

# RESSALVA

Atendendo solicitação do(a)  
autor(a), o texto completo desta tese  
será disponibilizado somente a partir  
de 02/03/2019.

UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA  
FACULDADE DE ENGENHARIA DE BAURU  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA

RUBENS ROBERTO INGRACI NETO

**Efeitos de um campo elétrico na viscosidade e no mecanismo de riscamento do vidro  
soda-cal-sílica**

Bauru  
2018

RUBENS ROBERTO INGRACI NETO

**Efeitos de um campo elétrico na viscosidade e no mecanismo de riscamento do vidro  
soda-cal-sílica**

Tese apresentada à Faculdade de Engenharia de  
Bauru da Universidade Estadual Paulista para  
obtenção do título de Doutor em Engenharia  
Mecânica.

Área de Concentração: Processos de Fabricação

Orientador: Prof. Dr. Luiz Eduardo de Angelo  
Sanchez

Bauru

2018

Ingraci Neto, Rubens Roberto.

Efeitos de um campo elétrico na viscosidade e no mecanismo de riscamento do vidro soda-cal-sílica / Rubens Roberto Ingraci Neto, 2018  
138 f. : il.

Orientador: Luiz Eduardo de Angelo Sanchez

Tese (Doutorado)-Universidade Estadual Paulista. Faculdade de Engenharia, Bauru, 2018

1. Vidro soda-cal-sílica. 2. Campo elétrico. 3. Viscosidade. 4. Ensaio de riscamento. 5. Transição dúctil-frágil. I. Universidade Estadual Paulista. Faculdade de Engenharia. II. Título.

**ATA DA DEFESA PÚBLICA DA TESE DE DOUTORADO DE RUBENS ROBERTO INGRACI NETO, DISCENTE DO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA, DA FACULDADE DE ENGENHARIA - CÂMPUS DE BAURU.**

Aos 02 dias do mês de março do ano de 2018, às 14:00 horas, no(a) Anfiteatro da Seção Técnica de Pós-graduação da FEB, reuniu-se a Comissão Examinadora da Defesa Pública, composta pelos seguintes membros: Prof. Dr. LUIZ EDUARDO DE ANGELO SANCHEZ - Orientador(a) do(a) Departamento de Engenharia Mecânica / Faculdade de Engenharia de Bauru, Prof. Dr. CESAR RENATO FOSCHINI do(a) Departamento de Engenharia Mecânica / Faculdade de Engenharia de Bauru, Prof. Dr. ARTHUR ALVES FIOCCHI do(a) Departamento de Engenharia Mecânica / Universidade Federal de Uberlândia, Prof. Dr. CARLOS ALBERTO FORTULAN do(a) Departamento de Engenharia Mecânica / Universidade de São Paulo/São Carlos, Prof. Dr. OSCAR PEITL FILHO do(a) Depto. de Engenharia de Materiais / DEMa/São Carlos - Ufscar, sob a presidência do primeiro, a fim de proceder a arguição pública da TESE DE DOUTORADO de RUBENS ROBERTO INGRACI NETO, intitulada **EFEITOS DE UM CAMPO ELÉTRICO NA VISCOSIDADE E NO MECANISMO DE RISCAMENTO DO VIDRO SODA-CAL-SÍLICA**. Após a exposição, o discente foi arguido oralmente pelos membros da Comissão Examinadora, tendo recebido o conceito final: APROVADO. Nada mais havendo, foi lavrada a presente ata, que após lida e aprovada, foi assinada pelos membros da Comissão Examinadora.

Prof. Dr. LUIZ EDUARDO DE ANGELO SANCHEZ

Prof. Dr. CESAR RENATO FOSCHINI

Prof. Dr. ARTHUR ALVES FIOCCHI

Prof. Dr. CARLOS ALBERTO FORTULAN

Prof. Dr. OSCAR PEITL FILHO

## **AGRADECIMENTOS**

À Deus, que preencheu minha vida de alegrias, luz e alento nestes anos.

À minha esposa, Camila Mayumi Abe Ingraci, pelo amor, companhia e novos sonhos.

Aos meus pais, Rosely Mariani Ingraci e Rubens Roberto Ingraci Júnior, pelo amor, incentivo e ensinamentos que trago comigo.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Luiz Eduardo de Angelo Sanchez, por sua confiança, tempo e amizade.

Ao Prof. Dr. Rishi Raj pela gentil recepção na Universidade do Colorado e por participar significativamente do desenvolvimento deste trabalho.

Ao Prof. Dr. Arthur Alves Fiocchi, que estava presente na época do surgimento da ideia e se envolveu nas diversas etapas desse trajeto.

Aos meus amigos no Laboratório de Tecnologia da Usinagem e no Laboratório de Metrologia, Cristian Otuka, Fabrício Giarretta, Lucas Nogueira, Renan Fragelli e Vicente Gerlin, pelas contribuições à pesquisa e por compartilharem da sorte dessa minha caminhada.

Aos amigos que fiz no período que estive em Boulder, Devinder Yadav, Emanuelle Sortino e Punith Gowda, aos quais sou grato por compartilharem seu tempo, experiência e momentos de diversão.

Ao técnico do Laboratório de Materiais de Construção Mecânica, Hamilton José de Mello, pelo inestimável auxílio e amizade.

Ao Prof. Dr. Luís Augusto Rocha por disponibilizar o microscópio eletrônico de varredura e ao Dr. Fábio Bossoi Vicente, pela assistência na operação.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pela Bolsa de Estudos concedida.

*“Nenhum problema pode ser resolvido com o mesmo nível de pensamento que o criou”.*

(Albert Einstein)

## RESUMO

Nesta tese se investigou a redução da viscosidade do vidro soda-cal-sílica induzida pela ação de um campo elétrico e o aproveitamento desse efeito na inibição da nucleação de trincas durante o riscamento, que introduz danos similares aqueles característicos da usinagem por abrasão; assim, se introduziu um novo caminho para usinagem em modo dúctil de materiais frágeis. Os danos que são inseridos nos materiais frágeis como vidros e cerâmicas avançadas pelas etapas tradicionais de usinagem prejudicam a aplicação destes em componentes de alta confiabilidade com exatidão dimensional e geométrica. Uma vez que o regime plástico destes materiais pode ser acentuado por um campo elétrico, estudou-se a hipótese de que um método de usinagem assistido por campo elétrico pode vencer as fronteiras dos processos convencionais. Examinaram-se as relações entre o campo elétrico e a redução na viscosidade do vidro por meio de ensaios de compressão. Amostras cilíndricas aquecidas a uma taxa de 10 °C/min e comprimidas com uma tensão inicial de 3 MPa revelaram que a temperatura de amolecimento decresceu de maneira exponencial com o aumento da intensidade do campo elétrico aplicado, caindo de 543 °C para 418 °C quando sob um campo elétrico de 1 000 V/cm. Os ensaios de compressão isotérmicos com a temperatura do forno a 400 °C, 500 °C e 550 °C e campo elétrico de 1 000 V/cm, evidenciaram que após o início da condução da corrente elétrica pelo vidro sua viscosidade diminuiu em até 1000 vezes e se estabilizou, tal como a potência elétrica que era dissipada. Isso levou a conjectura de um equilíbrio térmico como consequência da cooperação entre o aquecimento Joule e a relaxação elétrica do vidro sob a ação do campo elétrico, o que permitiu o movimento dos íons de sódio e potássio e também dos pares de elétrons e buracos, resultando na relaxação estrutural e redução da viscosidade. Não obstante, este comportamento foi reversível nos testes realizados com campo elétrico pulsado, o que é essencial para um processo de usinagem, pois permite que o material seja deformado ou removido facilmente, mas, uma vez cessada a aplicação do campo elétrico, o produto final retorna às propriedades mecânicas iniciais desejadas. De fato, os ensaios de riscamento, que guardam analogias com os processos de usinagem, demonstraram que a aplicação de um campo elétrico de 1 200 V/cm inibiu a nucleação de trincas em anel e radiais ao longo dos riscos produzidos com carregamentos verticais de 14 N, 24 N e 64 N por um riscador de diamante cônico de raio de ponta 0,5 mm no vidro aquecido a 484 °C. A menor densidade espacial de trincas, ou seja, o maior espaçamento entre elas, condisse com o previsto para redução da viscosidade. Trincas mais afastadas representam volumes maiores da estrutura do vidro que se deformam plasticamente, antes que as tensões mecânicas nas bandas de cisalhamento

aumentem e resultem na ruptura das ligações do material. Estes resultados corroboram a hipótese que o amolecimento induzido por campo elétrico em materiais frágeis pode possibilitar o emprego desses em novos produtos de alta confiabilidade.

