



T.C.
KONYA TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ



Er₂O₃ KATKILI B₄C-10SiC SERAMİK
MALZEMELERİN FLASH SİNERLEME
YÖNTEMİ İLE ÜRETİMİ VE
KARAKTERİZASYONU

Oğuzhan AK

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim
Dalı

OCAK-2025
KONYA
Her Hakkı Saklıdır

TEZ KABUL VE ONAYI

Oğuzhan AK tarafından hazırlanan “Er₂O₃ Katkılı B₄C-10SiC Seramik Malzemelerin Flash Sinterleme Yöntemi ile Üretimi ve Karakterizasyonu” adlı tez çalışması 07/01/2025 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oy birliği ile Konya Teknik Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı’nda YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak kabul edilmiştir.

Jüri Üyeleri

İmza

Başkan

Doç. Dr. İlyas ŞAVKLIYILDIZ
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, KTÜN

.....

Danışman

Dr. Öğr. Üyesi Mehmet Şahin ATAŞ
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, KTÜN

.....

Üye

Dr. Öğr. Üyesi Gökhan ARICI
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, SÜ

.....

Yukarıdaki sonucu onaylarım.

Prof. Dr. Mevlüt UYAN
Enstitü Müdürü

Bu tez çalışması Konya Teknik Üniversitesi BAP tarafından 231019065 nolu proje ile desteklenmiştir.

TEZ BİLDİRİMİ

Bu tezdeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edildiğini ve tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atıf yapıldığını bildiririm.

DECLARATION PAGE

I hereby declare that all information in this document has been obtained and presented in accordance with academic rules and ethical conduct. I also declare that, as required by these rules and conduct, I have fully cited and referenced all material and results that are not original to this work.

İmza

Oğuzhan AK

Tarih: 10/01/2025

ÖZET

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Er₂O₃ KATKILI B₄C-10SiC SERAMİK MALZEMELERİN FLASH SİNERLEME YÖNTEMİ İLE ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Oğuzhan AK

Konya Teknik Üniversitesi
Lisansüstü Eğitim Enstitüsü
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Dr. Öğr. Üyesi Mehmet Şahin ATAŞ

2025, 50 Sayfa

Jüri

Dr. Öğr. Üyesi Mehmet Şahin ATAŞ
Doç. Dr. İlyas ŞAVKLIYILDIZ
Dr. Öğr. Üyesi Gökhan ARICI

Yüksek erime noktasına sahip bor karbür (B₄C) seramik malzemelerin kovalent bağlı bileşik olması nedeniyle geleneksel sinterleme yöntemi kullanılarak tam yoğunluğa ulaşması zordur. Farklı sinterleme katkılarının eklenmesiyle B₄C seramiklerdeki sinterleme zorluğu önemli ölçüde azaltılmaktadır. Silisyum karbür (SiC), bu malzemelerin yoğunlaşmasını iyileştirerek gelişmiş mekanik özellikler kazandırmaktadır. Ayrıca, çalışmada kullanılan erbiyum oksit (Er₂O₃) ilavesinin de sinterleme işlemi sırasında tane büyümesini kontrol ettiği ve seramiklerin tam yoğunluğa ulaşmasını sağladığı bilinen önemli bir katkı maddesi olarak kabul edilmektedir.

Flash sinterleme, seramikler için işlem süresinin ve sıcaklığın önemli ölçüde azaltılmasına olanak tanıyan yeni bir alan destekli sinterleme teknolojisidir. Numune üzerine uygulanan elektrik alan ve sıcaklık sayesinde yüksek yoğunlukta malzemeler üretilmektedir.

Literatür araştırmasına göre B₄C-10SiC-nEr₂O₃ (n = ağırlık %, 0, 0,5, 1 ve 3) seramik malzemelerin flash sinterleme yöntemiyle üretimi, mikroyapı gelişimi ve mekanik özellikleri ile ilgili herhangi bir çalışma yapılmamıştır. Bu tez kapsamında B₄C-10SiC seramik malzemesine farklı oranlarda Er₂O₃ katkısı ilave ederek sinterlenebilirliği iyileştirmek hedeflenmiştir. X-ışını kırınımı (XRD) analizi, taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve enerji dağılım spektroskopisi (EDS) analizi kullanılarak detaylı bir şekilde incelenmiştir. Numunelerin flash sinterleme işlemi 50 V/mm elektrik alan ve 0,5 A akım altında gerçekleştirilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Bor karbür seramik malzemeler, Erbiyum oksit, Flash sinterleme, Silisyum karbür

ABSTRACT

MS THESIS

PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF Er_2O_3 DOPED B_4C -10SiC CERAMIC MATERIALS BY FLASH SINTERING METHOD

Oğuzhan AK

**Konya Technical University
Institute of Graduate Studies
Department of Metallurgical and Materials Engineering**

Advisor: Asst. Prof. Dr. Mehmet Şahin ATAŞ

2025, 50 Pages

Jury

**Asst. Prof. Dr. Mehmet Şahin ATAŞ
Assoc. Prof. Dr. İlyas ŞAVKLIYILDIZ
Asst. Prof. Dr. Gökhan ARICI**

Due to being a covalently bonded compound of boron carbide (B_4C) ceramic materials which have a high melting point are difficult to achieve full density using conventional sintering methods. The sintering difficulty in B_4C ceramics is significantly reduced by adding various sintering additives. Silicon carbide (SiC) improves the densification of these materials, thereby imparting enhanced mechanical properties. Besides, the addition of erbium oxide (Er_2O_3) used in the study is recognized as an important additive known to control grain growth during the sintering process and ensure the ceramics achieve full density.

Flash sintering is a novel field-assisted sintering technology that significantly reduces the processing time and temperature for ceramics. High density materials are produced through the electric field and temperature applied to the sample.

According to the literature review, there have been no studies conducted on the production via flash sintering method, microstructure development and mechanical properties of B_4C -10SiC- $n\text{Er}_2\text{O}_3$ ($n = 0, 0.5, 1$ and 3 wt. %) ceramic materials. The aim of this thesis is to improve the sinterability of B_4C -10SiC ceramic material by adding Er_2O_3 in different proportions. Detailed examinations were conducted using X-ray diffraction (XRD) analysis, scanning electron microscopy (SEM) and energy dispersive spectroscopy (EDS) analysis. Flash sintering of the samples was carried out under 50 V/mm electric field and 0.5 A current.

Keywords: Boron carbide ceramic materials, Erbium oxide, Flash sintering, Silicon carbide

ÖNSÖZ

Tez çalışmamın her aşamasında bilgi ve tecrübesiyle bana rehberlik eden değerli hocam Dr. Öğr. Üyesi Mehmet Şahin ATAŞ'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Bu çalışmanın laboratuvar aşamalarına zaman ayıran, katkıda bulunan ve desteklerini esirgemeyen Doç. Dr. İlyas ŞAVKLIYILDIZ ve Dr. Öğr. Üyesi GÖKHAN ARICI'ya gönülden teşekkür ederim.

Eski tez danışmanım Doç. Dr. Zeynep ÇETİNKAYA'ya sürecin başlangıcındaki yönlendirmeleri için teşekkür ederim.

Paylaştığı kıymetli bilgileriyle akademik vizyonumu geliştiren ve aynı zamanda ilham verici olan Prof. Dr. Hasan AKYILDIZ, Prof. Dr. Mustafa Serdar KARAKAŞ, Prof. Dr. Mehmet BAĞCI hocalarıma gösterdiği anlayış ve zaman ayırdıkları için çok teşekkür ederim.

Son olarak, hayatım boyunca beni güçlendiren, her koşulda sevgi ve desteğini hissettiren anneme, babama ve ablama sonsuz teşekkür ederim.

Oğuzhan AK
KONYA-2025

İÇİNDEKİLER

ÖZET	iv
ABSTRACT.....	v
ÖNSÖZ.....	vi
İÇİNDEKİLER	vii
SİMGELER VE KISALTMALAR	viii
1. GİRİŞ	1
2. KAYNAK ARAŞTIRMASI.....	4
2.1. Seramik Malzemeler	4
2.1.1. Seramiklerin sinterlenmesi	5
2.1.2. Seramiklerde yoğunlaşma davranışı	6
2.2. Flash Sinterleme Metotları.....	7
2.2.1. Flash sinterleme cihazı	8
2.2.2. Flash sinterlemede kullanılan numune geometrisi	8
2.2.3. Flash sinterlemede elektriksel temas	10
2.3. Flash Sinterlemede Kullanılan Malzemeler.....	12
2.3.1. Zirkonya	12
2.3.2. Zirkonyum diborid	13
2.3.3. İttriya	14
2.3.4. Alümina	15
2.3.5. Titanyum oksit.....	17
2.3.6. Kalay dioksit.....	18
2.3.7. Çinko oksit	19
2.3.8. Silisyum karbür	20
2.3.9. Bor karbür.....	22
2.3.10. Erbiyum oksit	24
3. MATERYAL VE YÖNTEM	25
3.1. Deneysel Hesaplamalar	25
3.2. Numune Hazırlanması	26
3.2.1. Flash sinterleme işlemi.....	27
4. ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA	29
4.1. Flash Sinterleme Davranışı.....	29
4.1. Faz Analizleri.....	31
4.3. Mikroyapısal İncelemeler	32
4.4. Sertlik ve Yoğunluk Analizleri	33
5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER	36
5.1. Sonuçlar	36
5.2. Öneriler	36
KAYNAKLAR	37

SİMGELER VE KISALTMALAR

Simgeler

Er₂O₃: Erbiyum oksit
B₄C: Bor karbür
SiC: Silisyum karbür
Al₂O₃: Alümina
Si₃N₄: Silisyum nitrür
AlN: Alüminyum nitrür
TiB₂: Titanyum diborür
Zr₂O₃: Zirkonya
ZrB₂: Zirkonyum diborid
Y₂O₃: İttriya
TiO₂: Titanyum oksit
SnO₂: Kalay dioksit
ZnO: Çinko oksit
d: Özkütle
m: Kütle
V: Hacim (cm³)
A: Amper
I: Akım

Kısaltmalar

SEM: Taramalı elektron mikroskobu
XRD: X-ışını kırınımı
EDS: Enerji dağılımlı spektroskopi
OM: Optik mikroskop
FS: Flash sinterleme
SOFC: Katı oksit yakıt hücresi
FSPS: Alan destekli sinterleme yöntemi
YSZ: İttriya ile stabilize edilmiş zirkonya
kV: Kilovolt
°C: Santigrat derece
PEG: Polietilen glikol
rpm: Dakikadaki devir hızı
AC: Alternatif akım
DC: Doğru akım
V/mm: Elektrik alan
J: Akım yoğunluğu
kWh: Kilowatt saat

1. GİRİŞ

Seramik malzemeler, günlük hayattan yüksek teknolojik uygulamalara kadar geniş bir kullanım alanına sahip olan, inorganik ve genellikle kristal yapıli malzemelerdir. Bu malzemeler, yüksek sıcaklıklarda mükemmel mekanik dayanım, kimyasal kararlılık, aşınma direnci ve elektriksel özellikler gibi üstün niteliklere sahiptir. Dolayısıyla uçak motorları, kesici takımlar, biyomedikal implantlar, zırh sistemleri, elektronik bileşenler ve nükleer reaktörler gibi çeşitli zorlu uygulama alanlarında yaygın olarak kullanılmaktadır (Demir, 2022).

Bor karbür (B_4C), seramik malzemeler arasında oldukça özel bir konumdadır. Üstün fiziksel ve kimyasal özellikler nedeniyle geniş bir uygulama yelpazesinde kullanılmaktadır. B_4C 'nin en belirgin özellikleri arasında yüksek sertlik, düşük yoğunluk, yüksek erime noktası ve mükemmel kimyasal direnç yer alır (Kayta, 2016). Bu özellikler, B_4C 'yi özellikle zorlu çalışma koşulları gerektiren uygulamalar için ideal bir malzeme haline getirmektedir (Soy, 2009). B_4C , zırh malzemeleri, nükleer reaktörlerde nötron soğurucu, aşındırıcılar ve kesici aletler gibi çeşitli endüstriyel ve askeri uygulamalarda yaygın olarak kullanılmaktadır (Demir, 2022). Ancak, bu malzemenin kovalent bağı bir bileşik olması, geleneksel sinterleme yöntemleriyle tam yoğunluğa ulaşmasını oldukça zorlaştırır (Demir, 2022).

