feita a mistura dos óxidos em meio aquoso com clara de ovo fresca, sendo essa solução seca, calcinada e desaglomerada, para melhor compactação durante prensagem. Esses pós foram caracterizados por XDR, DTA e MEV. Os pós obtidos foram conformados e sinterizados a 1550°C. A caracterização das amostras sinterizadas foi feita por medidas de densidade aparente e retração linear. Os resultados mostraram que foi possível obter a fase zircônia nas temperaturas de calcinação estudadas e as amostras sinterizadas apresentaram densidades relativamente altas.

Introdução

Métodos químicos para obtenção de pós cerâmicos têm sido pesquisados [1,2]. Apesar de permitirem controle da composição e tamanho de partícula, existem problemas de formação de aglomerados, baixo rendimento e custo dos reagentes. Lyckfeldt e colaboradores [3] utilizaram ovalbumina como agente formador de gel em suspensões cerâmicas aquosas e Aghababazadeh e colaboradores [4] utilizaram a própria clara de ovo como meio para a obtenção de alumina.

A clara de ovo é constituída por água e proteínas, dentre elas a ovalbumina. Devido a estrutura química da ovalbumina, os sítios carregados permitem a associação de íons solvatados em solução [4]. Estas propriedades e a boa solubilidade em água, motivaram sua utilização como meio de reação para sintetizar pós cerâmicos que, após tratamento térmico, apresentaram sucesso na produção de pós cerâmicos de uma maneira simples, econômica e ambientalmente sustentável [5-8].

A zircônia apresenta três fases polimorfas bem definidas. A fase monoclínica é estável até 1170°C, onde ocorre a transformação para a fase tetragonal, estável até 2370°C. Entre as temperaturas de 2370°C e 2680°C a zircônia encontra-se na fase cúbica. A transformação de fase de tetragonal para monoclínica no resfriamento está associada com um aumento de 3 a 5% no volume, impossibilitando utilização de zircônia pura [9]. Para a utilização a temperatura ambiente, a zircônia deve ser

dopada com óxidos Y_2O_3, CaO, MgO, e óxidos de terras raras, para impedir que essa transformação ocorra. A estabilização pode ser total, quando há presença somente de fase cúbica, ou parcial, quando ocorre a presença de fase monoclínica ou tetragonal. Isso depende da quantidade de dopante utilizado [10].

O objetivo desse projeto foi estudar a síntese de pós de zircônia estabilizada com 8% mol de ítria, utilizando clara de ovo como meio de complexação.

Materiais e Métodos

Para a preparação da solução realizou-se a mistura da clara de ovo fresca, com o oxicloreto de zircônio IV hidratado ($ZrOCl.8H_2O$) e nitrato de ítrio $Y(NO_3)_3.6H_2O$Colocou-se em um misturador mecânico e adicionou-se NH_4OH até que o pH fosse ajustado para 8.

Essa solução foi colocada numa manta aquecedora por 24 horas, e em seguida foi pré-calcinada na mufla na temperatura de 350°C por 2 horas, com taxa de aquecimento de 10°C/min. O pó resultante foi moído e caracterizado por difração de raios X (DRX) feita com uma velocidade de varredura de 2º/mim e 2θ variando de 5 a 90º, num equipamento Ultima IV/Rigaku e análise térmica diferencial e termogravimétrica (ATD/TG) na faixa de temperatura de 20°C a 1280°C, com taxa de aquecimento de 10°C/min, num equipamento NETSCH, modelo STA 409.

O pó foi então calcinado nas temperaturas de 600°C, 900°C e 1100°C por 2 horas, com taxa de aquecimento de 10°C/min. A caracterização foi feita por DRX e microscopia eletrônica de varredura (MEV) em um equipamento Shimadzu, SSX-550. Após a calcinação, os pós foram desaglomerados em moinho de bolas, utilizando álcool isopropílico e esferas de zircônia, por 4 horas. Após desaglomeração, os pós foram passados em peneira malha 200 e prensados uniaxialmente em molde cilíndrico de 6 mm, pressão de 90 MPa. As amostras foram sinterizadas num forno elétrico, numa temperatura de 1550°C por 2 horas e comtaxa de aquecimento de 10°C/min.

As amostras sinterizadas foram caracterizadas por medidas de densidade aparente, feita pelo Princípio de Arquimedes e por medidas de retração linear.