**Palavras-chave:** Vidro soda-cal-sílica. Campo elétrico. Viscosidade. Ensaio de riscamento. Transição dúctil-frágil.

## ABSTRACT

This thesis investigated the decrease of the viscosity of the soda-lime-silica glass induced by an electric field and the use of this effect in the inhibition of crack nucleation during a scratching test, which introduces damages similar to those of abrasive machining; thus presenting a new path for ductile machining of brittle materials. The damage inserted into fragile materials such as glass and advanced ceramics by traditional machining processes hamper the application of these in high reliability products with dimensional and geometric accuracy. Since the plastic regime of these materials can be accentuated by an electric field, the hypothesis that an electric field assisted machining method can overcome the boundaries of conventional processes had been studied. The relationships between the electric field and the reduction in the viscosity of the glass were examined by means of compression tests. Cylindrical samples compressed with an initial stress of 3 MPa under a constant heating rate, 10 °C/min, revealed that the softening temperature decreased exponentially with the increase of the electric field, dropping from 543 °C to 418 °C when under an electric field of 1 000 V/cm. The isothermal compression tests, with furnace temperature at 400 °C, 500 °C and 550 °C and electric field of 1 000 V/cm, showed that after the electric current began to flow through the glass, its viscosity decreased by up to 1 000 times and then stabilized, such as the electrical power being dissipated. This led to the conjecture of a thermal equilibrium as a consequence of the cooperation between the Joule heating and the electric relaxation of the glass under the action of the electric field, which allowed the movement of the sodium and potassium ions and also of the pairs of electrons and holes, resulting on structural relaxation and viscosity reduction. Withal, this behavior was reversible in tests carried out with pulsed electric field, which is essential for a machining process, since it allows the material to be deformed or easily removed, but once the electric field application has ceased, the final product returns to the desired initial mechanical properties. In fact, scratching tests, which have analogies with the machining processes, have shown that the application of an electric field of 1 200 V/cm inhibited the nucleation of ring and radial cracks along the scratches produced with vertical loads of 14 N, 24 N and 64 N by a conical diamond tool with a tip radius of 0.5 mm on glass heated at 484 °C. The lower spatial density of cracks, that is, the greater spacing between them, was in agreement with the expected reduction in viscosity. More distant cracks represent larger volumes of the glass structure that deform plastically before the mechanical stresses in the shear bands increase and result in the rupture of the material bonds. These results corroborate the hypothesis that the softening induced by electric field in fragile materials can make possible the use of these in new products of high reliability.

**Key-words:** Soda-lime-silica glass. Electric field. Viscosity. Scratching test. Ductile to brittle transition.

## LISTA DE FIGURAS

|                                                                                                                                                                                   |    |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Figura 2.1 – Estrutura cristalina e microestrutura do nitreto de silício sinterizado.....                                                                                         | 34 |
| Figura 2.2 – Envelhecimento em prótese cerâmica.....                                                                                                                              | 35 |
| Figura 2.3 – Aglomerado de partículas policristalinas.....                                                                                                                        | 37 |
| Figura 2.4 – Aglomerado esférico de zircônia TZ-3Y-E e partículas primárias.....                                                                                                  | 37 |
| Figura 2.5 – Contorno de grãos e raio de curvatura.....                                                                                                                           | 38 |
| Figura 2.6 – Vias para o transporte de massa durante a sinterização.....                                                                                                          | 39 |
| Figura 2.7 – Energias de ativação das vias de transporte por difusão.....                                                                                                         | 40 |
| Figura 2.8 – Deformação dos grãos durante a fluência.....                                                                                                                         | 42 |
| Figura 2.9 – Mecanismos da fluência difusional.....                                                                                                                               | 43 |
| Figura 2.10 – Deformação superplástica para um composto trifásico.....                                                                                                            | 45 |
| Figura 2.11 – Composto AMZ deformado superplasticamente em equipamento de SPS.....                                                                                                | 46 |
| Figura 2.12 – Influência do campo elétrico sobre a tensão de deformação do NaCl.....                                                                                              | 47 |
| Figura 2.13 – Curva tensão x deformação para o NaCl policristalino.....                                                                                                           | 48 |
| Figura 2.14 – Efeito da temperatura na curva de tensão x deformação com e sem a aplicação de campo elétrico.....                                                                  | 49 |
| Figura 2.15 – Redução no tamanho dos grãos a 585 °C com e sem campo elétrico.....                                                                                                 | 50 |
| Figura 2.16 – Ensaio de tração de alumina com aplicação de campo elétrico.....                                                                                                    | 50 |
| Figura 2.17 – Esquema da carga espacial formada no contorno do grão.....                                                                                                          | 52 |
| Figura 2.18 – Influência de um campo elétrico fraco na densificação da 3Y-TZP.....                                                                                                | 53 |
| Figura 2.19 – Artigos publicados sobre flash sintering agrupados por material.....                                                                                                | 54 |
| Figura 2.20 – Acoplamento entre a potência elétrica através da amostra e sua densificação.....                                                                                    | 55 |
| Figura 2.21 – Estágios do <i>flash sintering</i> para o forno com temperatura constante.....                                                                                      | 56 |
| Figura 2.22 – Redução na temperatura de sinterização por ação do campo elétrico.....                                                                                              | 57 |
| Figura 2.23 – Faixa de densidade de potência para ocorrência do <i>flash sintering</i> .....                                                                                      | 58 |
| Figura 2.24 – Temperatura da amostra e predição a partir do modelo de emissão do corpo negro.....                                                                                 | 59 |
| Figura 2.25 – Fotoemissão da 3YSZ no estágio III para diferentes temperaturas.....                                                                                                | 59 |
| Figura 2.26 – Temperatura de flash sintering em função do campo elétrico aplicado para corpos de prova policristalinos ou monocristalinos de zircônia estabilizada com ítria..... | 60 |
| Figura 2.27 – Contribuição nas publicações por país desde o trabalho pioneiro de Cologna et al. (2010) até abril de 2016.....                                                     | 61 |
| Figura 2.28 – Estrutura do vidro de SiO <sub>2</sub> .....                                                                                                                        | 62 |

|                                                                                                                                                     |    |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Figura 2.29 – Representação esquemática da estrutura de vidro de silicato de sódio. ....                                                            | 63 |
| Figura 2.30 – Espectro típico de difração de raio X do vidro de sílica e curva de distribuição radial.....                                          | 63 |
| Figura 2.31 – Representação esquemática da relação entalpia x temperatura. ....                                                                     | 64 |
| Figura 2.32 – <i>Potential energy landscape</i> . ....                                                                                              | 65 |
| Figura 2.33 – Relações entre a entalpia da substância, o PEL e a relaxação estrutural. ....                                                         | 67 |
| Figura 2.34 – Ação da tensão mecânica sobre o PEL e a formação de bandas de cisalhamento. ....                                                      | 68 |
| Figura 2.35 – Rede bidimensional de um vidro de sílica e rearranjo da estrutura quando sob tensão mecânica. ....                                    | 69 |
| Figura 2.36 – Mapa de correlações da deformação. ....                                                                                               | 70 |
| Figura 2.37 – Mecanismos de remoção de material na usinagem por abrasão.....                                                                        | 71 |
| Figura 2.38 – Esquema do sulco e trincas deixados por um ensaio de riscamento. ....                                                                 | 72 |
| Figura 2.39 – Influência das trincas em anel no perfil da tensão mecânica durante o riscamento. ....                                                | 73 |
| Figura 2.40 – Fotomicrografias dos riscos mostrando a formação de trincas em anéis e as bandas de cisalhamento em vidro soda-cal-sílica. ....       | 74 |
| Figura 2.41 – Influência da razão entre a força tangencial e a força normal na geometria da trinca em anel. ....                                    | 74 |
| Figura 2.42 – Bandas de cisalhamento ao longo de risco em metal vítreo. ....                                                                        | 75 |
| Figura 2.43 – <i>Self healing</i> de vidro soda-cal-sílica a 620 °C e umidade relativa de 75%.....                                                  | 76 |
| Figura 2.44 – Representação esquemática dos mecanismos de condução iônica em vidro de silicato. ....                                                | 77 |
| Figura 2.45 – Amolecimento do vidro soda-sílica induzido por campo elétrico durante um ensaio de compressão com taxa de aquecimento constante. .... | 78 |
| Figura 2.46 – Etapas do EFIS. ....                                                                                                                  | 79 |
| Figura 2.47 – Contração linear das amostras de vidro durante o <i>flash sintering</i> em ensaio com taxa de aquecimento constante. ....             | 80 |
| Figura 2.48 – Formação de oxigênio gasoso durante o <i>flash sintering</i> de vidro de silicato. ...                                                | 81 |
| Figura 3.1 – Corpo de prova do ensaio de riscamento.....                                                                                            | 84 |
| Figura 3.2 – Cabeçote com rolamento linear e isolado eletricamente. ....                                                                            | 86 |
| Figura 3.3 – Riscador de ponta única de diamante. ....                                                                                              | 86 |
| Figura 3.4 – Conjunto montado para adaptação da fresadora.....                                                                                      | 87 |
| Figura 3.5 – Fonte de tensão e miliamperímetro. ....                                                                                                | 88 |

