



SÍNTESE DE ZIRCÔNIA ESTABILIZADA COM ÍTRIA VIA MÉTODO SUSTENTÁVEL USANDO CLARA DE OVO

Synthesis of yttria-stabilized zirconia by a sustainable method using egg white

Nicolas Tavares dos Santos, UTFPR-LD, nicolastavaressantos@alunos.utfpr.edu.br¹
Raphael Euclides Prestes Salem, UTFPR-LD, raphaelsalem@utfpr.edu.br²

RESUMO: Este trabalho propõe a síntese de pó ultrafino de zircônia (ZrO_2) estabilizada com ítria (Y_2O_3) utilizando o método da clara de ovo como agente complexo e gelificante, visando uma rota sustentável e econômica para a produção de cerâmicas avançadas. A zircônia apresenta polimorfismo, com fases monoclinica, tetragonal e cúbica, sendo a estabilização das fases tetragonal e cúbica fundamental para garantir resistência mecânica e durabilidade em temperatura ambiente. O método da clara de ovo, que emprega a proteína ovalbumina, permite substituir reagentes sintéticos convencionais, reduzindo o impacto ambiental dos processos tradicionais como sol-gel, Pechini e hidrotermal. Sintetizaram-se pós de zircônia com adição de 3% e 8% em mol de ítrio usando clara de ovo em solução. Os precursores foram calcinados inicialmente a 600 °C e depois a 900 °C e 1100°C. A caracterização preliminar dos pós calcinados foi realizada por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espalhamento dinâmico de luz (DLS), possibilitando a avaliação das propriedades físicas e estruturais dos pós obtidos. Os resultados parciais, que apresentam a caracterização morfológica dos pós calcinados, indicam a formação de pós em agregados micrométricos formados por partículas primárias nanométricas e arredondadas (<100 nm). O pó calcinado a 1100 °C com adição de 8% mol de ítrio apresentou maior grau de aglomeração, diferenciando-se das demais amostras. As micrografias apresentam pó de formato irregular que necessita de etapas de desaglomeração para viabilizar sua sinterabilidade.

Palavras-chave: zircônia; síntese; clara de ovo.

ABSTRACT: This work proposes the synthesis of ultrafine zirconia (ZrO_2) powder stabilized with yttria (Y_2O_3) using the egg white method as a complexing and gelling agent, aiming at a sustainable and cost-effective route to produce advanced ceramics. Zirconia exhibits polymorphism, with monoclinic, tetragonal, and cubic phases. The stabilization of the tetragonal and cubic phases is essential to ensure mechanical strength and durability at room temperature. The egg white method, which employs the protein ovalbumin, enables the replacement of conventional synthetic reagents, reducing the environmental impact of traditional processes such as sol-gel, Pechini, and hydrothermal methods. Zirconia powders were synthesized with 3 mol% and 8 mol% yttrium additions, using egg white in solution. The precursors were calcined first at 600 °C and then at 900 °C and 1100 °C. Preliminary characterization of the calcined powders was performed by scanning electron microscopy (SEM) and dynamic light scattering (DLS), allowing the evaluation of the physical and structural properties of the obtained powders. Partial results, focusing on the morphological characterization of the calcined powders, indicate the formation of micrometric aggregates composed of rounded primary nanoparticles (<100 nm). The powder calcined at 1100 °C with 8 mol% yttrium addition showed a higher degree of agglomeration, distinguishing it from the other samples. The micrographs reveal an irregularly shaped powder that requires deagglomeration steps to enable suitable sinterability.

Keywords: zirconia; synthesis; egg white.



1. INTRODUÇÃO

A zircônia (ZrO_2) é um material cerâmico de alto desempenho amplamente utilizado em aplicações como próteses odontológicas, implantes ósseos, revestimentos refratários e componentes estruturais. Suas excelentes propriedades mecânicas, elétricas e térmicas a tornam um material versátil e promissor para tecnologias avançadas. Contudo, devido ao seu polimorfismo, manifestando fases monoclinica, tetragonal e cúbica, a zircônia pura apresenta limitações estruturais, uma vez que a fase monoclinica, estável em temperatura ambiente, sofre expansão volumétrica durante o resfriamento, gerando tensões e trincas no material sinterizado (KINGERY; CHIANG; BIRNIE, 1996).