B_4C 'nin kovalent bağları, atomlar arasında güçlü ve yönlü etkileşimler sağlar. Bu nedenle sinterleme sıcaklığı oldukça yüksektir (Soy, 2009). Yüksek sıcaklık ihtiyacı, enerji maliyetlerini artırmakta ve sinterleme işlemi sırasında tane büyümesi gibi istenmeyen mikro yapısal değişikliklere yol açabilmektedir (Keskin ve ark., 2021). Ayrıca, tam yoğunluğa ulaşmamış seramiklerde gözenekli yapılar oluşur, bu da malzemenin mekanik özelliklerini olumsuz yönde etkiler (Demir, 2022). Bu bağlamda, B_4C seramiklerin tam yoğunluğa ulaşmasını sağlamak ve mekanik özelliklerini iyileştirmek amacıyla çeşitli sinterleme katkıları kullanılmaktadır (Ergün, 2006).

Silisyum karbür (SiC), B_4C 'nin sinterlenebilirliğini artırmak ve yoğunluğunu iyileştirmek amacıyla sıklıkla kullanılan bir katkı maddesidir (Gençkan, 2009). SiC , B_4C ile kimyasal olarak uyumlu olup, sinterleme sırasında oluşan sıvı fazın viskozitesini azaltarak malzemenin yoğunlaşmasını teşvik eder (Ergün, 2006). Bu durum, B_4C 'nin sertlik, mukavemet ve aşınma direnci gibi mekanik özelliklerinin önemli ölçüde iyileşmesini sağlar (Gençkan, 2009). Ayrıca, SiC 'nin eklenmesi, sinterleme sıcaklığının düşürülmesine olanak tanır, bu da enerji tasarrufu sağlarken,

tane büyümesinin de kontrol edilmesine katkıda bulunur (Ergün, 2006). Bu sayede, yüksek performanslı B_4C seramiklerin üretimi mümkün hale gelir (Keskin ve ark., 2021).

Erbiyum oksit (Er_2O_3) ise B_4C seramiklerin sinterlenmesinde etkili olan bir diğer önemli katkı maddesidir (Neuman ve ark., 1997). Er_2O_3 , sinterleme işlemi sırasında tane büyümesini kontrol eden ve aynı zamanda sinterleme sıcaklığını düşüren bir ajan olarak işlev görür (Neuman ve ark., 1997). Bu katkı maddesi, B_4C 'nin tam yoğunluğa ulaşmasını sağlayarak malzemenin mekanik özelliklerini iyileştirir (Yoon ve ark., 2023). Erbiyum oksit, özellikle nükleer uygulamalar gibi kritik alanlarda kullanılan B_4C seramiklerin üretiminde tercih edilir, çünkü bu tür uygulamalarda malzemenin homojen mikroyapıya ve yüksek yoğunluğa sahip olması çok önemlidir (Neuman ve ark., 1997).

Geleneksel seramik işleme yöntemleri, malzemenin yoğunlaştırılması ve mekanik olarak dayanıklı bir polikristal yapı oluşturulması için uzun süreli ve yüksek sıcaklıklı ısıtma işlemleri içermektedir. Yüksek düzeyde yoğunlaşma sağlamak için gerekli olan bu yüksek sıcaklıklar, süreç kontrolü dikkatle yapılmadığında, başlangıçtaki tanecik boyutlarının önemli ölçüde büyümesine neden olabilmektedir (Salur, 2021). Bu durum, nanokristal yapıli başlangıç malzemeleri kullanılsa bile, nano boyutlu tane yapısını korumayı zorlaştırmaktadır (Salur, 2021). Ayrıca, seramikle birlikte işlenebilecek malzemeleri, sinterleme sıcaklığının üzerindeki erime noktalarına sahip olanlarla sınırlamaktadır. Geleneksel seramik sinterlemeye alternatif olarak basınç destekli yöntemler (sıcak izostatik presleme, kıvılcım plazma sinterleme (SPS), sıcak presleme) ve mikrodalga ile ısıtma teknikleri tam yoğunluğa ulaşmak için gereken sıcaklıkları azaltabilmektedir. Ancak bu yöntemler genellikle özel ekipman gerektirmekte, yüksek enerji tüketimi ile sonuçlanmakta ve özellikle basınç destekli yöntemlerde üretilen numunelerin geometrisini önemli ölçüde sınırlamaktadır (Nas ve ark., 2013).

Flash sinterleme, ilk olarak 2010 yılında Colorado Üniversitesi'nden Rishi Raj tarafından geliştirilen bir alternatif sinterleme teknolojisidir (Cologna ve ark., 2011). İlk olarak %8 mol Y_2O_3 ile stabilize edilmiş kübik zirkonya (8YSZ) üzerinde gösterilen flash sinterleme yöntemi, bir numunenin üzerinden yüksek bir elektrik alan geçirilmesi ve aynı zamanda ocak ısısının uygulanması ile gerçekleştirilmiştir. Bu olay, daha önce düşük elektrik alanları kullanılarak tane büyümesini kontrol etme yöntemlerinin geliştirilmesine yol açmıştır (Yang ve Conrad, 2010; Yang ve ark., 2010). Numune içinde üretilen elektrik alanı, sinterleme sırasında örneğin küçülmesiyle azalmaktadır.

'Flash' terimi, bu süreç sırasında gözlemlenen ani güç artışını ifade etmekte ve sinterleme birkaç saniye içinde tamamlanmaktadır (Todd ve ark., 2015). Bu olay geleneksel sinterlemeye kıyasla daha düşük sıcaklıklarda gerçekleşmektedir. Flash sinterleme, düşük sıcaklık ve düşük zaman aralıklarında gerçekleştiğinden geleneksel sinterleme yöntemlerine göre belirgin şekilde daha az tane büyümesine neden olmaktadır (Liu ve Gong, 2013). Nanoyapılı seramik malzemelerin hızlı bir şekilde üretilmesi, bu malzemelere mikron ölçeğindeki karşılıklarına göre daha yüksek dayanıklılık ve sertlik sağlamaktadır (Liu ve Gong, 2013). Bu nedenle, flash sinterleme sadece daha hızlı üretim süreci sunmakla kalmaz, aynı zamanda ince nanoyapılı özelliklere sahip yenilikçi malzemeler elde etmek için de bir yol sağlamaktadır.

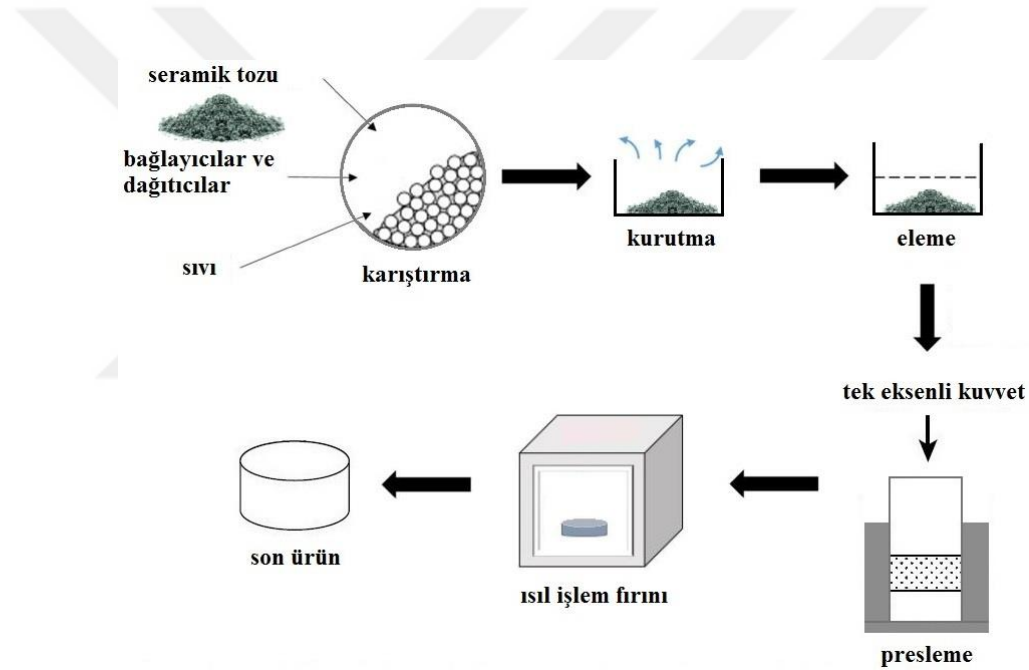
Son yıllarda, seramik malzemelerin sinterleme süreçlerinde devrim niteliğinde yenilikler getiren teknolojiler geliştirilmektedir (Gençkan, 2009). Bu teknolojilerden biri olan flash sinterleme, seramiklerin sinterlenme süresini ve sıcaklığını önemli ölçüde azaltarak enerji verimliliği yüksek ve çevre dostu bir üretim sunmaktadır (Yu ve ark., 2017). Flash sinterleme, malzeme üzerine uygulanan elektrik alan sayesinde atomların hareketliliğini artırır ve böylece düşük sıcaklıklarda kısa sürelerde yüksek yoğunluklu malzemelerin elde edilmesine olanak tanır (Biesuz ve Sglavo, 2019). Bu teknoloji, özellikle B_4C gibi zor sinterlenen malzemelerde büyük avantajlar sunar (Demir, 2022).

Bu çalışma, bor karbür (B_4C) seramiklerin sinterlenmesinde karşılaşılan zorlukların üstesinden gelmek amacıyla kullanılan farklı sinterleme katkılarının etkilerini kapsamlı bir şekilde incelemeyi amaçlamaktadır. Bu bağlamda, silisyum karbür (SiC) ve erbiyum oksit (Er_2O_3) katkılarının B_4C seramiklerin mekanik özellikleri üzerindeki etkileri detaylı bir şekilde araştırılacaktır. Ayrıca, flash sinterleme teknolojisinin bu malzemeler üzerindeki etkileri değerlendirilecek ve geleneksel sinterleme yöntemleri ile karşılaştırılacaktır. Çalışmanın sonucunda, B_4C seramiklerin üretim süreçlerinde kullanılan sinterleme katkıları ve teknolojilerinin malzeme performansı üzerindeki etkileri hakkında önemli bulgular elde edilmesi hedeflenmektedir. Bu bulgular, yüksek performanslı B_4C seramiklerin üretiminde kullanılacak en uygun sinterleme stratejilerinin belirlenmesine katkı sağlayacaktır.

2. KAYNAK ARAŞTIRMASI

2.1. Seramik Malzemeler

Seramikler, saf halleriyle son derece yüksek erime noktalarına sahip olduklarından genellikle toz işleme ve yüksek sıcaklıklarda sinterleme yoluyla şekillendirilmektedir (Carter, 2007). Sinterleme süreci, seramik parçacıkları bir araya getirerek malzemenin dayanıklılığını artırır ve daha iyi bağlantı sağladığı için elektriksel özelliklerini geliştirilmesinde yardımcı olmaktadır. Sinterleme süreci ile ilgili geniş çaplı tartışmalar, literatürdeki birçok çalışmada mevcuttur (Chiang, 1997; Carter, 2007; Riley, 2009; Castro ve Van Benthem, 2012). Seramik malzeme üretim sürecinin şematik gösterimi Şekil 2.1'de gösterilmektedir.