|                                                                                                                                           |     |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Figura 3.6 – Queda na temperatura do corpo de prova. ....                                                                                 | 89  |
| Figura 3.7 – Preparação dos corpos de prova para os ensaios de compressão.....                                                            | 91  |
| Figura 3.8 – Aparato para os ensaios de compressão aquecidos sob campo elétrico.....                                                      | 92  |
| Figura 4.1 – Redução da temperatura de amolecimento com a aplicação de campos elétricos.<br>.....                                         | 96  |
| Figura 4.2 – Relação exponencial da queda na temperatura de amolecimento com a intensidade<br>do campo elétrico.....                      | 96  |
| Figura 4.3 – Redução da viscosidade do material sob a ação do campo elétrico.....                                                         | 97  |
| Figura 4.4 – Efeitos da corrente elétrica e da temperatura do forno na deformação plástica...                                             | 99  |
| Figura 4.5 – Redução e estabilização da viscosidade sobre ação do campo elétrico. ....                                                    | 100 |
| Figura 4.6 – Evolução da viscosidade nos ensaios isotérmicos a 550 °C.<br>.....                                                           | 100 |
| Figura 4.7 – Evolução da viscosidade nos ensaios isotérmicos a 400 °C.....                                                                | 101 |
| Figura 4.8 – Densidade de potência para diferentes temperaturas do forno.....                                                             | 102 |
| Figura 4.9 – Redução da viscosidade verdadeira com o aumento da densidade de potência.                                                    | 104 |
| Figura 4.10 – Influência do campo elétrico pulsado na taxa de deformação. ....                                                            | 105 |
| Figura 4.11 – Amostra no interior do forno durante os ensaios de compressão.....                                                          | 106 |
| Figura 4.12 – Aumento na temperatura das amostras para diferentes limites de corrente. ....                                               | 107 |
| Figura 4.13 – Fotoemissão do vidro para diferentes intensidades de corrente.....                                                          | 108 |
| Figura 4.14 – Fresadora adaptada para o riscamento assistido por campo elétrico.....                                                      | 110 |
| Figura 4.15 – Riscador de aço rápido em detalhe e peça vidro fixada na placa de vácuo. ....                                               | 111 |
| Figura 4.16 – Influência da carga vertical a temperatura ambiente.....                                                                    | 111 |
| Figura 4.17 – Microscopia óptica com destaque aos tipos de trincas formadas.....                                                          | 112 |
| Figura 4.18 Ensaios com riscador de aço rápido com e sem campo elétrico. ....                                                             | 113 |
| Figura 4.19 – Ensaios com riscador de aço rápido e carregamento de 60 N.....                                                              | 115 |
| Figura 4.20 – Microscopia eletrônica de varredura dos ensaios de riscamento com ferramenta<br>de aço rápido e carga vertical de 24 N..... | 116 |
| Figura 4.21 – Microscopia eletrônica de varredura dos ensaios de riscamento com ferramenta<br>de aço rápido e carga vertical de 60 N..... | 117 |
| Figura 4.22 – Perfil tridimensional do risco com ferramenta de aço rápido e 60 N.....                                                     | 118 |
| Figura 4.23 – Danos causados no riscamento com ferramenta de metal duro. ....                                                             | 119 |
| Figura 4.24 – Arco elétrico durante o riscamento com ferramenta de diamante.....                                                          | 120 |
| Figura 4.25 – Efeitos do aumento do carregamento vertical e diferentes velocidades tangenciais<br>à temperatura ambiente.....             | 121 |

|                                                                                                                            |     |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Figura 4.26 – Ensaio com força vertical de 14 N e riscador com ponta de diamante.....                                      | 122 |
| Figura 4.27 – Ensaio com força vertical de 24 N e riscador com ponta de diamante.....                                      | 123 |
| Figura 4.28 – Ensaio com força vertical de 60 N e riscador com ponta de diamante.....                                      | 124 |
| Figura 4.29 – Redução na força tangencial com a aplicação do campo elétrico. ....                                          | 125 |
| Figura 4.30 – MEV do ensaio com força vertical de 14 N e riscador com ponta de diamante.<br>.....                          | 126 |
| Figura 4.31 – MEV do ensaio com força vertical de 24 N e riscador com ponta de diamante.<br>.....                          | 126 |
| Figura 4.32 – MEV do ensaio com força vertical de 60 N e riscador com ponta de diamante.<br>.....                          | 127 |
| Figura 4.33 – Comparação da concentração de íons nas superfícies próximas as trincas e nas<br>regiões mais afastadas. .... | 127 |

## **LISTA DE TABELAS**

|                                                                                                                                       |    |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Tabela 2.1 – Vias para o transporte de massa durante a sinterização.....                                                              | 39 |
| Tabela 2.2 – Condições necessárias para a ocorrência de superplasticidade em elevadas taxas de deformação em materiais cerâmicos..... | 45 |
| Tabela 2.3 – Efeitos do campo elétrico nos parâmetros da equação de Weertman-Dorn na deformação plástica da alumina. ....             | 51 |

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

|       |                                                       |
|-------|-------------------------------------------------------|
| BMG   | <i>Bulk metallic glass</i>                            |
| BO    | <i>Bridging oxygen</i>                                |
| CC    | Corrente contínua                                     |
| DFG   | Sociedade Alemã de Amparo à Pesquisa                  |
| EDS   | Espectroscopia por dispersão de raios X               |
| EFIS  | <i>Electric field-induced softening</i>               |
| EI    | Estrutura inerente de potencial                       |
| EUA   | Estados Unidos da América                             |
| FDR   | Função de distribuição radial                         |
| IFSC  | Instituto de Física de São Carlos                     |
| IPEN  | Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares        |
| LATUS | Laboratório de Tecnologia da Usinagem                 |
| LSR   | Líquido super-resfriado                               |
| LVDT  | Transformador diferencial variável linear             |
| MET   | Microscopia eletrônica de transmissão                 |
| MEV   | Microscopia eletrônica de varredura                   |
| MP    | Metapoço de potencial                                 |
| NBO   | <i>Nonbridging oxygen</i>                             |
| NIST  | <i>National Institute of Standards and Technology</i> |
| NS    | Vidro soda-sílica                                     |
| PEL   | <i>Potential energy landscape</i>                     |
| PIPE  | Pesquisa Inovativa em Pequenas Empresas               |
| SBZ   | <i>Shear band zone</i>                                |
| SPS   | Sinterização por plasma pulsado                       |
| TSC   | Corrente termicamente estimulada                      |
| URSS  | União das Repúblicas Socialistas Soviéticas           |

## LISTA DE SÍMBOLOS

|                                     |                                                                                    |
|-------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------|
| $\text{Al}_2\text{O}_3$             | Alumina ou óxido de alumínio                                                       |
| AMZ                                 | Composto alumina magnésia zircônia                                                 |
| $\text{BaTiO}_3$                    | Titanato de bário                                                                  |
| $\text{BeO}$                        | Berília ou óxido de berílio                                                        |
| $\text{CaCl}_2$                     | Cloreto de cálcio                                                                  |
| $\text{CaO}$                        | Cal ou óxido de cálcio                                                             |
| $\text{Cr}_2\text{O}_3$             | Óxido de cromo                                                                     |
| E/H                                 | Razão entre módulo de elasticidade e dureza                                        |
| $\text{K}_2\text{O}$                | Óxido de potássio                                                                  |
| KCl                                 | Cloreto de potássio                                                                |
| $\text{MgO}$                        | Magnésia ou óxido de magnésio                                                      |
| $\text{MgO}$                        | Magnésia ou óxido de magnésio                                                      |
| $\text{Na}_2\text{O}$               | Óxido de sódio                                                                     |
| $\text{NaCl}$                       | Cloreto de sódio                                                                   |
| NS                                  | Vidro soda-sílica                                                                  |
| PZT                                 | Titanato zirconato de chumbo                                                       |
| $\text{Si}_3\text{N}_4$             | Nitreto de silício                                                                 |
| SiALON                              | Nitreto de alumínio e silício                                                      |
| SiC                                 | Carbeto de silício                                                                 |
| $\text{SiO}_2$                      | Sílica ou dióxido de silício                                                       |
| $\text{SrO}$                        | Óxido de estrôncio                                                                 |
| $\text{ThO}_2$                      | Tória ou óxido de tório                                                            |
| TiC                                 | Carbeto de titânio                                                                 |
| TiN                                 | Nitreto de titânio                                                                 |
| $\text{TiO}_2$                      | Dióxido de titânio                                                                 |
| TZ-3Y-E                             | Pó de fácil sinterização de zircônia parcialmente estabilizada com 3 mol% de ítria |
| $\text{Y}_2\text{O}_3$              | Ítria ou óxido de ítrio                                                            |
| $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ | Óxido de ítrio, bário e cobre                                                      |
| Y-TZP                               | Zircônia tetragonal policristalina estabilizada com ítria                          |
| $\text{ZrO}_2$                      | Zircônia ou óxido de zircônio                                                      |
| 8YSZ                                | Zircônia estabilizada com 8 mol% de ítria                                          |
| A                                   | Área [ $\text{m}^2$ ]                                                              |

|                   |                                                                 |
|-------------------|-----------------------------------------------------------------|
| $b$               | Vetor de Burgers [m]                                            |
| $D$               | Coeficiente de difusão [m <sup>2</sup> /s]                      |
| $d$               | Diâmetro do grão [m]                                            |
| $D_0$             | Coeficiente pré-exponencial de difusão [m <sup>2</sup> /s]      |
| $\tilde{D}_{eff}$ | Coeficiente de difusão ambipolar [m <sup>2</sup> /s]            |
| $E$               | Campo elétrico [V/m]                                            |
| $e^-$             | Elétrons                                                        |
| $e$               | Magnitude da carga [eV]                                         |
| $F$               | Constante de Faraday [C/mol]                                    |
| $G$               | Energia livre de Gibbs [J]                                      |
| $G$               | Módulo de elasticidade ao cisalhamento [Pa]                     |
| $G^\infty$        | Módulo de elasticidade ao cisalhamento à uma taxa infinita [Pa] |
| $h$               | Coeficiente de convecção natural [W/(m <sup>2</sup> K)]         |
| $h^+$             | Buracos                                                         |
| $I_0$             | Emissão de radiação [W]                                         |
| $J_a$             | Fluxo de átomos                                                 |
| $J_v$             | Fluxo de vacâncias                                              |
| $k$               | Constante de Boltzmann [1,381 10 <sup>-23</sup> J/K]            |
| $L$               | Comprimento da amostra em dado instante [m]                     |
| $L_0$             | Comprimento inicial da amostra [m]                              |
| $m_i$             | Quantidade de moles                                             |
| $N$               | Força normal de riscamento [N]                                  |
| $n$               | Expoente de tensão mecânica                                     |
| $p$               | Expoente do tamanho de grão                                     |
| $P$               | Pressão [Pa]                                                    |
| $P_d$             | Densidade de potência [W.m <sup>-3</sup> ]                      |
| $Q$               | Energia de ativação [J]                                         |
| $Q_{gb}$          | Energia de ativação a partir do contorno de grão [J]            |
| $Q_l$             | Energia de ativação a partir da rede cristalina [J]             |
| $Q_s$             | Energia de ativação a partir da superfície [J]                  |
| $R$               | Constante universal dos gases perfeitos [8,314 J/(mol.K)]       |
| $r$               | Raio [m]                                                        |
| $r_i$             | Localização espacial de cada partícula                          |
| $S$               | Entropia [J]                                                    |