A fim de garantir estabilidade e desempenho em temperatura ambiente, é necessário estabilizar as fases tetragonal e cúbica, geralmente por meio da adição de dopantes como o óxido de ítrio (Y_2O_3). Essa dopagem permite manter as fases de maior resistência e durabilidade, tornando a zircônia estabilizada um material de grande interesse tecnológico. O controle das fases cristalinas é, portanto, essencial para otimizar suas propriedades e expandir seu uso em diferentes aplicações (CARTER; NORTON, 2013).

Com o avanço da busca por rotas de síntese mais sustentáveis, o método da clara de ovo surge como uma alternativa inovadora e ecológica, utilizando a proteína ovalbumina como agente gelificante e complexante. Essa rota substitui reagentes sintéticos convencionais, reduzindo o impacto ambiental e simplificando o processo em comparação com métodos tradicionais, como sol-gel, Pechini e hidrotermal (DHARA, 2005; GRZEBIELUCKA, 2009; LIU et al., 2019). Assim, o presente trabalho propõe a síntese de zircônia estabilizada com ítria pelo método da clara de ovo, investigando a influência da proporção entre proteína e sais metálicos nas propriedades estruturais, térmicas e morfológicas dos pós cerâmicos obtidos.

2. METODOLOGIA

A síntese dos pós de zircônia foi realizada em béquer de 250 mL contendo solução aquosa com 16,112 g de oxicloreto de zircônio octa-hidratado ($ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$) e 1,184 g de nitrato de ítrio hexa-hidratado ($Y(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$), correspondendo a 3% em mol de Y_2O_3 , à qual foram adicionados 50 mL de clara de ovo fresca. A mistura foi mantida sob



agitação magnética a 60 °C por uma hora, obtendo-se uma solução homogênea amarelada, posteriormente deixada em repouso a 110 °C por 24 h e desaglomerada até a formação de um pó fino. O procedimento foi repetido com 8% em mol de ítrio, mantendo a mesma massa de oxicloreto. Após a secagem, os precursores foram desaglomerados, pesados e submetidos a calcinação em mufla a 600 °C, sendo posteriormente divididos em porções iguais e calcinados a 900 °C e 1100 °C, por 2 horas, com taxa de aquecimento de 5 °C/min.

O tamanho médio de partícula (diâmetro hidrodinâmico), e a distribuição de tamanho de partícula, foram analisados a partir da técnica DLS - Espalhamento Dinâmico de Luz, com o equipamento modelo Litesizer DLS 500, marca Anton Paar, usando como solvente a água, com agitação manual. A morfologia dos pós calcinados foi analisada por microscopia eletrônica de varredura (MEV), usando um microscópio Vega, Tescan, com metalização em ouro e aquisição de imagens no modo de elétrons secundários.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

A Tabela 1 apresenta os dados obtidos a partir da análise de tamanho e distribuição de tamanho de partícula pela técnica de DLS. Nas amostras de zircônia preparadas com 8% em mol de ítrio, verificou-se um aumento expressivo no tamanho das partículas e elevado desvio padrão, se comparado com as amostras com 3% em mol de ítrio. O índice de polidispersividade, situado entre 0,2690 e 0,2917 para todas as amostras, indica dispersões com variação larga de tamanho de aglomerado e uma alta heterogeneidade no sistema.

Tabela 1 - Dados obtidos da análise por DLS dos pós calcinados.

Amostra	Diâmetro médio hidrodinâmico [nm]	Desvio padrão do diâmetro [nm]	Índice médio de polidispersividade
ZrO ₂ -3% mol Y/900°C	1554,83	567,92	0,2690
ZrO ₂ -3% mol Y/1100°C	1403,67	300,29	0,2763
ZrO ₂ -8% mol Y/900°C	1477,74	936,7	0,2917
ZrO ₂ -8% mol Y/1100°C	6931,54	4757,09	0,2857