Şekil 2.1. Seramik malzeme üretim aşamaları (Dancer, 2016)

Başlangıç malzemesi gerekli bileşenlere sahipse, bu malzeme üretici tarafından sağlandığı şekilde kullanılabilir veya bağlayıcılar, işlem kontrol katkıları ve sinterleme katkı maddeleri eklenerek hazırlanabilmektedir. Öğütme ve kariştirme işlemi kuru tozlarla yapılabildiği gibi, su veya alkol gibi işlem kontrol katkıları kullanıldığında daha verimli sonuçların elde edildiği literatürde belirlenmiştir (Dancer, 2016). Öğütme işleminden sonra tozlar kurutulmakta ve genellikle bir elekten geçirilerek homojen bir toz formu elde edilmektedir. Elde edilen tozlar, gerekli şekli vermek için bir kalıba yerleştirilmekte ve tek eksenli veya soğuk izostatik presleme yöntemiyle

sıkıştırılmaktadır. Isıl işlem öncesinde "yaş/pişirilmemiş numune" olarak adlandırılan preslenmiş seramik, uygun bir ısıtma döngüsü içeren bir fırında pişirilmektedir. Bu döngü genellikle bir saat veya daha uzun süren yüksek sıcaklıkta bir bekleme süresi içermektedir. Bu süre, termal denge sağlanmasına ve yoğunlaştırma mekanizmalarının tüm örnekte etkili olmasına olanak tanımaktadır. Katkı maddeleri eklenmişse, ısıtma programı, organik bağlayıcı ve dağılma yardımcıların yanması için düşük sıcaklıkta izotermal bir bekleme aşamasını da içerebilmektedir. Isıl işlemler, malzemeye bağlı olarak hava, vakum veya gaz atmosferinde gerçekleştirilebilir. Geleneksel seramik işleminde, numune süreç boyunca serbest halde kalır ve herhangi bir tek eksenli veya izostatik basınç uygulanmaz. Numune oda sıcaklığına soğuduktan sonra, daha fazla şekillendirme veya parlatma, karakterizasyon veya doğrudan uygulama için çıkarılmaktadır. Bu genel süreçte bazı varyasyonlar olabilmektedir. Numunelerin şekillendirilmesinde ekstrüzyon, 3D baskı veya sıvı döküm gibi yöntemler kullanılabilir ve ısıtma işlemleri önemli ölçüde değişiklik gösterebilmektedir (Dancer, 2016). Hızlı pişirme (Garcia ve ark., 2012) gibi yöntemlerde numuneler yalnızca fırının sıcak bölgesine yerleştirilir ve hızlı soğutma için çıkarılmaktadır. Ancak burada açıklanan ve Şekil 2.1'de gösterilen süreç versiyonlarından biri, katı hal sinterlemesiyle üretilen seramik numunelerinin büyük çoğunluğunu üretmek için kullanılmaktadır.

2.1.1. Seramiklerin sinterlenmesi

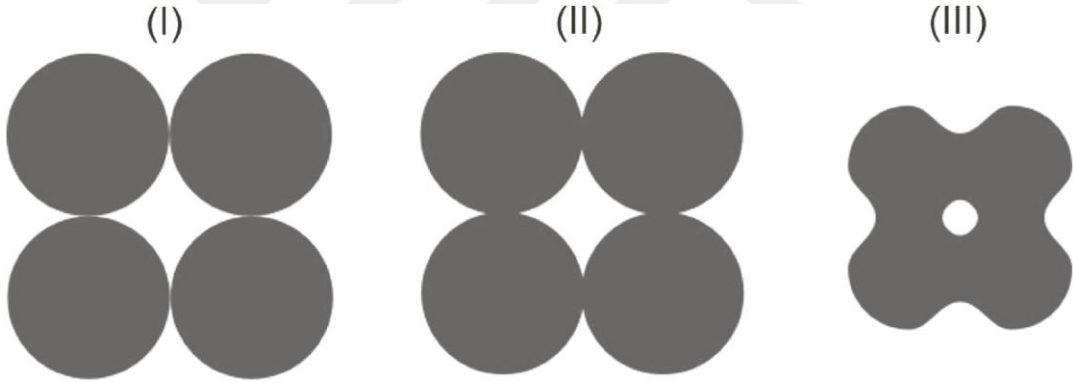
Sinterleme, atomların orijinal yapıdaki boşlukları doldurmak için orijinal konumlarından parçacıklar arasındaki boyun bölgesine hareket ettiği ve böylece malzemeyi ham/yaş durumdan (temas halinde olmayan eklemli parçacıklar) bitişik bir gövdeye dönüştürdüğü difüzyon kontrollü bir mekanizmadır (Castro, 2012). Madde boyun bölgesine altı farklı süreçle taşınmaktadır. Yüzey boyunca, kafes boyunca veya buhar taşınımı yoluyla difüzyon, maddeyi orijinal parçacıkların yüzeyinden boyun bölgesine taşıyabilmekte; alternatif olarak madde tane sınırlarından alınır ve genellikle hareket için daha fazla alanın olduğu tane sınırı boyunca veya kafes boyunca boyun bölgesine taşınmaktadır (Dancer, 2016). Bu mekanizmaların her birinin genel yoğunlaşmaya katkısı, malzeme bileşimine, malzemedeki tane sınırlarına, dislokasyon yoğunluğuna ve yoğunlaşmanın gerçekleştiği sinterleme sıcaklığına bağlı olarak değişmektedir (Dancer, 2016). Buna ek olarak, yoğunlaşma yalnızca madde taşıma mekanizması, kafes boyunca katıların difüzyonu gibi parçacıkların merkezlerini birbirine yaklaştırmak için hareket ettiği durumlarda meydana gelmektedir. Bunu

başaramayan mekanizmalar (örneğin malzemenin buharlaşması ve yüzey difüzyonu) kabalaşmaya neden olur ve yüzey enerjisini azalmaktadır (Dancer, 2016).

2.1.2. Seramiklerde yoğunlaşma davranışı

Sinterleme sırasında malzemenin yoğunluğu maksimum seviyeye yaklaştıkça yoğunlaşma oranı da artmaktadır. Bunun nedeni, yoğunlaşma ilerledikçe yüzey alanının azalması ve dolayısıyla daha az madde taşıma mekanizmasının harekete geçebilmesidir (Chiang, 1997). Malzeme yüksek tane sınırı enerjisine sahip olduğu durumlarda, yoğunlaşmanın devam edebilmesi için daha yüksek bir termodinamik engeli aşacak enerjiye sahip olması gerekmektedir (Castro, 2012). Ayrıca, malzemenin gözeneklerinde bulunan gaz türleri malzemenin kafesi boyunca difüzyon hızına bağlı olduğundan dolayı son derece yavaş olabilmektedir (Brook, 1996).

Sinterleme, ilk olarak Coble tarafından 1961 yılında yayınlanan makalelerinde tanımladığı (Coble, 1961; Coble, 1961) ve Şekil 2.2'de gösterilen üç aşamaya ayrılmaktadır.



Şekil 2.2. Partiküllerin yoğunlaşma aşamaları (Coble, 1961)

Aşama I'de partiküller birleşmeye başlar ve partiküller arasında boyunlar oluşmaktadır. Tane büyümesi, toz tanelerinin tek tek bir araya gelmesi sonucu sürekli bir gözenek ağı içeren bitişik bir gövdeye dönüşeceği şekilde yoğunlaşmanın meydana geldiği Aşama II'ye kadar gerçekleşmemektedir. Aşama III'ün başlangıcında gözenekler, orijinal parçacıklardan oluşan tanelerin köşelerinde izole edilmekte ve bu noktada yoğunlaşma çok daha yavaş hale gelmektedir. Tane boyutu artan yoğunlukla birlikte artmaktadır (Chiang, 1997). Sıcaklık arttıkça daha fazla yoğunlaştırma mekanizması devreye girdiğinden, sinterleme hızı numunenin sıcaklığı ile doğru orantılı olarak değişmektedir. Kafes difüzyonu, tane sınırı veya yüzey difüzyonundan daha yüksek bir aktivasyon enerjisine sahiptir (Chiang, 1997). Sonuç olarak, seramik

malzemelerin yoğunlaştırılması için genellikle erime sıcaklığının %50-%70'i kadar yüksek sıcaklıklar gereklidir (Reed, 1995).

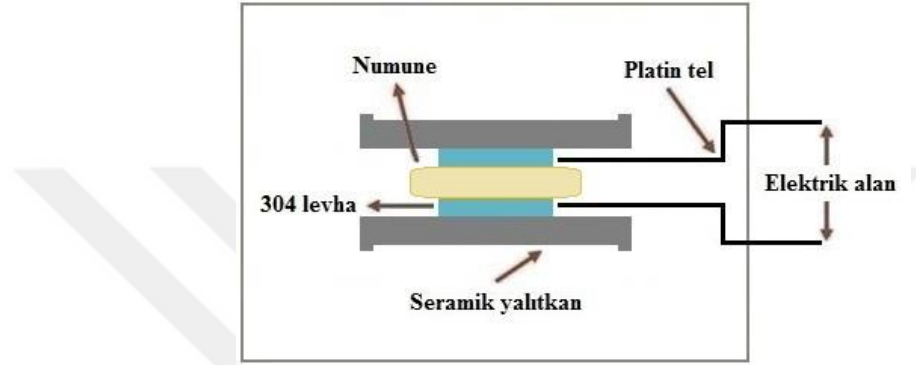
Yoğunlaşma oranı, sinterlemenin III. aşamasında (Aşama III) önemli ölçüde yavaşladığından, yoğun numuneler elde etmek için aşırı uzun sinterleme süreleri kullanmanın genellikle çok az avantajı bulunmaktadır. Çünkü tane boyutundaki artış, bu aşamada elde edilebilen yoğunlaşmadaki küçük artışların avantajını azalmaktadır. Isıl işlem sırasında kullanılan atmosfer değiştirilerek, sıcaklık artırılarak veya tane sınırı hareketliliğini değiştiren katkı maddeleri eklenerek daha iyi sonuçlar elde edilmektedir (Chiang, 1997). Buna ek olarak, başlangıç tozunda bulunan katkı maddeleri çok küçük miktarlarda olsa bile sıvı formu oluşturmaktadır. Katkı maddelerinin varlığı, yalnızca daha yavaş katı hal süreçlerinden ziyade sıvı faz difüzyonuna izin vererek tane sınırları boyunca difüzyon oranlarını artırdığı bilinmektedir (Riley, 2009). Yoğunlaşma aynı zamanda Aşama III sinterleme sırasında istenmeyen anormal (veya süresiz) tane büyümesine de yol açabilmektedir, özellikle alüminada bazı taneler diğerlerine kıyasla aşırı büyük boyutlara ulaşarak genel yapıyı zayıflatmaktadır (Coble, 1961; Chiang, 1997). Bunun nedeni tam olarak anlaşılamamıştır, ancak son çalışmalar tane sınırlarında bulunan 'kompleks' adı verilen kusur durumlarının önemli bir rol oynayabileceğini öne sürmüştür (Dillon ve ark., 2010). Aynı şekilde, ince gözenekliliğin birleşmesi, sinterlemenin sonraki aşamalarında büyük gözeneklerin oluşmasına yol açabilmekte ve bunların giderilmesi son derece zor olmaktadır (Riley, 2009).

2.2. Flash Sinterleme Metotları

Flash sinterleme için en uygun koşullar henüz standart bir aparat konfigürasyonunun mevcut olduğu ölçüde yeterince belirlenmemiştir. Farklı araştırma grupları, numuneleri ısıtmak ve elektrik voltajını uygulamak, testler sırasında elektrik alan koşullarını ve büzülmeyi izlemek için çeşitli yöntemler, farklı numune geometrileri ve elektrot bağlama yöntemleri kullanarak flash sinterleme çalışmaları gerçekleştirmişlerdir. Cihazlar ev yapımıdır veya dilatometreler gibi piyasada bulunan cihazlardan modifiye edilmiştir. Bu bölümde; flash sinterleme performansı, avantajları ve sınırlamaları açısından değerlendirilecektir. Ek olarak numune geometrisi, elektrik kontağı kurma yöntemleri, malzemeleri ve bugüne kadar geliştirilen endüstriyel teknikler açıklanacaktır. Son olarak flash sinterleme, yukarıdaki faktörler açısından diğer alan destekli sinterleme mekanizmalarıyla karşılaştırılacaktır.

2.2.1. Flash sinterleme cihazı

En temel haliyle bir flash sinterleme aparatı, yüksek sıcaklıkta bir fırın ve seramik numuneye bağlanmış bir güç kaynağından oluşmaktadır. Isıl işlem sırasında voltajı, akımı ve numunenin yer değiştirmesini/büzülmesini belirlemek için monitör gerekmektedir. Literatürde bugüne kadar birçok flash sinterleme cihazı tanımlanmıştır. En çok kullanılan tipik flash sinterleme cihazının şematik gösterimi Şekil 2.3'de gösterilmiştir.