|                    |                                                      |
|--------------------|------------------------------------------------------|
| $T$                | Força tangencial de riscamento [N]                   |
| $T$                | Temperatura [°C]                                     |
| $T_{\alpha}$       | Temperatura de ativação da relaxação $\alpha$ [°C]   |
| $T_{\beta}$        | Temperatura de ativação da relaxação $\beta$ [°C]    |
| $T_{amb}$          | Temperatura ambiente [°C]                            |
| $T_C$              | Temperatura de cruzamento [°C]                       |
| $T_f$              | Temperatura do forno [°C]                            |
| $T_g$              | Temperatura de transição vítrea [°C]                 |
| $T_M$              | Temperatura de fusão [°C]                            |
| $V$                | Volume da camada superficial [m³]                    |
| $W$                | Energia [W]                                          |
| $w$                | Taxa de energia [W]                                  |
| WC                 | Carbeto de tungstênio                                |
| $X_{SC}$           | Espessura da nuvem de cargas no contorno de grão [m] |
| $z_i$              | Carga efetiva                                        |
| $Z_{\alpha}$       | Carga de valência do íon                             |
| $\Psi$             | Volume da amostra [m³]                               |
| $\mathcal{A}$      | Parâmetro adimensional                               |
| $\mathcal{S}$      | Fator de forma                                       |
| $\kappa$           | Condutividade térmica [W/(mK)]                       |
| $\alpha$           | Relaxação $\alpha$ ou relaxação primária             |
| $\beta$            | Relaxação $\beta$ ou relaxação secundária            |
| $\gamma$           | Tensão superficial [N/m]                             |
| $\Delta y$         | Espessura do pescoço [m]                             |
| $\delta$           | Espessura do contorno de grão [m]                    |
| $\dot{\epsilon}_T$ | Taxa de deformação verdadeira [s <sup>-1</sup> ]     |
| $\dot{\epsilon}$   | Taxa de fluência [s <sup>-1</sup> ]                  |
| $\epsilon_T$       | Elongação axial verdadeira [m/m]                     |
| $\eta$             | Viscosidade verdadeira [Pa.s]                        |
| $\mu_i$            | Potencial eletroquímico [J/mol]                      |
| $\rho$             | Raio do poro [m]                                     |
| $\sigma$           | Tensão mecânica [Pa]                                 |
| $\sigma_0$         | Tensão mecânica inicial [Pa]                         |

|               |                                                                                         |
|---------------|-----------------------------------------------------------------------------------------|
| $\sigma_{SB}$ | Constante de Stefan-Boltzmann [ $5,67 \cdot 10^{-8} \text{ W}/(\text{m}^2\text{K}^4)$ ] |
| $\sigma_T$    | Tensão mecânica verdadeira [Pa]                                                         |
| $\tau_R$      | Tempo médio de relaxação estrutural [s]                                                 |
| $\Phi$        | Função de energia potencial                                                             |
| $\phi$        | Potencial elétrico [V]                                                                  |
| $\psi_i$      | Potencial químico da interface [J/mol]                                                  |
| $\Omega$      | Volume de vacâncias [ $\text{m}^3$ ]                                                    |

## SUMÁRIO

|            |                                                                                      |           |
|------------|--------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>1</b>   | <b>INTRODUÇÃO.....</b>                                                               | <b>29</b> |
| <b>1.1</b> | <b>Objetivos do trabalho .....</b>                                                   | <b>32</b> |
| <b>1.2</b> | <b>Estrutura do trabalho.....</b>                                                    | <b>32</b> |
| <b>2</b>   | <b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....</b>                                                   | <b>33</b> |
| <b>2.1</b> | <b>Cerâmicas avançadas .....</b>                                                     | <b>33</b> |
| 2.1.1      | <i>Sinterização .....</i>                                                            | <i>36</i> |
| 2.1.2      | <i>Deformação, fluência e superplasticidade .....</i>                                | <i>41</i> |
| 2.1.2.1    | <i>Fluência difusional como um exemplo da difusão ambipolar .....</i>                | <i>41</i> |
| 2.1.2.2    | <i>Superplasticidade.....</i>                                                        | <i>44</i> |
| <b>2.2</b> | <b>Efeitos do campo elétrico sobre os materiais cerâmicos .....</b>                  | <b>47</b> |
| 2.2.1      | <i>Superplasticidade e efeitos do campo elétrico .....</i>                           | <i>48</i> |
| 2.2.2      | <i>Flash sintering.....</i>                                                          | <i>52</i> |
| <b>2.3</b> | <b>Vidros.....</b>                                                                   | <b>61</b> |
| 2.3.1      | <i>Vidro soda-cal-sílica .....</i>                                                   | <i>62</i> |
| 2.3.2      | <i>Temperatura de transição vítrea, relaxação e potential energy landscape .....</i> | <i>64</i> |
| 2.3.3      | <i>Deformação dos vidros.....</i>                                                    | <i>67</i> |
| 2.3.4      | <i>Riscamento em materiais vítreos .....</i>                                         | <i>70</i> |
| 2.3.5      | <i>Self healing .....</i>                                                            | <i>75</i> |
| 2.3.6      | <i>Condutividade iônica e correlações com a relaxação estrutural.....</i>            | <i>76</i> |
| <b>2.4</b> | <b>Efeitos do campo elétrico nos vidros.....</b>                                     | <b>78</b> |
| <b>3</b>   | <b>MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>                                                     | <b>83</b> |
| <b>3.1</b> | <b>Ensaio de Riscamento .....</b>                                                    | <b>83</b> |
| 3.1.1      | <i>Corpos de prova .....</i>                                                         | <i>84</i> |
| 3.1.2      | <i>Forno para aquecimento das amostras .....</i>                                     | <i>85</i> |
| 3.1.3      | <i>Adaptação da fresadora para o ensaio .....</i>                                    | <i>85</i> |
| 3.1.3.1    | <i>Sistema de aplicação de carga .....</i>                                           | <i>85</i> |
| 3.1.3.2    | <i>Riscador de ponta cônica de diamante .....</i>                                    | <i>86</i> |
| 3.1.3.3    | <i>Placa de vácuo e eletrodo .....</i>                                               | <i>87</i> |
| 3.1.3.4    | <i>Dinamômetro.....</i>                                                              | <i>87</i> |
| 3.1.4      | <i>Fonte de alta tensão com regulação.....</i>                                       | <i>88</i> |
| 3.1.5      | <i>Monitoramento dos ensaios e aquisição de dados .....</i>                          | <i>88</i> |
| 3.1.6      | <i>Configurações dos ensaios .....</i>                                               | <i>88</i> |
| 3.1.7      | <i>Técnicas de análise das amostras.....</i>                                         | <i>90</i> |

|            |                                                                                |            |
|------------|--------------------------------------------------------------------------------|------------|
| 3.1.7.1    | Microscopia óptica.....                                                        | 90         |
| 3.1.7.2    | Microscopia eletrônica de Varredura e EDS.....                                 | 90         |
| 3.1.7.3    | Perfilometria.....                                                             | 90         |
| <b>3.2</b> | <b>Ensaio de compressão.....</b>                                               | <b>91</b>  |
| 3.2.1      | <i>Material e geometria dos corpos de prova dos ensaios de compressão.....</i> | <i>91</i>  |
| 3.2.2      | <i>Aparato utilizado nos ensaios de compressão .....</i>                       | <i>91</i>  |
| 3.2.3      | <i>Configurações dos ensaios de compressão.....</i>                            | <i>92</i>  |
| 3.2.3.1    | Experimentos com taxa de aquecimento constante.....                            | 92         |
| 3.2.3.2    | Testes isotérmicos com controle de corrente .....                              | 93         |
| 3.2.3.3    | Ensaio com campo elétrico pulsado.....                                         | 93         |
| 3.2.3.4    | Medição da temperatura durante a passagem de corrente elétrica.....            | 93         |
| 3.2.3.5    | Fotoemissão .....                                                              | 94         |
| 3.2.4      | <i>Técnicas de análise dos resultados.....</i>                                 | <i>94</i>  |
| <b>4</b>   | <b>RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>                                            | <b>95</b>  |
| <b>4.1</b> | <b>Ensaio de compressão.....</b>                                               | <b>95</b>  |
| 4.1.1      | <i>Experimentos com taxa de aquecimento constante.....</i>                     | <i>95</i>  |
| 4.1.2      | <i>Testes isotérmicos com controle de corrente .....</i>                       | <i>98</i>  |
| 4.1.3      | <i>Ensaio com campo elétrico pulsado.....</i>                                  | <i>105</i> |
| 4.1.4      | <i>Imagens do ensaio de compressão e corpo de prova.....</i>                   | <i>105</i> |
| 4.1.5      | <i>Medição da temperatura durante a passagem de corrente.....</i>              | <i>106</i> |
| 4.1.6      | <i>Fotoemissão .....</i>                                                       | <i>107</i> |
| <b>4.2</b> | <b>Ensaio de riscamento .....</b>                                              | <b>109</b> |
| 4.2.1      | <i>Ensaio com riscador de aço rápido.....</i>                                  | <i>110</i> |
| 4.2.2      | <i>Ensaio com ferramenta de corte de metal duro.....</i>                       | <i>118</i> |
| 4.2.3      | <i>Ensaio com riscador com ponta de diamante .....</i>                         | <i>119</i> |
| <b>5</b>   | <b>CONCLUSÃO .....</b>                                                         | <b>129</b> |
|            | <b>REFERÊNCIAS .....</b>                                                       | <b>131</b> |

## 1 INTRODUÇÃO

A produção de componentes de sistemas ópticos e eletrônicos, de peças para a indústria mecânica, química, aeroespacial e médica, além de sistemas micro e nano eletromecânicos está vinculada a manufatura de materiais frágeis como vidros inorgânicos e cerâmicas avançadas. Entretanto, as características que tornam estes materiais imprescindíveis à sociedade e à indústria, como a elevada dureza, estabilidade química e alto ponto de fusão, também restringem suas aplicações devido às dificuldades em moldá-los.