Resultados e Discussão

A figura 1 apresenta a micrografia dos pós calcinados a 1100ºC. Observa-se que os pós apresentam morfologia esférica e presença de aglomerados. Devido a isso, foi feita a desaglomeração dos pós em moinho de bolas.

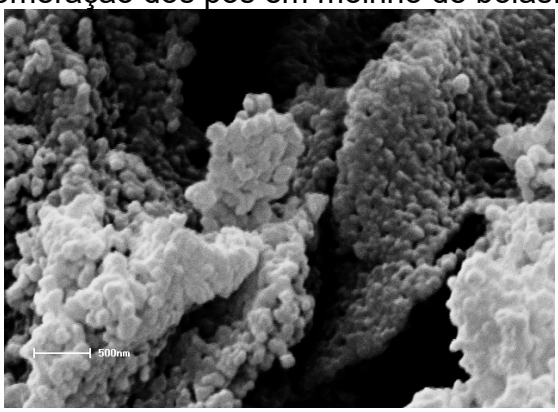


Figura 1 – Micrograda do pó calcinado a 1100°C

Na curva de ATD/TG apresentada na figura 2, observa-se um pico a 110°C referente à perda de água e um pico entre 500°C e 800°C referente à formação da fase zircônia, utilizada para determinar a faixa de temperatura para calcinação dos pós. A partir da curva de TG notou-se também a perda de massa em torno de 35%, referente aos compostos orgânicos presentes na síntese do material, que se degradam até 600°C

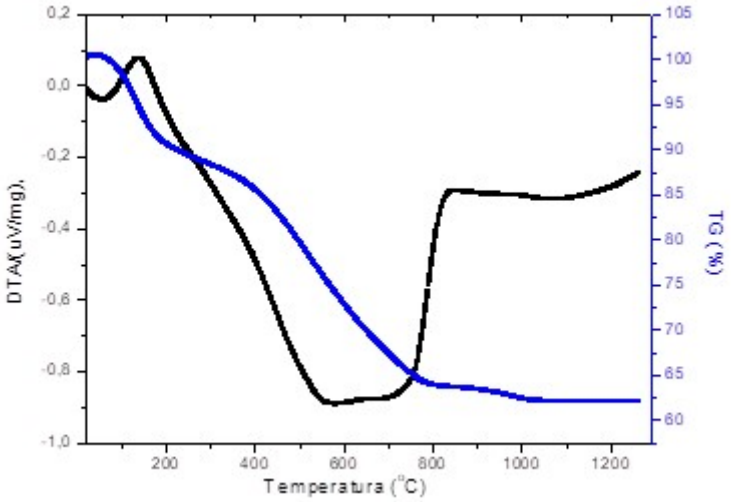


Figura 2 – DTA e TG do pó pré-calcinado a 350°C

A difração de raios X dos pós calcinados a 1100°C, 900°C, 600°C e 350°C são apresentados na figura 3. Observa-se que a 350ºC ocorre a presença de picos de zircônia cúbica. Com o aumento da temperatura de calcinação, os picos se tornam mais definidos, indicando maior cristalização. Observa-se também a presença de picos de zircônia monoclínica, indicando a obtenção de zircônia parcialmente estabilizada

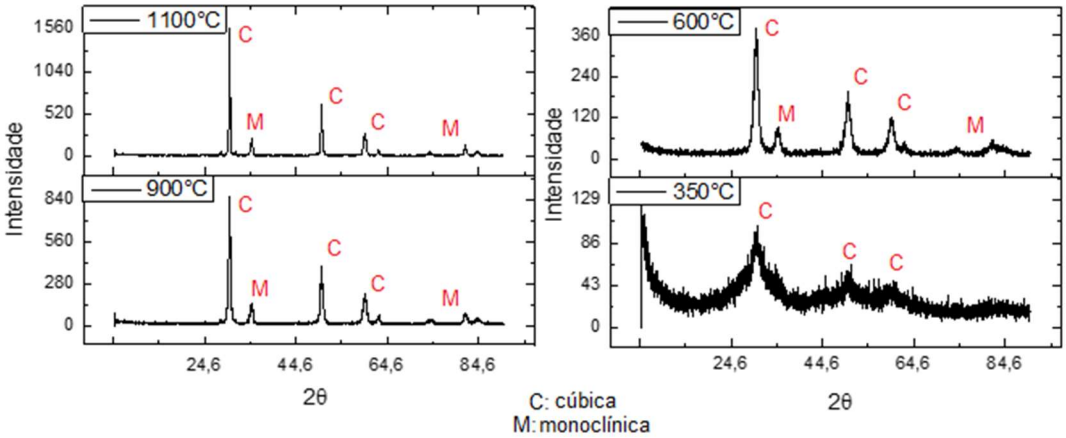


Figura 3 – XDR pós de zircônia com 8% ítria calcinados a 350°C, 600°C, 900°C e 1100°C