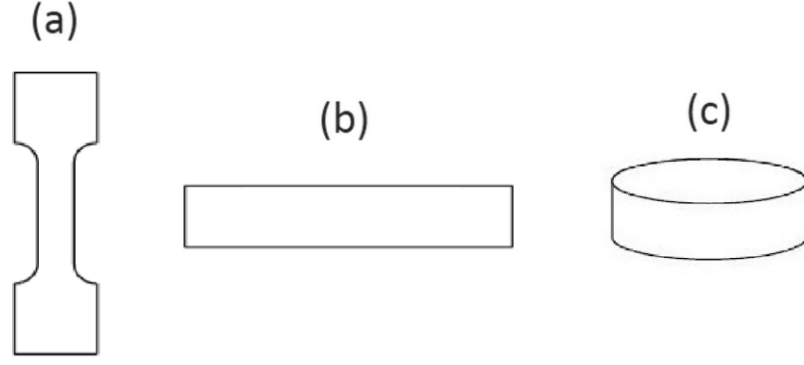


Şekil 2.3. Flash sinterleme deneyinin şematik gösterimi (Çetinkaya, 2022)

Şekilde görüldüğü üzere, elektrot görevi de gören platin tellerden yatay olarak asılan köpek kemiği şeklindeki numune ile dikey bir tüp veya kül fırın kullanılmaktadır (Cologna ve ark., 2010; Lebrun ve ark., 2015). Bunlar fırının üstünden geçirilerek güç kaynağına bağlanmaktadır. Akım ve voltaj izleme cihazları güç devresine dahil edilmiştir. Kapısında pencere bulunan fırında flash sinterleme sırasında numunedeki büzülmeyi doğrudan kaydetmek için uygun filtrelerle sahip kameralar kullanılmaktadır (Cologna ve ark., 2010).

2.2.2. Flash sinterlemede kullanılan numune geometrisi

Dikdörtgen kesitli çubuklar (Yoshida ve ark., 2016), köpek kemikleri şeklinde kalıplanmış seramik malzemeler (Cologna ve ark., 2010) ve çeşitli çap-yükseklik oranlarına sahip peletler (Cologna ve Raj, 2011; Muccillo ve Muccillo, 2013) flash sinterlenme numunesi olarak kullanılmaktadır (Şekil 2.4).



Şekil 2.4. Flash sinterleme deneyinde kullanılan numunelerin şekli (Caliman ve ark., 2015)

Flash sinterlenmiş numuneler genellikle küçük boyutlara sahiptir (Grasso ve ark., 2016). Laboratuvar ölçekli güç kaynakları tarafından sağlanan voltaj ve akım nispeten düşük olduğundan, numunelerin boyutlarını kontrol etmek, maksimum elektrik alanını ve akım yoğunluğunu kontrol etmek için kolay bir yol olarak kullanılmaktadır (Dancer, 2016). Başlangıç (maksimum) elektrik alanı $E_0 = V/l$ olarak hesaplanabilir; burada V voltajdır ve l elektrotlar arasındaki numunenin uzunluğudur, yani bir köpek kemiğindeki master bölümünün uzunluğu veya peletin kalınlığıdır. Voltaj sınırlı olsa bile daha uzun veya daha kalın numuneler kullanılarak başlangıçtaki elektrik alanının artırılabilceği anlamına gelmektedir (Dancer, 2016). Akım yoğunluğu J , $J = I/\pi r^2$ olarak hesaplanır; burada I akım ve r peletin yarıçapıdır veya $J = I/wd$ olarak hesaplanır; burada wd , köpek kemiği veya çubuğun kesit alanını ifade etmektedir. Bu, peletin yarıçapı ne kadar büyükse veya köpek kemiği ne kadar kalın ve genişse, numuneden geçen akım yoğunluğunun o kadar küçük olacağı anlamına gelmektedir. En yüksek elektrik alan gücünü ve en büyük akım yoğunluğunu sağlamak için numunenin tüm boyutları mümkün olduğunca küçük yapılmalıdır. Ancak bu durum flash sinterleme metodunun gerçek uygulamalar için daha tipik olan daha büyük ölçekli numunelere uygunluğunu sorgulamaktadır (Dancer, 2016). Bugüne kadar literatürde numune boyutlarının veya şeklinin flash sinterleme üzerindeki etkisine dair sistematik bir inceleme bulunmamaktadır.

Köpek kemiği şeklindeki numuneler, flash sinterleme işlemi sırasında gösterge bölümündeki büzülmenin görsel yöntemlerle izlenmesi için uygun numuneler olduğu çalışmalarda belirlenmiştir (Francis ve Raj, 2013). Oysaki peletlerdeki büzülme genellikle bir kuvvet sensörü (Caliman ve ark., 2015) veya lazer sistemi (Schmerbauch ve ark., 2014) kullanımı gibi doğrusal yer değiştirme teknikleri kullanılarak ölçülmektedir. Flash sinterlenmiş köpek kemiği numunelerinin sap kısımlarının daha

yüksek elektrik alanlarına ve dolayısıyla daha yüksek sıcaklıklara maruz kaldığına ve DC elektrik alanları altında daha büyük tane büyümesine yol açtığına dair kanıtlar mevcuttur (Qin ve ark., 2016). Numunelerin daha ileri uygulamalar için kullanılması durumunda, bu bölümlerin çıkarılması gerekeceği anlamına gelmektedir. Ayrıca, elektrot telleri için sinterlenmemiş durumdaki köpek kemiği numunelerine delik açılmasının da hasara yol açabileceği öne sürülmüştür (Qin ve ark., 2016).

2.2.3. Flash sinterlemede elektriksel temas

Flash sinterleme için kullanılan elektrotların çoğu, yüksek erime sıcaklığı ve iyi elektrik iletkenliği nedeniyle platin metalinden (mürekkep, macun ve/veya teller ve plakalar şeklinde) oluşmaktadır. Molibden teller (Zapata-Solvas ve ark., 2013) veya bakır tel (Akbari-Fakhrabadi ve ark., 2012) gibi alternatif elektrot malzemelerinin kullanıldığı çalışmalar zaman zaman tamamlanmış olsa da, genel olarak elektrot malzemesi seçimi gerekçelendirilmemiştir. Farklı elektrot malzemelerinin kullanıldığı iki çalışma bu konuda bazı fikirler vermektedir. Caliman ve arkadaşları (Caliman ve ark., 2016) β -alümina ($\text{MgNa}_2\text{Al}_{10}\text{O}_{17}$) disk numunelerinin yüzeylerine hem gümüş hem de platin mürekkep uygulamışlardır. Bu malzemede, sodyum iyonu ileten β -alümina ile platin metali arasındaki uyumsuzluk nedeniyle platin kullanıldığında flash sinterleme meydana gelmemiştir. Bunun yerine gümüş elektrotlar kullanıldığında flash sinterleme metodu çalışmıştır. Bu durum, yeni malzemeleri flash sinterleme ile çalışırken elektrot malzemesi seçiminin önemini göstermektedir. Biesuz ve Sglavo (Biesuz ve Sglavo, 2016) tarafından yakın zamanda yapılan bir çalışmada, α -alüminanın (Al_2O_3) flash sinterlenmesi, köpek kemiklerinin uçlarına uygulanan platin, karbon ve gümüş macunlar kullanılarak incelenmiştir. Bu bölgeler daha sonra normal platin teller kullanılarak bir güç kaynağına bağlanmıştır. Belirli bir elektrik alanı için ani sinterleme başlangıç sıcaklığının gümüş macun kullanıldığında yaklaşık 250 °C düştüğü ve en yüksek sıcaklıkların platin macun kullanımında gözlemlendiği bulunmuştur (Biesuz ve Sglavo, 2016). Bu durum, alümina/elektrot arayüzünde gümüş ve karbon tarafından katalize edilen ve malzemenin iletkenliğini artıran bir reaksiyonun olduğunu belirtmişlerdir (Biesuz ve Sglavo, 2016). Platin reaktif olmayan bir soy metal olduğundan bu etkiyi yaratması beklenmemektedir (Biesuz ve Sglavo, 2016). Bu çalışma, elektrot malzemesinin erime sıcaklığı önemli bir husus olmakla birlikte, malzemenin iletkenliğini artırma potansiyeli gibi diğer faktörlerin de bir flash sinterleme düzeneği tasarlanırken dikkate alınması gerektiğini göstermektedir.

Modifiye edilmiş SPS makineleri ve diğer fırınların kullanıldığı yaklaşımlarda genellikle grafit elektrotlar kullanılır. Gonzalez-Julian ve arkadaşları, zirkonyum diborürün SPS'sini inceledikleri makalelerinde, genellikle seramik numune ile grafit zimbalar arasına yerleştirilen grafit disklerin kullanılmasının numuneden geçen akım akışında bir azalmaya neden olabileceğini göstermiştir (Gonzalez-Julian ve ark., 2016). En büyük akımlar, seramik doğrudan güç kaynağının bağlı olduğu grafitte bastırıldığında elde edilerek en yüksek yoğunluğa ve en büyük tane boyutuna sahip numuneler verir (Gonzalez-Julian ve ark., 2016). Numunenin grafit çubuklara yapışma riskini taşır ve genellikle ısıtıl işleminden sonra daha kolay taşlanabilen grafit folyo kullanılarak önlenir.

Elektrotların seramik numuneye bağlanma yöntemi büyük ölçüde numune geometrisine bağlıdır. Köpek kemiği numuneleri söz konusu olduğunda, elektrot telleri köpek kemiği sap bölgelerinde açılan deliklerden yerleştirilir (Cologna ve ark., 2010). Dikdörtgen çubuklar için her bir uç etrafında bükülmüş teller kullanılır (Jha ve ark., 2016). Peletler için kullanılan elektrotlar genellikle üst ve alt yüzeylere yerleştirilen platin disklerdir (Du ve ark., 2016) ve güç kaynağına giden teller takılıdır. Alternatif yaklaşımlar, telleri disklerle aynı konuma yerleştirilmiş platin tel ağlarına bağlamak (Muccillo ve ark., 2011), disklerin üst ve alt yüzeylerini iletken boya/macunla boyamak (genellikle platin (Hao ve ark., 2012), ancak gümüş de kullanılmıştır (Gaur ve Sglavo, 2014; Gaur ve Sglavo, 2015) veya disklerin her iki tarafını platinle püskürtme yoluyla kaplamaktır (Zhang ve Luo, 2015). Son olarak, Saunders ve arkadaşları (Saunders ve ark., 2016) temassız bir kurulum gerçekleştirmek için herhangi bir ek malzeme yerine ark plazma elektrotları kullanan ve B₄C ve SiC/B₄C kompozit malzemeleri başarıyla tamamen yoğunlaştıran bir flash sinterleme yaklaşımı tanımlamışlardır. Bu teknik süreci basitleştirir, ancak numunelerde aşırı tane büyümesi ve mikroyapısal homojensizlik gibi zararlı etkilere neden olabilecek ısınmaya neden olur.

Elektrot bağlama yöntemleri genellikle numune geometrisi ve aparat konfigürasyonu tarafından belirlendiğinden, literatürde Caliman ve arkadaşlarının (Caliman ve ark., 2016) ve Biesuz ve Sglavo'nun (Biesuz ve Sglavo, 2016) yukarıda açıklanan ve yalnızca elektrot malzemelerindeki değişiklikleri dikkate alan çalışması dışında farklı yaklaşımların sistematik bir karşılaştırması çok azdır. Farklı gruplar tarafından kullanılan flash sinterleme aparatları arasında eşzamanlı olarak başka önemli farklılıklar da bulunduğundan, böyle bir analizin literatürün gözden geçirilmesiyle oluşturulması zordur. Flash sinterleme yöntemleri çok çeşitli malzemelerle kullanım

için optimize edilecekse, elektrot malzemesi seçimi ve elektrot bağlama yöntemi konusu daha fazla araştırılmalıdır.

2.3. Flash Sinterlemede Kullanılan Malzemeler

Flash sinterleme ile ilgili ilk çalışmalar zirkonya üzerine odaklanırken artık yapısal seramikler, ferroelektrik malzemeler, katı oksit yakıt hücrelerinde (SOFC'ler) kullanılan malzemeler ve kompozitler de literatürde yerini almıştır. Özellikle farklı iyonik ve elektronik iletkenliklere sahip malzemelerin incelenmesi, seramik malzemelerdeki ani sinterleme mekanizmaları hakkında yeni bilgiler sunmaktadır. Aşağıdaki bölümlerde, bu malzemeler için oluşturulan flash sinterleme koşulları açıklanmakta ve tartışılmaktadır.