Os processos de fabricação convencionais como a modelagem dos vidros aquecidos seguidos pelo resfriamento controlado e, principalmente, para as cerâmicas avançadas a sinterização dos pós compactados, levam a peças com dimensões e geometrias que, eventualmente, são inadequadas ao emprego final. Ademais, as temperaturas elevadas e longos períodos de processamento encarecem estes produtos. A fim de atingir a exatidão dimensional e geométrica necessárias das aplicações tecnológicas mais avançadas é imprescindível a usinagem desses materiais. No entanto, os processos abrasivos e máquinas ferramentas convencionais, geralmente empregados, são caracterizados pela baixa taxa de remoção de material e pelo corte em modo frágil, o que origina peças com trincas em suas superfícies. Essas são concentradoras de tensão e formam regiões propícias à desestabilização química ou física, diminuindo a confiabilidade do produto quanto a falhas ou mesmo inviabilizando sua utilização em aplicações com elevadas solicitações, ambientes severos ou quando sua falha representa risco à vida. Desde 1992, uma publicação especial do *National Institute of Standards and Technology* (NIST) dos EUA, ressaltava que a aplicação de componentes cerâmicos é severamente impactada pela falta de confiabilidade oriunda dos defeitos críticos remanescentes dos processos de fabricação.

Evidencia-se, pois, a importância da manufatura de ultraprecisão, que se dedica a usinagem em modo dúctil dos materiais frágeis, garantindo a exatidão dimensional e geométrica e excelente integridade dos produtos. Entre os métodos utilizados se destacam as aplicações auxiliadas por ultrassom, o torneamento de ultraprecisão, a usinagem com descarga elétrica, métodos abrasivos com baixa taxa de remoção e a usinagem termicamente assistida. Que em comum compartilham uma pequena profundidade de corte ou buscam o aumento da plasticidade do material durante o corte sem a geração de defeitos críticos. Logo, um maior entendimento dos fatores que afetam a transição dúctil-frágil destes materiais é essencial à manufatura de ultraprecisão e ao progresso científico e tecnológico. Cabe ressaltar que alguns métodos de usinagem combinados, também denominados de processos híbridos, são exceções,

pois atacam mecânica, química ou termicamente a superfície, criando uma camada mais frágil e danificada que posteriormente é removida sem danificar a nova superfície; contudo também sofrem com a baixa taxa de remoção de material.

Pesquisas conduzidas na extinta URSS, desde 1975, apontaram que a deformação plástica dos materiais cerâmicos pode ser influenciada pela presença de um campo elétrico. Estes resultados incentivaram o governo dos EUA em 1994, por meio do *U.S. Army Research Office*, a investir na análise dos efeitos de campos elétricos com intensidade de milhares de volts por metro sobre o comportamento mecânico de compostos cerâmicos. Hans Conrad, professor da Universidade Estadual da Carolina do Norte, responsável por esses estudos, observou que quando aquecidos acerca de 75% de sua temperatura de fusão e sob a ação de um campo elétrico, materiais cerâmicos como NaCl, 3Y-TZP,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e MgO deformam-se plasticamente a tensões de tração significativamente menores, apresentam uma maior elongação e têm o crescimento dos grãos inibidos.

Nos anos seguintes, Hans Conrad dedicou-se a explorar estes efeitos em vários materiais e compreender melhor sua origem, expandindo o grupo de pesquisa. Em 2001, Conrad presumiu que o campo elétrico atua nos fenômenos controlados pela difusão, logo poderia interferir no processo de sinterização. De fato, como identificado em 2010 por Marco Cologna, junto ao grupo de pesquisa liderado pelo professor Rish Raj da Universidade do Colorado, a presença de um campo elétrico possibilitou a sinterização de zircônia estabilizada com 3% mol de ítria (3YSZ) à 850 °C em apenas cinco segundos, em contraste às várias horas em temperaturas acima de 1400 °C do processo tradicional. Este novo método de sinterização foi denominado *flash sintering*.

Por representar uma redução extrema na temperatura e no tempo do processo de sinterização, o *flash sintering* é considerado uma revolução na manufatura dos materiais cerâmicos. Atualmente, seus desdobramentos estão sendo estudados por grupos de pesquisas em todo mundo e as pesquisas brasileiras contribuem com uma fração importante destes esforços. Essa nova área de pesquisa é tão promissora que fez com que a Sociedade Alemã de Amparo à Pesquisa (DFG), instituisse um programa prioritário de pesquisa intitulado *Manipulation of Matter Controlled by Electric and Magnetic Fields: Towards Novel Synthesis and Processing Routes of Inorganic Materials* para o sexênio iniciado em 2016. Ao redor do mundo várias empresas buscam desenvolver seu próprio estudo com a tecnologia do *flash sintering*, tais como o grupo multinacional Lucideon (uma fusão da inglesa Ceram e da M+P Labs, dos EUA) e a Lupine Labs, dos EUA. No Brasil, têm-se a Fortelab Fornos Técnicos de Laboratório que com recursos do programa para Pesquisa Inovativa em Pequenas Empresas

(PIPE) da FAPESP está trabalhando no desenvolvimento de seu próprio forno. Destaca-se ainda a realização da primeira conferência internacional sobre esse assunto, *Electric Field Assisted Sintering and Related Phenomena Far From Equilibrium Conference*, em 2016, em Portugal.

Até o momento apenas duas patentes sobre métodos de *flash sintering* são encontradas em buscas em bases internacionais, o documento de concessão US9334194 dos inventores Rishi Raj e Marco Cologna, e o requerimento de patente alemã DE102014214590, com a participação de Marco Cologna como inventor, sendo o requerente a Siemens. Enquanto a primeira patente trata de métodos para o *flash sintering* de corpos cerâmicos, a segunda versa sobre a produção de fibras cerâmicas e compósitos de matriz cerâmica aplicados, por exemplo, em turbinas a gás.

Embora seja uma fronteira encorajadora para a ciência, o *flash sintering* é apenas um dos fenômenos associados a aplicação do campo elétrico; e, enquanto vários grupos investem seus recursos nesse evento, pouca atenção é dada ao aumento da plasticidade dos materiais cerâmicos. Levanta-se, pois, como hipótese do presente trabalho, a possibilidade de que um campo elétrico possa ser utilizado para alterar a transição dúctil-frágil desses materiais, visando um processo de usinagem em modo dúctil, sem a nucleação de defeitos críticos.

A fim de estudar essa hipótese, peças de vidro soda-cal-sílica foram aquecidas e submetidas à um ensaio de riscamento durante a aplicação de um campo elétrico. Os danos inseridos nessas foram então caracterizados e comparados àqueles gerados nos testes sem campo elétrico. Destaca-se que a opção pelo estudo em material vítreo deve-se à sua baixa tenacidade a fratura e transparência, que facilitam a nucleação de trincas com menores cargas e a observação dos danos gerados no microscópio óptico. Além disso, a temperatura necessária para a mudança no comportamento mecânico do vidro na presença de um campo elétrico é inferior à das cerâmicas avançadas. No caso das cerâmicas avançadas seria necessário um equipamento capaz de mantê-las acima de 1000 °C durante o riscamento, além de demandarem técnicas de caracterização mais dispendiosas a cada ensaio.

Apesar da superplasticidade dos materiais cerâmicos policristalinos e do *flash sintering* serem fenômenos comumente associados aos efeitos do campo elétrico no contorno dos grãos, estudos recentes assinalam que existem alterações também na própria estrutura cristalina desses grãos. Além disso, em 2015 uma pesquisa conduzida na Universidade do Colorado indicou que um campo elétrico pode facilitar a deformação por compressão de um vidro induzindo um amolecimento acentuado abaixo de sua temperatura de transição vítrea.

### **1.1 Objetivos do trabalho**

O objetivo desta tese é estudar o ensaio de riscamento de um vidro soda-cal-sílica durante a aplicação de um campo elétrico, a fim de verificar se esse leva a um comportamento dúctil do material, permitindo o riscamento sem a nucleação de trincas ou outros defeitos críticos. Para isso, foram conduzidos ensaios de compressão na presença do campo a diferentes temperaturas e taxas de deformação para melhor entendimento das relações do campo elétrico com o comportamento mecânico do vidro. Também foram examinados os possíveis mecanismos por trás destes efeitos, considerando que o vidro soda-cal-sílica, na faixa de temperatura estudada, é um condutor iônico e está sujeito ao aquecimento Joule.