A densidade aparente, % da densidade teórica e a retração linear das amostras sinterizadas a partir dos pós calcinados é apresentada na Tabela 1. Analisando a Tabela 1 pode-se observar que, com o aumento da temperatura de calcinação, densidade alcançada foi maior, sendo que os pós calcinados a 1100°C, atingiram densidades em torno de 95,6% da densidade teórica. A retração linear ocorre devido a densificação da amostra durante a sinterização.

Tabela 1 – Densidade aparente, % densidade teórica e retração linear

	Amostras	Densidade aparente (g/cm^3)	% densidade teórica (%)	Retração linear (%)
8% Y_2O_3	600°C	5,304	89,90	24,77
	900°C	5,424	91,93	21,98
	1100°C	5,641	95,61	19,66

Conclusões

A utilização de clara de ovo como meio de complexação é viável para a produção de pós de zircônia, pois na pré-calcinação e já foi possível observar a formação da fase de zircônia cúbica. Nas temperaturas maiores de calcinação foi observada também a presença da zircônia monoclínica. Os pós calcinados nas diferentes temperaturas e sinterizados apresentaram densidades relativamente altas.

Agradecimentos

Agradeço à Fundação Araucária pela bolsa de iniciação científica e a UEPG pelo apoio na realização desse projeto.

Referências

[1] BEHBAHANI A., ROWSHANZAMI, S.; ESMAEILIFAR, A. Hydrothermal synthesis of zirconia nanoparticles from commercial zirconia **Procedia Engineering,** 42 (2012),908 – 917.
[2] HESHMATPOUR, F.; AGHAKHANPOUR, R. B. Synthesis and characterization of nanocrystalline zirconia powder by simple sol–gel **Powder Technology**, 205 (2011) 193–200.
[3] LYCKFELDT, O.; BRANDT, J.; LESCA, S. Porous alumina through protein foaming consolidation method: Effect of stirring time and drying temperature on the physical properties **Journal of the European Ceramic Society**, 20, (2000), 2551-2559.
[4] AGHABABAZADEH, R.; MIRHABIBI, A. R.; POURASAD, J.; BROWN, A.; BRYDSON, R.; BANIJAMALI, S.; MAHABAD, N. A. Economical synthesis of nanocrystalline alumina using an environmentally low-cost binder. **Surface Science**, 601, (2007), 2864-2867.
[5] THANGARAY, P.; JAYAPRAKASH, R.; DURAI, S.; KUMAR, S.; RATHAPHANI, A.; NERI, G. The role of albumen (egg white) in controlled particle size and electrical conductivity behavior of zinc oxide nanoparticles. **Vacuum**, 86 (2010) 140-143.
[6] MAENSIRI, S.; MASINGBOOM, C.; BOONCHOM, B.; SERAPHIN, S. A simple route to synthesize nickel ferrite ($NiFe_2O_4$) nanoparticles using egg white. **Scripta Materialia**, 56 (2007) 797-800.
[7] AHMADOV, T. O.; DURMUS, Z.; BAYAKAL, A.; KAVAS H. A simple approach for the synthesis of Co_3O_4 nanocrystals. **Inorganic Materials**, 47 (2011) 426-430.
[8] MASINGBOON, C.; MAENSIRI, S.; YAMWONG, T.; ANDERSON, P. L.; SERAPHIN, S. Nanocrystalline $CaCu_3Ti_4O_{12}$ powders prepared by egg white solution route: synthesis, characterization and its giant dielectric properties. **Applied Physics A: Materials Science and Processing,** 91 (2008) 87-95.
[9] STEVENS, R. **Zirconia and Zirconia Ceramics**. 2 ed. New Jersey: Magnesium Elektron Ltd. 1986. 51p.
[10] LEE, W. E.; RAINFORTH, W. M. **Ceramic Microstructures**. London: Chapman & Hall, 1994, 590p.