2.3.1. Zirkonya

Zirkonya, flash sinterleme literatüründe şimdiye kadar en kapsamlı şekilde incelenen iyonik bir seramik malzemedir. Uygun elektrik alanı ve fırın koşulları altında flash sinterleme yapabilme yeteneği sayesinde büyük ilgi çekmiş ve Cologna ve arkadaşları tarafından 2010 yılında bu olguyu tanımlayan ilk makalenin konusu olmuştur (Cologna ve ark., 2010). Eşdeğerlik koşulları altında, oda sıcaklığı ve basınçta monoklinik bir kristal yapısına sahiptir, ancak itriya (itriyum oksit) gibi küçük miktarlarda katkı maddelerinin eklenmesi yüksek sıcaklık polimorflarını stabilize etmektedir. Zirkonyaya %3 mol itriya eklenmesi, oda sıcaklığında tetragonal stabilize edilmiş bir form verirken, %8 mol itriya, polikristalin kübik formunu stabilize eder (Riley, 2009). Geniş çapta ani sinterleme çalışmalarında kullanılan bu tür malzemeler, Japonya'daki Tosoh gibi ticari tedarikçilerden nanoskopik tane boyutuna sahip olarak ön karışımli şekilde temin edilebilmektedir. Stabilize edilmemiş zirkonyaya kıyasla artan tokluk ile %3Y-TZP, diş implantları ve bilyalı öğütme ortamlarında kullanım alanı bulur (Riley, 2009). %8YSZ ise SOFC'lerin elektrolitinde yaygın olarak kullanılan bir malzemedir (Cologna ve ark., 2011).

Zirkonya malzemelerinin flash sinterleme üzerine yapılan çalışmalarda, Bölüm 2.2'de tanımlanan üç standart numune şeklinin de kullanıldığı görülmüştür. 3Y-TZP veya 8YSZ kullanılarak gerçekleştirilen geniş kapsamlı flash sinterleme çalışmaları, bu malzemelerin davranışlarına dair bazı diğer malzemelere kıyasla daha net sonuçlar çıkarılmasına olanak tanımaktadır, çünkü diğer malzemeler farklı araştırma grupları tarafından daha az incelenmiştir.

Flash sinterleme ilk olarak 2010 yılında Cologne ve arkadaşları tarafından 3Y-TZP üzerinde gözlemlenmiştir (Cologne ve ark., 2010). Ancak bu çalışma, Colorado Boulder Üniversitesi'nden Rishi Raj ve Kuzey Karolina Eyalet Üniversitesi'nden Hans Conrad'ın 3Y-TZP seramiklerinde tane büyümesini baskılamak için elektrik alanları kullanma üzerine yaptığı önceki çalışmalardan bir uzantı olarak ortaya çıkmıştır (Ghosh ve ark., 2009). Önceki çalışmalarda, zirkonya seramiklerine sinterleme sırasında uygulanan mütevazı başlangıç elektrik alanlarının (AC ve DC, 18.5 V cm^{-1} 'e kadar) tane büyümesini baskıladığı gösterilmiştir. Cologne ve arkadaşlarının 2010 çalışmasında (Cologne ve ark., 2010), $950 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de köpek kemiği numunelerinde 40 V cm^{-1} 'in üzerinde yüksek başlangıç elektrik alanları kullanılmış ve bu, 3Y-TZP'nin sinterleme hızında hızlı bir artışa neden olmuştur. Flash sinterlemenin belirgin bir güç artışı ile gösterildiği ilk gözlemler yapılmış ve tam yoğunluk 5 saniyeden kısa bir sürede sağlanmıştır (Cologne ve ark., 2010).

3Y-TZP, şimdiye kadar flash sinterleme literatüründe en geniş şekilde incelenmiş malzemedir. İlk çalışmalar, flash sinterleme tekniği için parametrelerin belirlenmesine odaklanmışken, daha sonraki birçok çalışma, flash sinterlemenin belirli malzemelerde ve belirli koşullar altında neden gerçekleştiğini açıklayan teorilere destekleyici kanıtlar üretmeye yönelmiştir.

2.3.2. Zirkonyum diborid

Zirkonyum diborid, yüksek sıcaklık dayanıklılığı ve yüksek elektriksel iletkenliği ile tanınan bir malzemedir; bu özellikleri, onu yüksek sıcaklık elektrotları gibi çeşitli potansiyel uygulamalar için uygun hale getirir (Lonergan ve ark., 2015). Şu ana kadar zirkonyum diboridin flash sinterlemesi yalnızca FSPS (Alan Destekli Sinterleme Yöntemi) kullanılarak Grasso ve arkadaşları tarafından gerçekleştirilmiştir (Grasso ve ark., 2014). Yaklaşık %63.6 yoğunluğuna sahip ön ısıtıl işlem görmüş ZrB_2 peletleri, çevreleyen bir kalıp olmaksızın grafit preslerin arasına yerleştirilmiştir (konvansiyonel SPS'ten farklı olarak). Numune ve elektrotlar arasındaki teması sağlamak için yalnızca küçük bir tek eksenli kuvvet (5 kN) kullanılmıştır. 25 kW 'lık tepe gücü kullanılarak, ZrB_2 tozunun 35 saniye içinde teorik maksimum yoğunluğun %95'ine ulaşarak yaklaşık $11 \text{ }\mu\text{m}$ tane boyutuna sahip olduğu gösterilmiştir. Tane büyümesi, 25 saniyeden uzun sürelerde en belirgin şekilde görülmüş, ancak yoğunluk bu süre sonunda yalnızca %85'e ulaşabilmiştir. Grafit presin numuneden 4 mm uzaklıktaki sıcaklığı, maksimum yoğunlaşma anında $2198 \text{ }^{\circ}\text{C}$ olarak ölçülmüştür. Hızlı

FSPS tarafından tüketilen 0,2 kWh enerji ile karşılaştırıldığında, konvansiyonel SPS benzer bir numuneyi 2100 °C'de 20 dakika tutma süresi ile yoğunlaştırmak için yaklaşık 4 kWh enerji gerektirmiştir. Ancak, yazarlar FSPS'in daha köklü flash sinterleme yöntemlerine kıyasla birçok avantaja sahip olduğunu doğru bir şekilde savunsa da, sürecin gerçekleşmesi için yeterli mekanik gücü elde etmek amacıyla numunelerin ön sinterleme gerektirmesi ve elde edilen tane boyutunun genellikle SPS'ten beklenenden çok daha büyük olması gibi bazı sınırlamalar mevcuttur; benzer yoğunlukta daha küçük tane boyutları, bu çalışmada kullanılan konvansiyonel SPS'ten daha yüksek basınçlarda SPS ile elde edilebilir (Zapata-Solvas ve ark., 2013). Ancak, bu dezavantajların bazılarını ortadan kaldırmak mümkündür. Örneğin, Gonzalez-Julian ve arkadaşları (Gonzalez-Julian ve ark., 2016), geleneksel SPS kalıplarında ZrB_2 'nin alan yardımcı yoğunlaştırılması sırasında maksimum akımın numuneden geçmesine izin verilirse yoğunluğun maksimuma çıktığını göstermiştir. Numunenin, kalıp duvarlarından izole edilmiş bir alümina tüp kullanılarak izolasyon sağlandığı değiştirilmiş bir SPS düzeni kullanmak, örneğin Zapata-Solvas ve arkadaşları tarafından tarif edilen düzenek gibi (Zapata-Solvas ve ark., 2013), akımın kalıp duvarları yerine numuneden geçmesini sağlayarak, SPS yapılandırması içinde flash sinterleme avantajlarını daha tam olarak gerçekleştirebilir.

2.3.3. İttriya

İttriyum oksit seramiği, kimyasal saldırılara karşı direnci nedeniyle belirli uygulamalar (hidrojen plazma uygulaması vb.) için oldukça değerlidir (Yoshida ve ark., 2014). Ancak işlenmesi zordur ve genellikle vakum veya hidrojen atmosferi gerektirir (Yoshida ve ark., 2014). Yoshida ve arkadaşları tarafından 2014 yılında yapılan bir çalışmada, 20 nm kristalit boyutuna sahip itriyum oksitin dopant eklenmeden flash sinterleme gerçekleştirebildiği gösterilmiştir (Yoshida ve ark., 2014). Malzeme, bir köpek kemiği numune biçiminde şekillendirilmiş ve dikey bir tüp fırın düzeninde yatay olarak tutulmuştur. Bu düzenekte, başlangıç elektrik alanı 1000 V cm^{-1} ve elektrik akımı limiti 60 mA altında en düşük fırın sıcaklığı olan 985 °C'de flash sinterleme başlatılmış ve %97.9 yoğunlukta malzeme elde edilmiştir. Çalışmadaki en yüksek yoğunluklu numune, daha düşük bir başlangıç elektrik alanı olan 500 V cm^{-1} ve elektrik akımı limiti 60 mA ile ve daha yüksek bir fırın sıcaklığı olan 1133 °C'de elde edilmiştir; bu numune %99.6 yoğunluk göstermiştir. Yoğunluk ve tane boyutu, akım limitinin artmasıyla birlikte artmıştır. Tüm durumlarda, flash sinterleme bir süre alan yardımcı

sinterlemenin ardından gerçekleşmiştir. Bu gecikmiş başlangıç, Y_2O_3 'ün 3Y-TZP gibi diğer seramiklerle karşılaştırıldığında daha düşük elektronik iletkenliğine atfedilmektedir. Y_2O_3 'te flash sinterlemenin, aynı veya daha yüksek sıcaklıklara ısıtılma işlem görmüş konvansiyonel sinterlenmiş numunelere kıyasla belirgin bir tane büyümesine neden olduğu ve ayrıca flash sinterleme sınırının altında (300 ile 500 V cm^{-1} arasında) başlangıç elektrik alanlarına maruz kalan numunelerle karşılaştırıldığında da dikkat çekicidir (alan yardımlı sinterleme, FAST) (Yoshida ve ark., 2014). Ancak, en yüksek akım yoğunluk limiti kullanılan flash sinterleme ile en yoğun numuneler üretilmiştir. Bu, itriyum oksit için küçük tane boyutlarının gerekmesi durumunda düşük elektrik alanlarının (FAST rejimi) kullanılması gerektiğini, oysa düşük sıcaklıkta yüksek yoğunluğun öncelik olduğu durumlarda yüksek elektrik alanı gücünde flash sinterlemenin gerektiğini önermektedir.

2.3.4. Alümina

Alümina, genellikle 1600 °C civarında sinterlenen ve anormal tane büyümesini azaltmak için genellikle MgO gibi sinterleme yardımcıları eklenen yaygın bir oksit seramiğidir (Chiang, 1997). α -alüminada flash sinterleme, Cologna ve arkadaşları tarafından 2011'de (Cologna ve ark., 2011), Gonzalez-Julian ve Guillon tarafından 2015'te (Gonzalez-Julian ve Guillon, 2015), ve Biesuz ve Sglavo tarafından 2016'da (Biesuz ve Sglavo, 2016) denenmiştir. Şu ana kadar elde edilen sonuçlar bazı çelişkiler göstermektedir. Cologna ve arkadaşları (Cologna ve ark., 2011), %0.25 ağırlıkça MgO katkılı Al_2O_3 'ün, 500 V cm^{-1} veya daha yüksek bir elektrik alanında tam yoğunluğa ulaşabildiğini göstermiştir; bu işlemler, 500 V cm^{-1} için 1320 °C ve 1000 V cm^{-1} için 1260 °C fırın sıcaklıklarında gerçekleştirilmiştir. Bu deneylerde izotermal bekletme yerine sürekli ısıtma hızı kullanılmıştır. Akım, 60 mA ile sınırlandırılmış olup, bu da köpek kemiği şeklindeki numune ölçüm kesitinde yaklaşık 10 A mm^{-2} 'lik bir maksimum akım yoğunluğu öngörmektedir; ancak bu limitin flash sinterleme sürecinde gerçekten aşıp aşılmadığı net değildir, dolayısıyla akım yoğunluğu aslında biraz daha düşük olabilir. Gonzalez-Julian ve Guillon (Gonzalez-Julian ve Guillon, 2015), sinterleme sürecini desteklemek için sıvı fazda kalsiyum-alüminyum silikat (CAS) camı eklemiştir. Bu durumda, sıvı fazın 1350 °C üzerinde eridiği noktada geçen akım, 150 V cm^{-1} gibi daha düşük bir başlangıç elektrik alanında ve ağırlıkça %10 CAS camı eklenmiş numuneler için 1315 °C başlangıç fırın sıcaklığında flash sinterlemenin gerçekleşmesini sağlamıştır. Bu numune %98.58 göreceli yoğunluğa ulaşmıştır. Diğer

numuneler de sinterlenmiştir, ancak bu kadar yüksek yoğunluk elde edilememiştir ve zamanla değişen sinterleme eğrileri ile flash sinterleme davranışının daha az kanıtı bulunmaktadır.