### **1.2 Estrutura do trabalho**

O capítulo 1 desta tese traz a Introdução e os objetivos desenvolvidos neste estudo, destacando o desenvolvimento histórico da ciência que investiga os fenômenos associados a aplicação de campos elétricos em cerâmicas durante seu processamento e a hipótese defendida neste doutorado. No capítulo 2 está a Revisão Bibliográfica que, para fundamentar a hipótese desse trabalho assim como as discussões dos resultados obtidos, reúne diversos conceitos como: os efeitos dos campos elétricos no processamento de cerâmicas avançadas e vidros; a condutividade iônica; a mecânica dos ensaios de riscamento; e, os mecanismos de deformação e nucleação de trincas em materiais vítreos. Os Materiais e Métodos são descritos no capítulo 3. O capítulo 4 apresenta os Resultados e Discussões dos experimentos conduzidos. No capítulo 5 são evidenciadas as Conclusões do trabalho. A lista de Referências encerra esta tese.

## 5 CONCLUSÃO

Este estudo verificou que a redução da viscosidade do vidro soda-cal-sílica induzida por um campo elétrico no vidro soda-cal-sílica minimiza a introdução de trincas durante o riscamento do material, aproximando o processo do regime dúctil.

Os ensaios com taxa de aquecimento constante deixaram claro o amolecimento do vidro soda-cal-sílica em temperaturas inferiores quando um campo elétrico é aplicado, em concordância ao observado a décadas para cerâmicas e recentemente em vidros inorgânicos. O aumento da intensidade do campo elétrico produziu uma queda exponencial na temperatura de amolecimento.

Por meio do gráfico de Arrhenius da viscosidade das amostras durante os ensaios com taxa de aquecimento constante, foi possível observar o desacoplamento entre a viscosidade e a temperatura do forno. Nos ensaios isotérmicos, pôde-se notar que a viscosidade foi reduzida a um patamar com a aplicação do campo elétrico. Uma vez que o campo elétrico foi aplicado a variação da densidade de potência que fluía através do vidro evoluiu como ocorre no *flash sintering*, alcançado um regime estável, provavelmente relacionado ao equilíbrio térmico. Este novo estado de equilíbrio, independente da temperatura inicial da amostra, contribuiu para a estabilização da viscosidade nos ensaios de compressão.

O aumento da potência elétrica dissipada pelo vidro nos ensaios isotérmicos culminou no aumento da taxa de deformação e estimulou uma maior fotoemissão, com o surgimento de picos de energia característicos dos íons  $\text{Na}^+$  e  $\text{K}^+$ . Esse é um indicativo de que o aumento da mobilidade dos íons no vidro pode ser associado ao aumento da deformação mecânica e queda da viscosidade.

Como visto no ensaio com campo elétrico pulsado, o amolecimento do vidro soda-cal-sílica é um fenômeno reversível e ocorre por uma ação conjunta do aquecimento Joule com o efeito do campo elétrico sobre os elementos que compõem a estrutura do material. Estas características tornam o fenômeno interessante do ponto de vista da usinagem, pois torna possível o processamento do material em uma condição mais favorável, sem alterar drasticamente suas propriedades finais quando o campo elétrico cessa.

Os ensaios de riscamento demonstraram que o vidro soda-cal-sílica aquecido a mais de 400 °C e sob a ação de um campo elétrico se torna mais dúctil, permitindo o riscamento com redução na densidade espacial de trincas, ou seja, se aproximando do regime dúctil de remoção. Houve, também, diminuição na força tangencial no riscamento assistido por campo elétrico, em concordância com a redução na densidade espacial de trincas geradas em todos os testes.

O campo elétrico provavelmente influenciou na difusão dos íons do material e provocou aquecimento Joule, contribuindo para a relaxação da estrutura e reduzindo a energia de ativação para o rearranjo atômico, ou seja, alterou a configuração energética favorável no *potential energy landscape*.

Futuros trabalhos podem investigar a influência do campo elétrico na migração dos íons, por meio da análise de composição das seções transversais das amostras de vidro, determinando se há influências do campo elétrico sobre o coeficiente de difusão e energia de ativação; além de relacionar se uma maior concentração desses elementos em certas regiões altera a viscosidade naqueles locais. Analisar se campos elétricos com correntes alternadas também contribuem com a redução da viscosidade do vidro é, também, uma abordagem interessante desse assunto.

Os resultados apresentados sugerem que a usinagem assistida por campo elétrico pode ser empregada em materiais vítreos e em cerâmicas policristalinas; principalmente porque os primeiros estudos dos efeitos do campo elétrico abordavam o amolecimento dessa classe de materiais, que são tratados como duros e frágeis, sendo difíceis de usar por técnicas tradicionais.

## REFERÊNCIAS

- ADAM, G.; GIBBS, J. H. On the temperature dependence of cooperative relaxation properties in Glass-Forming Liquids **The Journal of Chemical Physics**, v. 43, n.1, p. 139-146, 1965.
- ANGELL, C. A.; NGAI, K. L.; McKENNA, G. B.; McMILLAN, P. F.; MARTIN, S. W. Relaxation in glassforming liquids and amorphous Solids. **Journal of Applied Physics**, v. 88, n. 6, p. 3113-3157, 2000.
- ANÔNIMO. Helicopters fly high on ceramic bearings. **Manufacturing Engineering**, v. 150, n.3, 2013. p. 43-48
- BAIETTO, M. C.; RANNOU, J.; GRAVOUIL, A.; PELLETIER, H.; GAUTHIER, C.; SCHIRER, R. 3D crack network analysis during a scratch test of a polymer: A combined experimental and multigrid X-FEM based numerical approach. **Tribology International**, v. 44, p. 1320-1328, 2011.
- BANDYOPADHYAY, P.; DEY, A.; ROY, S.; Mukhopadhyay, A. K. Effect of load in scratch experiments on soda lime silica glass. **Journal of Non-Crystalline Solids**, v. 358, p. 1091-1103, 2012.
- BERGANDER, K.; LAUDIEN, U.; THOMAIDIS, D. **Method and device for the electrical discharge machining of an electrically non-conductive material**. Patente n. WO2009118210 A1, data de depósito: 30 de jan. de 2009.
- BOCH, P; NIÈPCE, J. **Materials: Processes, properties and applications**. ISTE USA, Newport Beach, CA, 2007. ISBN 13: 978-1-905209-23-1
- BOURHIS, E. L. **Glass: Mechanics and Technology**. Wiley-VCH, 2008. ISBN: 978-3-527-31549-9.
- BRINKSMEIER, E.; MUTLUGUNES, Y.; KLOCKE, F.; AURICH, J. C.; SHORE, P.; OHMORI, H. Ultra-precision grinding. **CIRP Annals – Manufacturing Technology**, v. 59, p. 652-671, 2010.
- BRISSENDEN, S.; GARDNER, J. W.; ILLINCWORT, J.; KHOVACEVIC, I; WHITWORTH, R. W. The Influence of an Electric Field on the Flow Stress of Crystals of NaCl. **Physica Status Solid (a)**, v.51, p.521, 1979.
- CALLISTER, W. D. **Fundamentos da ciência e engenharia de materiais**. LTC, 4ª ed., 2014.
- CAMPBELL, J. FAHMY, Y.; CONRAD, H. Plastic Deformation Kinetics of Fine-Grained Alumina. **Metallurgical and Materials Transactions A**. v.30A, p. 2809-2816, 1999a.
- CAMPBELL, J. FAHMY, Y.; CONRAD, H. Influence of an Electric Field on the Plastic Deformation of Fine-Grained Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. **Metallurgical and Materials Transactions A**. v.30A, , p. 2817-2823, 1999b.
- CÉLARIÉ, F.; CICCOTTI, M.; MARLIÈRE, C. Stress-enhanced ion diffusion at the vicinity of a crack tip as evidenced by atomic force microscopy in silicate glasses. **Journal of Non-Crystalline Solids**, v.353, p. 51–68, 2007.

CHENG, T.; RAJ, R. Measurement of the sintering pressure in ceramic films. **Journal of the American Ceramic Society**, v.71, n.4, 1988.

CHEVALIER, J. Leading Opinion - What future for zirconia as a biomaterial?. **Biomaterials**, v. 27, p. 535–543, 2006.

CHIANG, Y.; BIRNIE III, D.; KINGERY, W. D. **Physical Ceramics**: principles for ceramic science and engineering. John Wiley & Sons, Nova York, 1997.

COLOGNA, M.; RASHKOVA, B.; RAJ, R. Flash sintering of Nanograin Zirconia in <5 s at 850 °C. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 93, n. 11, p. 3556–3559, 2010.

CONRAD, H. **A study into the mechanism(s) for the electroplastic effect in metals and its application to metalworking, processing and fatigue**. (Relatório de pesquisa). U. S. Army Research Office, 1989.

CONRAD, H. **Influence of electric currents and fields on the kinetics and microstructure of phase transformations in metals and ceramics**. (Relatório de pesquisa). U. S. Army Research Office, ARO Proposal Number 31597-MS, ARO Research Agreement Number DAAH04-94-O-0311. October 15, 1997.

CONRAD, H. Space charge and the dependence of the flow stress of ceramics on an applied electric field. **Scripta Materialia**, v. 44, p.311–316, 2001.

CONRAD, H. Thermally activated plastic flow of metals and ceramics with an electric field or current. **Materials Science and Engineering**, A322, p. 100–107, 2002.

CONRAD, H.; WANG, J. Equivalence of AC and DC electric field on retarding grain growth in yttria-stabilized zirconia. **Scripta Materialia**, v.72–73, p.33–34, 2014.