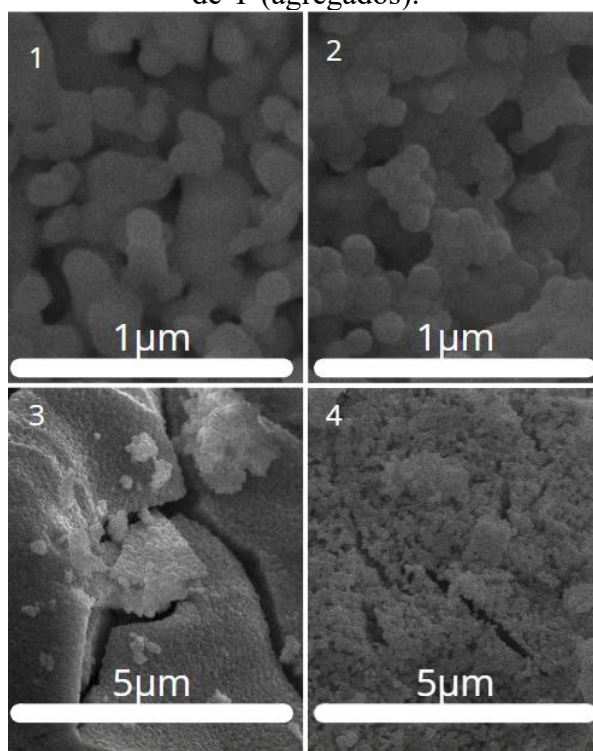
Fonte: Autoria própria (2025).

As micrografias obtidas pela microscopia eletrônica de varredura (Figura 1) permitiram validar os dados obtidos pela técnica DLS na formação de pós altamente



agregados em formatos irregulares e na faixa de tamanho micrométrica. Os agregados são formados por nanopartículas uniformes e mais arredondadas, com tamanhos inferiores a 100 nm de diâmetro. Estes resultados preliminares demonstram que o método sustentável da clara de ovo é eficiente para a formação de óxidos de tamanho de partícula nanométrico, porém, devido ao alto grau de agregação irregular, para poder ser usado na produção de peças, estima-se que sejam necessárias etapas de moagem para diminuição de tamanho de agregado, desta forma modificando a morfologia do pó e aumentando a sua sinterabilidade e consequente densificação (LIU et al., 2019).

Figura 1 – Micrografias dos pós de zircônia estabilizados com ítrio calcinados a 1100 °C: (1) pó com 3 mol% de Y (superfície dos agregados); (2) pó com 8 mol% de Y (superfície dos agregados); (3) pó com 3 mol% de Y (agregados); (4) pó com 8 mol% de Y (agregados).



Fonte: Autoria Própria (2025).

4. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Nesse estudo foram apresentados os resultados preliminares da síntese sustentável da zircônia estabilizada com ítria usando clara de ovo como agente complexante. Como visto na análise de DLS, as amostras contendo 3% em mol de ítrio apresentam partículas com menor diâmetro médio hidrodinâmico e menor desvio padrão em relação às amostras



com 8%, indicando uma distribuição de tamanhos mais uniformes e estável. O índice de polidispersividade confirma que o sistema apresenta dispersões heterogêneas e presença de aglomerados, o que também foi evidenciado pelas micrografias de MEV. As imagens revelaram estruturas agregadas e irregulares em escala micrométrica, formadas por nanopartículas arredondadas e inferiores a 100 nm, validando as análises de DLS e demonstrando coerência entre as técnicas de caracterização.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao Laboratório Multiusuário do Campus Londrina da UTFPR (LabMult-LD) pelas caracterizações apresentadas neste trabalho.

REFERÊNCIAS

CARTER, C. B.; NORTON, M. G. **Ceramic Materials: Science and Engineering**. 2 ed. London: Springer, 2013.

DHARA, S. Synthesis of nanocrystalline alumina using egg white. **Journal of The American Ceramic Society**, v. 88, n. 7, p. 2003-2004, 2005.

GRZEBIELUCKA, E. C. **Obtenção e sinterização de nanopartículas de ZrO₂-4,5% Y₂O₃**. Orientador: Prof. Dr. Adilson Luiz Chinelatto. 2009. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência de Materiais) – Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2009.

KINGERY, D. W.; CHIANG, Y. M.; BIRNIE, D. P. **Physical Ceramics: Principles for Ceramics Science**. New York: John Wiley, 1996.

LIU, X.; LI, K.; WU, C.; ZHOU, Y.; PEI, C. Egg white-assisted preparation of inorganic functional materials: A sustainable, eco-friendly, low-cost and multifunctional method. **Ceramics International**, v. 45, p. 23869-23889, 2019.