Biesuz ve Sglavo tarafından yapılan daha güncel bir çalışmada (Biesuz ve Sglavo, 2016), %99.8 alümina numunelerinde elektrik alanı ve akım yoğunluğunun flash sinterleme üzerindeki etkisi daha ayrıntılı olarak incelenmiştir. Yüksek elektrik alanlarda (1500 ve 1250 V cm^{-1}) flash sinterleme, $2\text{--}6 \text{ mA mm}^{-2}$ akım yoğunluklarında gözlemlenmiştir. 0 veya 250 V cm^{-1} elektrik alanlarında ise flash sinterleme davranışı görülmemiştir. Bu koşullar arasında, alan destekli sinterleme gözlemlenen ve numunenin akım limitine ulaştığında flash sinterlemeye geçiş yapılan karışık bir davranış görülmektedir. Ancak, tam yoğunluğun yalnızca 1000 V cm^{-1} veya daha yüksek elektrik alanlarda ve $6\text{--}7 \text{ mA mm}^{-2}$ akım yoğunluğunda flash sinterlenmiş numuneler için elde edildiği not edilmiştir. Bu numuneler için flash sinterleme, 1500 V cm^{-1} elektrik alanı altında yaklaşık $900 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de, 1250 V cm^{-1} için $1000 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de ve 1000 V cm^{-1} için $1070 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de platinum elektrotları kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Karbon ve gümüş elektrotları kullanıldığında, karşılık gelen elektrik alanı güçlerinde daha düşük flash sinterleme sıcaklıkları gözlemlenmiştir; ancak özellikle gümüş elektrotların kullanımı gözlemlenen yoğunlaşma derecesini sınırlamıştır. Bu üç çalışmadan açıkça görülmektedir ki, safsızlık konsantrasyonu, alüminanın verilen deneysel kurulumda başarılı bir şekilde flash sinterleyip sinterlemeyeceğini belirlemede kritik bir faktördür. Cologna ve arkadaşları (Cologna ve ark., 2011), %99.99 saflıkta alümina kullanmışken, Gonzalez-Julian ve Guillon (Gonzalez-Julian ve Guillon, 2015), safsızlık oranı belirtilmeyen %99.7 saflıkta bir toz kullanmıştır; bu %0.3 saflık, Cologna ve arkadaşlarının (Cologna ve ark., 2011) eklediği %0.25 MgO miktarından daha yüksek bir safsızlık seviyesidir. Biesuz ve Sglavo (Biesuz ve Sglavo, 2016), MgO, Na_2O , Fe_2O_3 , SiO_2 ve CaO dahil olmak üzere toplam %0.2 safsızlık içeren %99.8 saflıkta alümina kullanmıştır. Bu seviye, flash sinterlemenin gözlemlendiği Cologna ve arkadaşlarının (Cologna ve ark., 2011) %0.25 MgO içeriğine benzer bir seviyededir. Cologna ve arkadaşları (Cologna ve ark., 2011) ile Biesuz ve Sglavo (Biesuz ve Sglavo, 2016) arasındaki alümina için gereken elektrik alanı, akım yoğunluğu ve fırın sıcaklığı koşullarındaki açık varyasyonlar, alümina numunelerinin benzer saflığına rağmen, safsızlık içeriğinin son derece kritik olduğunu veya deneysel aparatın kurulumunun önemli bir rol oynadığını önermektedir. Bu alanda, alümina üzerindeki flash sinterleme

davranışında safsızlık türü ve miktarının kritik yönlerini belirlemek için daha fazla çalışma gerekmektedir.

Alümina, hem α -alümina hem de γ -alümina formlarında bulunur; ancak, şimdiye kadar yalnızca α -alümina flash sinterlenebilir olarak gösterilmiştir. Biraz kafa karıştırıcı bir şekilde adlandırılan β -alümina, aslında sodyum alüminattır (örneğin, $\text{MgNa}_2\text{Al}_{10}\text{O}_{17}$) ve güçlü iyonik bir malzeme olup SOFC gibi uygulamalarda kullanılmaktadır. Caliman ve arkadaşları (Caliman ve ark., 2016) tarafından, 120 V cm^{-1} elektrik alanı, $550 \text{ }^\circ\text{C}$ fırın sıcaklığı ve 10 A cm^{-2} maksimum kritik akım kullanılarak gümüş elektrotlarla flash sinterlenmiştir. Bu numunelerin göreceli yoğunlukları %88 olup, çalışmada elde edilen en yüksek yoğunluktur. İlginç bir şekilde, bu malzeme için platinum elektrotlar uyumsuz elektrokimyasal reaksiyonlar nedeniyle etkisiz kalmıştır. Bu çalışma, flash sinterleme sırasında malzemenin iyonik yük taşıyıcılarının difüzyon hızlarını ve davranışlarını anlamanın, sadece elektriksel iletkenlikten daha önemli olduğunu göstermektedir.

2.3.5. Titanyum oksit

Titanyum oksit, enerji depolama ve sensörler gibi işlevsel uygulamalar için değerli bir malzemedir (Jha ve Raj, 2014). Saf titanyum oksidin rutil kristalografik formunda flash sinterlenmesi ilk olarak Jha ve Raj tarafından 2014 yılında rapor edilmiştir (Jha ve Raj, 2014). Köpek kemiği şeklindeki numuneler, $1150 \text{ }^\circ\text{C}$ 'ye ısıtılmış bir tüp fırında platin tel elektrotlar kullanılarak flash sinterlenmiştir. Flash sinterleme, 250 V cm^{-1} ve üzerindeki başlangıç elektrik alanları için gerçekleşmiş olup, en düşük flash sinterleme fırın sıcaklığı 1000 V cm^{-1} için $640 \text{ }^\circ\text{C}$ olarak ölçülmüş ve numuneler yaklaşık %90 yoğunluk ve $1,5 \text{ }\mu\text{m}$ tane boyutu ile kalmıştır. Bu, tipik konvansiyonel sinterleme koşullarının $1000 \text{ }^\circ\text{C}$ 'de 20 saatten oldukça düşüktür. Jha ve arkadaşlarının (Jha ve ark., 2016) sonraki deneyleri, Elektron Kaynağı Gelişmiş Fotonu kullanarak ön sinterlenmiş TiO_2 numunelerinde elektrik alanının etkisini incelemiştir. Numuneler, $800 \text{ }^\circ\text{C}$ 'de bir fırında X-ışını kırınımı ile izlenmiş ve numunelerden geçen 100 V cm^{-1} elektrik alanı uygulanmıştır. Güç kaynağının akım sınırı 25 mAmm^{-2} idi. Elektrik alanı altında, (110) ve (111) kristalografik düzlemleri nedeniyle tepe yoğunluklarının azaldığı, (211) tepe yoğunluğunun ise arttığı bulunmuştur. Bu etki, DC güç kaynağının kapatılmasıyla geri döndürülebilmektedir. Bu gözlemler, TiO_2 birim hücresinin elektrik alanı nedeniyle distorsiyona uğradığını ve bunun, oksijen boşlukları ve titanyum interstisyel gibi yüklü kusurların birikimi ile ilişkili olabileceğini önermektedir. Bu

deney, flash sinterleme sürecinin son aşamalarını tekrarlar, bu nedenle ilk flash sinterleme koşullarında bu etkinin ölçülebilir olup olmayacağı belirsizdir.

2016 yılında Zhang ve arkadaşları (Zhang ve ark., 2016) anataz ve rutil TiO_2 formlarının flash sinterleme koşullarını, azot ve vanadyum dopantları eklenmiş ve eklenmemiş olarak inceledi. İnce peletler şeklinde şekillendirilmiş numuneler, başlangıç elektrik alanı olarak 500 V cm^{-1} altında ısıtılmıştır. Maksimum akım yoğunluğu yaklaşık 20 Amm^{-2} idi. Flash sinterleme, tüm numunelerde 665°C ile 831°C arasında fırın sıcaklıklarında gerçekleşmiştir ve bu, Jha ve arkadaşlarının (Jha ve Raj, 2014) dopantsız rutil TiO_2 'de 500 V cm^{-1} ve 700°C 'de flash sinterleme gözlemlediği bulgularla tutarlıdır. Anataz örneklerinde fırın sıcaklıkları, rutil örneklerine göre daha düşüktü; bu durum anataz fazının daha yüksek elektriksel iletkenliğine atfedilmektedir. Tüm durumlarda anataz fazı, 1100°C 'nin altında denge ısınma koşullarında beklenildiği gibi rutil fazına dönüşmüştür. Numunelerin yoğunluğu %86 (V-doplanmış anatase) ile %97 (dopantsız rutil) arasında değişirken, tane boyutları $0,21 \mu\text{m}$ (Ndoplanmış rutil) ile $1,11 \mu\text{m}$ (dopantsız anataz) arasında değişmiştir. Bu numuneler arasında yoğunluk ile tane boyutu arasında bir korelasyon bulunmamaktadır; ancak ilginç bir şekilde, daha yüksek flash sinterleme başlangıç fırın sıcaklıklarına sahip üç numune, genellikle sub-mikron tane boyutlarına sahipken, en düşük flash sinterleme başlangıç fırın sıcaklıklarına sahip üç numune ise $1\text{--}1.1 \mu\text{m}$ tane boyutlarına sahiptir. Knaup ve arkadaşları (Knaup ve ark., 2014), TiO_2 'de erime sıcaklığının düşürülmesi ile ilgili simülasyonlarını kullanarak bazı gözlemlenen malzeme davranışlarını kısmen açıklamışlardır. Modelleri, rutil TiO_2 'nin ısınma sırasında oksijen konsantrasyonunun azaldığını, yüzeyde biriken oksijen boşluklarının iletkenliği artırdığını göstermektedir. Numunelerde bir oksijen konsantrasyon gradyanı mevcut olduğunda, erime sıcaklığı numunenin çeşitli bölgelerinde önemli ölçüde farklı olabilir. TiO_2 numunelerinin flash sinterleme sırasında makro ölçekte eridiğine dair mikroyapısal bir kanıt bulunmamakla birlikte, yerel erime sıcaklığı düşüşü, artırılmış atomik difüzyon hızları olarak ortaya çıkabilir ve bu da sinterlemenin artırılmasına yol açabilir. Bu model temelli hipotez, bulguları doğrulamak için kontrollü oksijen atmosferleri içeren dikkatli deneysel çalışmalara ihtiyaç duymaktadır.

2.3.6. Kalay dioksit

Kalay dioksit, kimyasal sensörler gibi uygulamalarda kullanılan bir n-tipi yarı iletken malzemedir (Ponce ve ark., 2008). Bu malzemenin tamamen sinterlenmesi,

buharlaşıma nedeniyle sinterleme katkıları olmadan mümkün değildir (Dolet ve ark., 1995). Muccillo ve Muccillo (Muccillo ve Muccillo, 2014), kalay dioksit üzerinde flash sinterlemeyi, ağırlıkça %2 MnO_2 eklenmiş ve eklenmemiş olarak, başlangıç elektrik alanı 80 V cm^{-1} seçilerek 900°C , 1100°C ve 1300°C fırın sıcaklıklarında incelediler. Daha düşük akım sınırı olan 1 A için yoğunlaşma minimaldi, ancak 5 A akım sınırı kullanıldığında yoğunlaşma artmıştır. Saf SnO_2 numunelerinde gözlemlenen temel mikroyapısal süreç tane kaynaşmasıydı ve numunelerin yoğunlukları ısıtılma işleminden sonra bile teorik maksimum yoğunluğun yaklaşık %45'inde kalmıştır. Bu numunelerde flash sinterlemenin gerçekten gerçekleşip gerçekleşmediği sorgulanabilir. Ancak MnO_2 eklenmiş numunelerde, numuneler teorik yoğunluğun %91.8'ine kadar ulaşmış ve ayrıca azaltılmış tane boyutlarını korumuştur. Bu gözlemler, numunede kapsamlı Joule ısınmasının bir sonucu olabilir. Yoğunlaşma gözlemlenmiş olsa da bu çalışma (Muccillo ve Muccillo, 2014), numunelerde flash sinterleme konusunda sınırlı kanıt sunmakta ve bu malzeme için optimal flash sinterleme koşullarını belirlemek için daha fazla çalışmaya ihtiyaç duyulmaktadır.