CONRAD, H.; YANG, D. Effect of DC electric field on the tensile deformation of ultrafine-grained 3Y-TZP at 1450–1600 °C. **Acta Materialia**. v.55, p.6789–6797, 2007.

CONRAD, H.; YANG, D.; BECHER, P. Effect of an applied electric field on the flow stress of ultrafine-grained 2.5Y-TZP at high temperatures. **Materials Science and Engineering A**. v.477, p.358–365, 2008.

CONRAD, H; YANG, D. influence of an electric field on the plastic deformation of fine-grained MgO at high homologous temperatures. **Acta Materialia**. v.48, p.4045–4052, 2000.

DANCER, C. E. J. Flash sintering of ceramic materials. **Materials Research Express**, v.3, 2016.

DEBENEDETTI, P. G.; STILLINGER, F. H. Supercooled liquids and glass transition. **Nature**, v. 410, p. 259-267, 2001.

DENRY, I., KELLY, J. R. State of the art of zirconia for dental applications. **Dental Materials**, v. 24, 2008, p. 299–307.

FIOCCHI, A. A. **Ciência e tecnologia da manufatura de ultraprecisão de cerâmicas avançadas: Lapidorreificação e de superfícies planas de zircônia tetragonal**

**policristalina estabilizada com ítria.** Tese (doutorado). Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo, 2014.

FLUEGEL, A. Glass Viscosity Calculation Based on a Global Statistical Modeling Approach. **European Journal of Glass Science and Technology Part A**, v. 48, n 1, p. 13–30, 2007.

FRANCIS, J. S. C. **A study on the phenomena of flash-sintering with tetragonal zirconia.** 2013, 189f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Universidade do Colorado, Boulder, 2013.

FRANCIS, J. S. C.; RAJ, R. Flash-Sinterforging of Nanograin Zirconia: Field Assisted Sintering and Superplasticity. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 95, n. 1, p. 138–146, 2012.

FRANCIS, J. S. C.; RAJ, R. Influence of the Field and the Current Limit on Flash sintering at Isothermal Furnace Temperatures. **Journal of the American Ceramic Society**, v.96, n.9, p. 2754–2758, 2013.

GARAI, J. Physics behind the Debye temperature. 2009. Disponível em: <<https://arxiv.org/abs/physics/0703001v2>>. Acesso em: 17 dez. 2017.

GENG, X.; ZHANG, Z.; BARTHEL, E.; DALMAS, D. Mechanical behavior of stiff coating on glass under sliding contact. **Wear**, v. 269, p.351-361, 2010.

GERMAN, R. M. **Powder Metallurgy Science**. 2ªed. MPIF, Princeton, Estados Unidos da América, 1994.

GIBBS, J. H.; DiMARZIO, E. A. Nature of the Glass Transition and the Glassy State. **The Journal of Chemical Physics**, v. 28, n. 3, p. 373-383, 1958.

GIRARD, R.; FAIVRE, A.; DESPETIS, F. Influence of Water on Crack Self-Healing in Soda-Lime Silicate Glass. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 94, n. 8, p. 2402-2407, 2011.

GOEL, S.; LUO, X.; COMLEY, P.; REUBE, R. L.; COX, A.; Brittle–ductile transition during diamond turning of single crystal silicon carbide. **International Journal of Machine Tools & Manufacture**, v.65, p.15–21, 2013.

GOLDSTEIN, M. On the Temperature Dependence of Cooperative Relaxation Properties in Glass-Forming Liquids—Comment on a Paper by Adam and Gibbs. **The Journal of Chemical Physics**, v. 43, p. 1852-1853, 1965.

GOLDSTEIN, M. Viscous liquids and the glass transition: A potential energy barrier picture. **The Journal of Chemical Physics**, v. 51, n. 9, p. 3728-3739, 1969.

GREER, A. L.; CHENG, Y. Q.; MA, E. Shear bands in metallic glasses. **Materials Science and Engineering R**, v. 74, p. 71-132, 2013.

HIGGINS, T. J.; BOESCH, V.; MOYNIHAN, C. T.; MACEDO, P. B. Electrical and mechanical relaxations in a mixed-alkali silicate glass. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 56, n. 6. p. 334-337, 1973.

- HIGGINS, T. J.; MACEDO, P. B.; VOLTERRA, V. Mechanical and ionic relaxation in  $\text{Na}_2\text{O} \cdot 3\text{SiO}_2$  glass. **Journal of the American Ceramic Society**, v.55, n.10. p. 488-491, 1972.
- HIRAGA, K., KIM, B., MORITA, K., YOSHIDA, H., SAKKA, Y., E TABUCHI, M. High-strain-rate superplasticity in oxide ceramics: a trial of microstructural design based on creep-cavitation mechanisms. **Acta Metallurgica Sinica** (English Letters), v. 24, n. 3, 2011. p. 195-204.
- HIRAGA, K.; KIM, B.; MORITA, K.; YOSHIDA, H.; SUZUKI, T. S.; SAKKA, Y. High-strain-rate superplasticity in oxide ceramics. **Science and Technology of Advanced Materials**, v.8, p.578–587, 2007.
- HRMA, P.; THAN, W. T.; COOPER, A. R. Thermal healing of cracks in glass. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 102, p. 88-94, 1988.
- HUFNAGEL, T. C.; SCHUH, C. A.; FALK, M. L. Deformation of metallic glasses: Recent developments in theory, simulations, and experiments. **Acta Materialia**, v.109, p. 375-393, 2016.
- HULBERT, D. M; JIANG, D.; KUNTZ, J. D.; KODERA, Y.; MUKHERJEE, A. K. A low temperature high-strain-rate formable nanocrystalline superplastic ceramic. **Scripta Materialia**, v. 56, p.1103–1106, 2007.
- JAHANMIR, S.; IVES, L. K.; RUFF, A. W.; PETERSON, M. B. Ceramic machining: Assessment of current practice and research needs in the United States. **NIST Special Publication 834**, 1992.
- JESUS, L. M.; SILVA, R. S.; RAJ, R; M'PEKO, J-C. Electric field-assisted flash sintering of  $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ : Microstructure characteristics and dielectric properties. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 682, p. 753-758, 2016.
- JHA, S.; RAJ, R. Electric Fields Obviate Constrained Sintering. **Journal of the American Ceramic Society**, v.97, n.10, p.3103–3109, 2014.
- JHA, K. S.; TERAUDS, K.; LEBRUN, J. M.; RAJ, R. Beyond flash sintering in 3 mol % yttria stabilized zirconia. **Journal of the Ceramic Society of Japan**, v. 124, n. 4, p. 283-288, 2016.
- JING, X.; MAITI, S.; SUBHASH, G. A new analytical model for estimation of scratch-induced damage in brittle solids. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 90, n. 30, p. 885-892, 2007.
- KATAOKA, T.; SAKAMOTO, M.; YAMADA, T. Influence of the electric field on flow stress in KCl crystal containing  $\text{Ca}^{++}$  impurity. **Japan Journal of Applied Physics**. v.14, n.10, p.1609-1610, 1975.
- KIM, B. N.; HIRAGA, K.; MORITA, K.; SAKKA, Y.; A high-strain-rate superplastic ceramic. **Nature**, v. 413, 2001.
- KINGERY, W. D.; BOWEN, H. K.; UHLMANN, D. R. **Introduction to ceramics**. John Wiley & Sons, Nova York, 1976.

- KURTZ, S. M.; KOCAGÖZ, S.; ARNHOLT, C.; HUET, R.; UENO, M.; WALTER, W. L. Advances in zirconia toughened alumina biomaterials for total joint replacement. **Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials**, v. 31, p. 107–116, 2014.
- LANGDON, T. G. Seventy-five years of superplasticity: historic developments and new opportunities. **Journal of Material Science**, v. 44, 2009. p. 5998–6010.
- LEBRUN, J. M.; JHA, S. K.; McCORMACK, S. J.; KRIVEN, W. M.; RAJ, R. Broadening of diffraction peak widths and temperature nonuniformity during flash experiments. **Journal of the American Ceramic Society**, v.99, n.10, 2016, p. 3429 – 3434.
- LEE, S. H. Analysis of ductile mode and brittle transition of AFM nanomachining of silicon. **International Journal of Machine Tools & Manufacture**, v.61, p.71–79, 2012.
- M'PEKO J-C; FRANCIS J.S; RAJ R. Field-assisted sintering of undoped BaTiO<sub>3</sub>: microstructure evolution and dielectric permittivity. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 34, n. 15, p. 3655–3660, 2014.
- MACHLIN, E. S. Applied voltage and the plastic properties of “brittle” rock salt. **Journal of Applied Physics**, n. 30, p. 1109-1110, 1959.
- MARINESCU, I.; ROWE, B. W.; DIMITROVI, B.; OHMORI, H.; **Tribology of abrasive machining processes**. 2<sup>a</sup> ed, Oxford, Reino Unido: William Andrew, 2013.
- MCLAREN, C.; BALABAJEW, M.; GELLERT, M.; ROLING, B.; JAINA, H. Depletion Layer Formation in Alkali Silicate Glasses by Electro-Thermal Poling. **Journal of the Electrochemical Society**, v.163, n.9, H809-H817, 2016.
- MCLAREN, C.; HEFFNER, W.; TESSAROLLO, R.; RAJ, R.; JAIN, H. Electric field-induced softening of alkali silicate glasses. **Applied Physics Letters**, v.107, 184101, 2015.
- MCLAREN, C.; ROLING, B.; RAJ, R.; JAIN, H. Mechanism of electric field-induced softening (EFIS) of alkali silicate glasses. **Journal of Non-Crystalline Solids**, v. 471, p.384-395, 2017.
- MICHEL, M. D.; MIKOWSKI, A.; LEPIENSKI, C. M.; FOERSTER, C. E.; SERBENA, F. C. High temperature microhardness of soda-lime glass. **Journal of Non-Crystalline Solids**, v. 348, p. 131–138, 2004.
- M'PEKO, J.-C.; FRANCIS, J. S. C.; RAJ, R. Impedance Spectroscopy and Dielectric Properties of Flash Versus Conventionally Sintered Yttria-Doped Zirconia Electroceramics Viewed at the Microstructural Level. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 96, p. 3760-3767, 2013.
- MUCCILLO, R.; KLEITZ, M.; MUCCILLO, E. N. S. Flash grain welding in yttria stabilized zirconia. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 31, p. 1517-1521, 2011.
- MUCCILLO, R.; MUCCILLO, E. N. S. An experimental setup for shrinkage evaluation during electric field-assisted flash sintering: Application to yttria-stabilized zirconia. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 33, p. 515-520, 2013.
- MUCCILLO, R.; MUCCILLO, E. N. S. Electric field-assisted flash sintering of tin dioxide. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 34, p. 915-923, 2014.