2.3.7. Çinko oksit

ZnO , kalay oksitte olduğu gibi n-tipi bir yarı iletken malzemedir ve varistörlerde kullanılmaktadır (Chiang, 1997). Schmerbauch ve arkadaşları (Schmerbauch ve ark., 2014), çinko oksidin 80 V cm^{-1} 'in üzerindeki başlangıç elektrik alanlarında flash sinterleme gösterdiğini, 160 V cm^{-1} 'de 625°C ve 80 V cm^{-1} 'de (151 A m^{-2} akım sınırı) 675°C fırın sıcaklıklarında başladığını göstermiştir. Numuneler, teorik maksimum yoğunluğun yaklaşık %94.5'ine kadar yoğunlaşma sağladı ve bu yoğunlaşma neredeyse tamamen flash olayı sırasında ısınma sürecinde gerçekleşti. Daha düşük elektrik alanlarında ise alan yardımcı sinterleme süreçleri gözlemlenmiştir. California Üniversitesi San Diego'dan Luo'nun grubundan iki çalışma (Zhang ve diğerleri (Zhang ve ark., 2015) ve Zhang ve Luo (Zhang ve Luo, 2015)) çok daha yüksek elektrik alanları kullanarak çinko oksidi 108°C 'ye kadar düşük sıcaklıklarda (500 V cm^{-1} , 153 mA mm^{-2} akım yoğunluğu sınırı) indirgeme atmosferinde ($\text{Ar} + \%5 \text{ H}_2$) flash sinterlemiştir. Bu numunelerin yoğunluğu %97.4'tür. Elektrik alanını 1000 V cm^{-1} 'e artırmak yoğunlukta önemli bir artış sağlamamıştır.

Daha düşük başlangıç sıcaklığı, kısmen indirgenmiş ZnO 'nun, stokiyometrik malzemeye kıyasla daha yüksek elektriksel iletkenliğe sahip olmasından kaynaklanmaktadır ve bu da flash olayının daha düşük fırın sıcaklıklarında

gerçekleşmesini sağlamaktadır. Dikkat çeken bir diğer nokta, indirgenmiş atmosferin, önceki çalışmalarda (Zhang ve diğerleri (Zhang ve ark., 2015)) anot ve katot bölgeleri arasında gözlemlenen tane boyutundaki belirgin farkları da ortadan kaldırmasıdır. Bu çalışma, flash sinterleme sürecinde farklı atmosferler kullanarak alışılmadık bir yöntem sunmaktadır ve bulgular, benzer malzemelerde flash sinterlemeyi artırabilecek bir işlem parametresi olabileceğini göstermektedir.

2.3.8. Silisyum karbür

Silisyum karbür, seramik zırh ve elektronik gibi birçok uygulamada kullanılan, yarı iletken ve kovalent bir malzemedir (Dancer, 2016). Silisyum karbür (SiC), yüksek sertlik, mükemmel termal ve kimyasal stabilite, iyi elektriksel iletkenlik ve yüksek termal iletkenlik gibi üstün özelliklere sahiptir. Silisyum karbür flash sinterlemesi, bugüne kadar iki araştırma ekibi tarafından, farklı aparat konfigürasyonları kullanılarak ancak her zaman pelet şeklindeki numuneler üzerinde rapor edilmiştir (Dancer, 2016).

Silisyum karbür, yoğunlaştırmak için yüksek sıcaklıklar ve uygulanan basınç gerektirir (>2000 °C) ve sıklıkla sinterleme katkı maddeleri kullanılır (Riley, 2009). Sinterleme katkı maddelerinin iki kombinasyonu 'ABC' tipi (alüminyum ve bor karbür, ancak bazen sadece bor karbür) ve 'AY' tipi (yüksek sıcaklıklarda itriyum alüminyum garnet (YAG) oluşturarak sıvı faz sinterlemesine neden olan alümina ve itriyum) vardır.

SiC'de flash sinterlemeyi ilk bildiren Zapata-Solvas ve diğerleri (Zapata-Solvas ve ark., 2013), ABC katkı maddeleri, AY katkı maddeleri ve katkı maddesi içermeyen pelet biçimli α -SiC numuneleri üretmiştir.

Grafit elektrotlar ile seramik kompakt arasında teması korumak için minimum basınç (0,1 MPa) uygulanmış bir indüksiyon fırınına yerleştirilmiş, alümina kaplı bir grafit kalıp (akımın numuneden sadece dikey olarak geçmesini sağlayacak şekilde) kullanmıştır. En düşük flash sinterleme fırın sıcaklığı (numunenin yanındaki kalıbın duvarında ölçülmüştür) 300 V cm^{-1} uygulanan alan altında ABC ilaveli SiC numuneleri için 1029 °C idi; aynı uygulanan alanda AY ilaveli SiC için sadece biraz daha yüksek bir fırın sıcaklığı gerekiyordu. Ancak ilavesiz SiC, aynı elektrik alanı için en az 250 °C daha yüksek bir fırın sıcaklığı gerektiriyordu.

α -SiC ve β -SiC, Grasso ve arkadaşları tarafından 2016'da yayınlanan iki makalede de incelenmiştir (Grasso ve ark., 2016; Grasso ve ark., 2016). Her iki durumda da silisyum karbür numuneleri, bir SPS makinesinde flash sinterleme düzeneği kullanan ve önemli tek eksenli basıncın kolayca uygulanmasına olanak tanıyan ve

geleneksel flash sinterleme tekniklerine kıyasla çok daha yüksek akımlar (binlerce amper) üretme yeteneğine sahip olan 'flash kıvılcım plazma sinterleme'ye (FSPS) tabi tutulmuştur. DC akımı, SPS makinesi kullanılarak numuneden geçirilir.

Burada bazı gözlemler yer almaktadır. α - ve β -SiC numuneleri için sinterlemenin çok hızlı (1 dakikadan kısa sürede) gerçekleştiği gözlemlenmiştir. Numunelerin yoğunlukları, 10 kW gücünde FSPS'ye tabi tutulan numune için %96'ya kadar ulaşmıştır. 1358 °C'de ölçülen sıcaklığın (fırın sıcaklığına eşdeğer olduğu kabul edilir) Zapatas Solvas ve diğerleri tarafından belirtilenlerden oldukça yüksek olduğu dikkat çekicidir (Zapata-Solvas ve ark., 2013).

Silisyum karbür, farklı kristal yapılarına sahip olabilen bir malzemedir ve genellikle alfa (α -SiC) ve beta (β -SiC) olmak üzere iki ana kristal yapı formu bulunur (Dancer, 2016). Bu yapılar, SiC'nin özelliklerini ve uygulama alanlarını belirler.

Alfa silisyum karbür (α -SiC), 6H-SiC ve 4H-SiC olmak üzere iki farklı polimorf bulunur. Bu yapılar, altıgen ve dörtgen birim hücreleri ile karakterizedir. Yüksek termal iletkenlik, yüksek mekanik dayanıklılık ve yüksek sıcaklık stabilitesi gibi üstün özelliklere sahiptir. Genellikle elektronik bileşenler, yarı iletken cihazlar, sensörler ve yüksek sıcaklık uygulamalarında kullanılır.

Beta silisyum karbür (β -SiC), kubik (3C-SiC) kristal yapısına sahiptir. Daha düşük termal iletkenlik ve mekanik özelliklere sahip olsa da, optik ve elektro-optik uygulamalar için idealdir.

Silisyum karbürün üretimi, genellikle yüksek sıcaklıkta kimyasal tepkimeler veya fiziksel süreçler kullanılarak gerçekleştirilir. Üretim yöntemleri, istenen ürün formu, kristal yapı ve özelliklerine göre seçilir.

Aşırı sıcak basınç yönteminde, yüksek sıcaklıkta ve basınç altında silisyum ve karbon karışımı reaksiyona sokulur. Bu yöntemde, genellikle kristal yapı kontrollü olarak büyütülür. Alfa ve beta SiC kristalleri elde edilebilir.

Kimyasal buhar biriktirme yönteminde, silisyum organik bileşikleri ve metan gibi karbon kaynakları, yüksek sıcaklıkta bir reaktörde çöktürülerek SiC filmi veya tabakası oluşturulur. Bu yöntem genellikle ince film kaplamaları için kullanılır. Genellikle polikristalin yapılar elde edilir.

Yüksek sıcaklık sinterleme yönteminde, silisyum ve karbon tozları, yüksek sıcaklıkta sinterleme yöntemiyle bir araya getirilir ve kristal oluşturulur. Bu yöntem daha büyük ve daha kalın yapılar için tercih edilir. Genellikle alfa ve beta SiC kristalleri elde edilir.

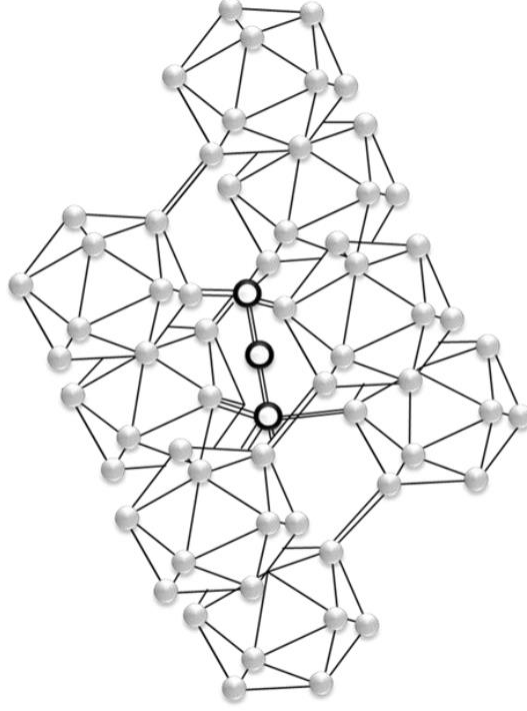
Silisyum karbür, sertlik ve aşınma direnci nedeniyle zımpara kağıtları, taşlama taşları ve aşındırıcı tozlar gibi aşındırıcı ürünlerde yaygın olarak kullanılır. Yüksek sıcaklık dayanımı ve hafifliği nedeniyle, turboşarj rotorları, fren diskleri ve yüksek performanslı motor bileşenleri gibi otomotiv ve havacılık uygulamalarında kullanılır. elektronik cihazlarda ve yarı iletken bileşenlerde kullanılır. Yüksek termal iletkenlik ve düşük termal genleşme özellikleri, elektronik cihazların termal yönetiminde ve ısı dağıtıcılarında kullanımını sağlar. Kimyasal stabilitesi ve korozyon direnci nedeniyle, kimyasal işlem ekipmanları, reaktörler ve ısı eşanjörlerinde kullanılır.

2.3.9. Bor karbür

Bor karbür, elmaştan sonra dayanımı ve sertliği en yüksek malzemedir. Genellikle bir elektrik ark ocağında bor trioksitin kok ile karbotermal indirgemesiyle üretilir (Alizadeh ve ark., 2006). Yoğunlaştırma için kullanılan ana işlemler sıcak presleme ve sıcak izostatik preslemedir (Suri ve ark., 2010). B_4C malzemesi $2200^{\circ}C$ 'de 24-36 saat geleneksel sinterleme yöntemi ile %99 yoğunluk elde edilmektedir (Çetinkaya, 2022).