- MUCCILLO, R.; MUCCILLO, E. N. S.; KLEITZ, M. Densification and enhancement of the grain boundary conductivity of gadolinium-doped barium cerate by ultra-fast flash grain welding. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 32, p. 2311-2316, 2012.
- NAIK, K. S.; SGLAVO, M. V.; RAJ, R. Field assisted sintering of ceramic constituted by alumina and yttria stabilized zirconia. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 34, n. 10, p. 2435-2442, 2014.
- NARAYAN, J. A new mechanism for field-assisted processing and flash sintering of materials. **Scripta Materialia**, v.69, p.107–111, 2013.
- NASCIMENTO, M. L. F.; RPDRIGUES, A. C. M.; SOUQUET, J. C. Free volume and energy barriers to equilibrium viscosity and ionic transport in alkali disilicates. **Physical and Chemical Glasses: European Journal of Glass Science and Technology B**, v. 52, n. 4, p. 157–166, 2011.
- NEMILOV, S. V. The review of possible interrelations between ionic conductivity, internal friction and the viscosity of glasses and glass forming melts within the framework of Maxwell equations. **Journal of Non-Crystalline Solids**, v. 357, p. 1243–1263, 2011.
- OKADA, A. Automotive and industrial applications of structural ceramics in Japan. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 28, 2008. p. 1097–1104.
- PAINTER, G. S.; BECHER, P. F.; KLEEBE, H. J.; PEZZOTTI, G. First-principles study of the effects of halogen dopants on the properties of intergranular films in silicon nitride ceramics. **Physical Review B**, v. 65, 2002.
- PANNIKKAT, A. K; RAJ, R. Measurement of an electrical potential induced by normal stress applied to the interface of an ionic material at elevated temperatures. **Acta Materialia**, v. 47, n.12, pp. 3423-3431, 1999.
- PRADO, M. O.; BUESUZ, M.; FRASNELLI, M.; BENEDETTO, F. E. Viscous flow flash sintering of porous silica glass. **Journal of Non-Crystalline Solids**, v.476, p. 60-66, 2017.
- RAHAMAN, M. N. **Ceramic processing and sintering**. Marcel Dekker, Nova York, NY, 2005.
- RAJ, R.; COLOGNA, M.; FRANCIS, J. S. C.; Influence of Externally Imposed and Internally Generated Electrical Fields on Grain. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 94, n. 7, 2011. p. 1941–1965.
- RUAN, H. H.; ZHANG, L. C.; LU, J. A new constitutive model for shear banding instability in metallic glass. **International Journal of Solids and Structures**, v.48, p.3112–3127, 2011.
- SANSONETTI, J. E.; MARTIN, W. C.; YOUNG, S. L. **Handbook of Basic Atomic Spectroscopic Data** (version 1.1.2). (2005) [Online] Disponível em: <http://physics.nist.gov/Handbook> [year, month day]. National Institute of Standards and Technology, Gaithersburg, MD.

- SOUQUET, J. L.; NASCIMENTO, M. L. F.; RODRIGUES, A. C. M. Charge carrier concentration and mobility in alkali silicates. **The Journal of Chemical Physics**, v. 132, n.034704, p. 1-7, 2010.
- STILLINGER, F. H. A topographic view of supercooled liquids and glass formation. **Science**, v. 267, n. 5206, p. 1935-1939, 1995.
- STILLINGER, F. H.; WEBER, T. A. Packing structures and transitions in liquids and solids. **Science**, v. 225, n. 4666, p. 983-989, 1984.
- SUBHASH, G.; KLECKA, M. Ductile to brittle transition depth during single-grit scratching on alumina ceramics. **Journal of the American Ceramic Society**, v.90, n.11, p.3704–3707, 2007.
- SUBHASH, G.; ZHANG, H. Shear band patterns in metallic glasses under static indentation, dynamic indentation, and scratch processes. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 38A, p. 2936-2942, 2007.
- TERAUDS, K.; LEBRUN, J. M.; LEE, H. H.; JEON, T. Y.; LEE, S. H.; JE, J. H.; RAJ, R. Electroluminescence and the measurement of temperature during Stage III of flash sintering experiments. **Journal of the European Ceramic Society**, v.35, p.3195–3199, 2015.
- TREXLER, M. M.; THADANI, N. N. Mechanical properties of bulk metallic glasses. **Progress in Materials Science**, v. 55, n. 8, p. 759-839, 2010.
- TSAREV, O. K.; NAROZHNYI, A. N.; ZUEV, L. B.; DATSUK, S. A. Effect of an alternating electric field on the plasticity of NaCl single crystals. **Siberian Metallurgical Institute**, Novokuznetsk. Translated from Problemy Prochnosti, No. 1, p. 111-113, January, 1977.
- WAKAI, F.; SAKAGUCHI, S.; MATSUNO, Y.; Superplasticity of yttria stabilized tetragonal Zr<sub>2</sub>O polycrystals. **Advanced Ceramic Materials**, v.1, n.3, 1986.
- WANG, W. H.; DONG, C.; SHEK, C. H.; Bulk metallic glasses. **Materials Science and Engineering: R: Reports**, v. 44, n. 2-3, p. 45-89, 2004.
- WRAY, P. New paradigm prophecy - Rishi Raj explains the discovery of flash sintering and electrical fields and other field effects will revolutionize ceramic manufacturing. **American Ceramic Society Bulletin**, v. 92, n. 3, 2013.
- YADAV, D.; RAJ, R. The onset of the flash transition in single crystals of cubic zirconia as a function of electric field and temperature. **Scripta Materialia**, v. 134, p. 123 – 127, 2017a.
- YADAV, D.; RAJ, R. Two unique measurements related to flash experiments with yttria-stabilized zirconia. **Journal of the American Ceramic Society**, Rapid communication p. 1-5, 2017b.
- YANG, D.; CONRAD, H. Effect of an electric field on the plastic deformation and fracture of polycrystalline NaCl. **Materials Science and Engineering A**, v. 225, p.173-183, 1997.
- YANG, D.; CONRAD, H. Influence of an electric field on the plastic deformation of polycrystalline NaCl at elevated temperatures. **Acta Materialia**. v. 46, n.6, p.1963-1968, 1998a.

- YANG, D.; CONRAD, H. Influence of an electric field on grain growth in extruded NaCl. **Scripta Materialia**, v. 38, n.9, p. 1443-1448, 1998b.
- YANG, D.; CONRAD, H. Plastic deformation of fine-grained  $\text{Al}_2\text{O}_3$  in the presence of an electric field. **Scripta Materialia**, v.41, n.4, pp. 397–401, 1999.
- YANG, D.; CONRAD, H. Retardation of grain growth and cavitation by an electric field during superplastic deformation of ultrafine-grained 3Y-TZP at 1,450–1,600 °C. **Journal of Materials Science**, v. 43, 2008. p. 4475–4482.
- YANG, D.; RAJ, R.; CONRAD, H. Enhanced Sintering Rate of Zirconia (3Y-TZP) Through the Effect of a Weak dc Electric Field on Grain Growth. **Journal of the American Ceramic Society**, v.93, n.10, p.2935–2937, 2010.
- YOON, B.; YADAV, D.; RAJ, R.; GHOSE, S.; SHOEMAKER, D. Measurement of O and Ti atom displacements in  $\text{TiO}_2$  during flash sintering experiments. **Journal of the American Ceramic Society**, Rapid communication. doi:10.1111/jace.15375. 2017.
- YU, M.; GRASSO, S.; MCKINNON, R.; SAUNDERS, T.; REECE, M. J. Review of flash sintering: materials, mechanisms and modelling. **Advances in Applied Ceramics**, 2016.
- ZANOTTO, E. D.; MAURO, J. C. The glassy state of matter: Its definition and ultimate fate. **Journal of Non-Crystalline Solids**, v. 471, p. 490–495, 2017.
- ZANOTTO, E. D.; MIGLIORE, A. R. Propriedades mecânicas de materiais cerâmicos: Uma introdução. **Cerâmica**, v. 37, n. 247, p. 7-16, 1991.
- ZHAN, G.; GARAY, J.E; MUKHERJEE, A. M. Ultralow-Temperature Superplasticity in Nanoceramic Composites. **Nano letters**. v. 5, n. 12, p. 2593-2597, 2005.