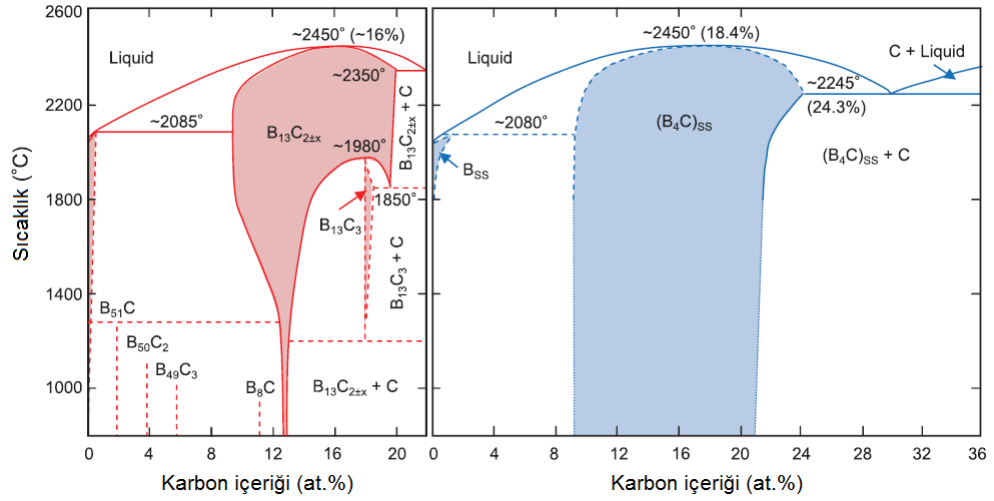
Bor karbürde doğrusal zincirlerin her biri, üç farklı ikosahedranın ekvator yerleri ile birlikte bir atoma kovalent olarak bağlanmıştır (Vast ve ark., 2009). Düşük yoğunluklu ve güçlü bağlanma yapısı nedeniyle tank zırhları, hafif balistik yelekler, yüksek sıcaklık refrakterleri, aşındırıcılar, nükleer radyasyon emiciler gibi uygulamalar için bir aday haline getirir (Reddy ve ark., 2020).

Şekil 2.5'de gösterildiği gibi rombohedral bir birim hücrede çapraz bağlı üç atom zinciriyle birleştirilmiş 12 atomlu ikosahedral birimlerinden oluşur (Reddy ve ark., 2020). Bor karbür kristal yapısının yerel atomik konfigürasyonu, bor ve karbon atomik konumlarını gerçek bir uzayda ayrı ayrı ortaya çıkarmak için yeterli uzaysal çözünürlüğe sahip doğrudan deneysel gözlemin bulunmaması nedeniyle hala yoğun bir şekilde tartışılmaktadır (Reddy ve ark., 2020).



Şekil 2.5. Bor karbür yapı modelinin şematik gösterimi (Clark ve Hoard, 1943)

Stokiyometrik olarak kararlı B_4C malzemesinin karbon içeriği Şekil 2.6'deki faz diyagramında atomik %8.6-21 arasında olduğunu göstermektedir. Kristal yapı içerisinde 12 tane B atomu ile 3 tane C atomu eşleşmektedir.



Şekil 2.6. Bor karbürün faz diyagramı (Domnich ve ark., 2011)

Farklı sinterleme yardımcıları kullanılarak B_4C 'nin yoğunluğunu arttırmak için çeşitli girişimlerde bulunulmuştur. Yaygın olarak kullanılan sinterleme yardımcıları

karbon (C), titanyum (Ti), alüminyum (Al), alümina (Al_2O_3), zirkonyum oksit (ZrO_2), titanyum karbür (TiC), silisyum karbür (SiC), titanyum borür (TiB_2), krom borür (CrB_2) ve toprak metal oksitlerdir (Thevenot, 1990).

0,8 eV bant aralığına sahip potansiyel p tipi yarı iletken özellikleri, yüksek erime noktası ve kimyasal kararlılığıyla birleştiğinde bor karbürü yüksek sıcaklık uygulamaları için ilginç bir aday yarı iletken malzeme haline getirir (Heimann, 2010). Düşük band aralığına sahip malzemelere daha az elektrik alan uygulanmakta ve daha düşük sıcaklıklarda iletkenlikleri artmaktadır (Demir, 2022). Bu nedenle flash sinterleme tekniği ile üretilabilmektedir.

2.3.10. Erbiyum oksit

İsveç'in Ytterby kasabası yakınlarındaki bir taş ocağında keşfedilen gadolinit minerali, çok sayıda nadir toprak elementinin kaynağı olmuştur (Neuman ve ark., 1997). 1843 yılında İsveçli kimyager Carl Gustaf Mosander, gadoliniti çeşitli elementlere (yttria, erbia, terbia) ayırmayı başarmıştır.

Lantanit grubu elementlerinden atom numarası 68, erime noktası $1529\text{ }^\circ\text{C}$, yoğunluğu $9,07\text{ g/cm}^3$ ve kristal yapısı hekzagonal sıkı paket olan erbiyum, günümüzde öncelikli olarak Çin'deki kil minerallerinden çözücü ekstraksiyon işlemleriyle elde edilmektedir. Gümüşü bir parlaklığa sahip erbiyum metali yumuşak malzemedir ve havada kararlı olduğundan bazı nadir toprak metalleri kadar hızlı oksitlenmez (Neuman ve ark., 1997).

Erbiyum oksit mükemmel elektriksel, optik ve fotoluminesans özelliklerine sahip olan higroskopik pembe bir tozudur. Bu parçacıklar suda çözünmez ve güçlü mineral asitlerinde orta derecede çözünür.

Yüksek erime noktası ($2430\text{ }^\circ\text{C}$), kimyasal ve ısı kararlılık nedeniyle ilgi duyulan erbiyum oksit, düşük sıcaklıkta hacim merkezli kübik bir kafese sahiptir fakat yüksek sıcaklıkta hekzagonal sıkı paket kristal yapısına polimorfik bir dönüşüm yapmaktadır (Neuman ve ark., 1997).

Er_2O_3 , kozmetik ve ilaç endüstrilerine yönelik cam üretiminde renklendirici/renk giderici katkı maddesi olarak kullanılmaktadır. Ayrıca yüksek kaliteli sofra camında, nükleer endüstrisinin özel uygulamalarına lazer üretiminde ve değerli ürünlerin, belgelerin, bandrollerin güvenlik özellikleri için mürekkep formülasyonlarında kullanılır.

3. MATERYAL VE YÖNTEM

Alfa Aesar tarafından temin edilen B₄C tozu (ortalama 4 µm partikül boyutu, ağırlıkça %99 saflık), SiC tozu (ortalama 44 µm partikül boyutu, ağırlıkça %99,8 saflık) ve Er₂O₃ tozu (ortalama 40 nm partikül boyutu, ağırlıkça %99,99 saflık) kullanılarak numuneler üretilmiştir.

B₄C ve SiC tozları poligonal özelliklere ve geniş bir partikül boyutu dağılımına sahiptir. Er₂O₃ katkısı, ağırlıkça %0 ile 3 arasında değişen oranlarda başlangıç bileşimlerine eklenmiştir.

Çalışma sürecinde kullanılması gereken farklı malzemeler de vardır. İlerleyen bölümlerde detaylı olarak anlatılacaktır.

Bu tez çalışmasında gezegen hareketli bilyalı değirmen (RETSCH, PM 100), karıştırıcı (MTOPS, MS300HS), tek eksenli hidrolik pres (KUMAK), kamara tipi fırın (PROTHERM, PLF 130/10, 3600 W, 220 V, 16 A) ve DC güç kaynağı (AMETEK, XG600-2.6, 1500 W, 2200 VA, 47-63 Hz) kullanılmıştır.

3.1. Deneysel Hesaplamalar

Yapılan deneylerde yeşil yoğunluk kullanılmıştır. Bunu hesaplayabilmek için yoğunluğun yaklaşık olarak %55'i alınmıştır. Denklem 3.1'de tozun yoğunluğu 5,14 g/cm³ olarak yazılırsa ham toz yoğunluğu (d) 2,83 g/cm³ buluruz.

$$0,55 \times d = \frac{m}{V} \quad (3.1)$$

Pelet şeklinde hazırlanan numunenin silindirik bir yapıya sahip olması nedeniyle hacim hesaplamasında Denklem 3.2 kullanılmıştır. Yarıçapı (r) 6,5 mm ve kalınlığı (h) 2 mm olarak yerine yazdığımızda hacmi (V) 0,265 cm³ buluruz.

$$V = \pi \times r^2 \times h \quad (3.2)$$

Hacmi ve yoğunluğu bilinen numune için kütle hesabı yapmak için Denklem 3.3 kullanılmıştır. Numune yoğunluğu (d) 2,83 g/cm³ ve toz hacmi (V) 0,265 cm³ olarak yazıldığında toz kütlesini (m) 0,750 g buluruz.

$$d = \frac{m}{V} \quad (3.3)$$

3.2. Numune Hazırlanması

Çalışmada kullanılan tozlar, yüksek enerjili gezegensel bilyalı değirmenin tungsten karbür kavanozu içerisinde 400 rpm hız ile 4 saat mekanik olarak alaşımlandırılmıştır. 10 mm çapında tungsten karbür (WC) bilyaların kullanıldığı öğütme işleminde bilya/toz oranı (BPR) 10:1 seçilmiştir.

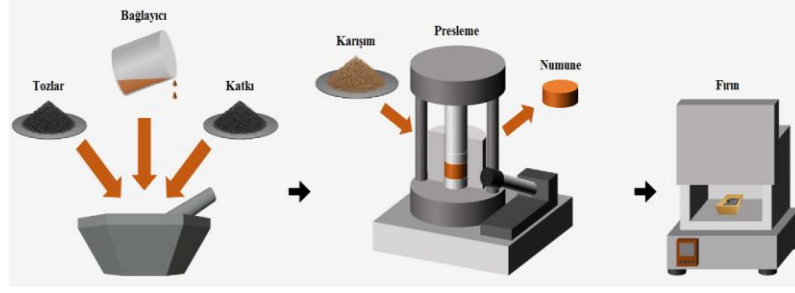
Proses kontrol ajanı (PCA) olarak ağırlıkça %2'lik etanol kullanılmıştır. Öğütme ve alaşımlandırma işlemi sırasında aşırı ısınmadan kaçınmak için cihaz 10 dakika çalıştırılıp 5 dakika dinlendirilmiştir.

Toz halinde bulunan malzemelerin yeşil yoğunluklu pelet numune formuna getirilmesi için gerekli olan toz miktarı (3.1)'deki denklem ile hesaplanmıştır. Elde edilen toz miktarına göre % 3 ağırlık oranında %5 PEG çözeltisi ilave edilmiştir. 100 ml bir beher içerisinde 5 mg PEG bağlayıcı katısı ve 95 ml deiyonize su manyetik karıştırıcıda 80 rpm hız ile sıcaklık kullanılmadan 5 dakika karıştırılarak homojen bir şekilde çözülmüştür.

Toz halindeki numuneye bağlayıcı ilave edilmesiyle presleme işleminde mikron altı parçacık boyutuna sahip tozların bir arada tutulması ve kalıp içerisinden tek parça olarak çıkması sağlanmıştır.

Toz ve bağlayıcı agat havan içerisinde belirli bir miktar kullanılarak harmanlanmıştır. Karışım homojen olduktan sonra 0,750 g hesaplanarak tartılmış ve 13 mm çaplı silindir kalıbın içerisine yerleştirilerek 50 bar basınçta 30 saniye preslenmiştir. Sonrasında 100 bar basınçta 30 saniye bekletilerek işlem tamamlanmıştır.

Presleme işleminde elde edilen pelet şeklindeki numunenin ölçüleri kumpas yardımıyla kontrol edilerek 13 mm çapında ve 2 mm kalınlığında üretilmesi sağlanmıştır. Tüm numuneler için Şekil 3.1'de gösterilen prosedür uygulanmıştır.



Şekil 3.1. Deney numunesinin üretim aşamaları (Riley, 2009)

FS işleminden önce nihai ürün içerisindeki bağlayıcının literatürde belirtilen 300-500 °C sıcaklıklarda buharlaşması gerekmektedir. Bu nedenle, pelet numuneler içerisindeki PEG'in tamamen uzaklaşması için 1 °C/dk ısıtma hızı ile 600 °C'ye çıkılmıştır ve bu sıcaklıkta 1 saat beklenmiştir. Daha sonra numune içerisinde çatlak oluşmaması için oda sıcaklığına kadar fırında soğutularak hazır hale getirilmiştir.

3.2.1. Flash sinterleme işlemi

Pelet şeklinde hazırlanan numunelerin FS işlemi, kamara tipi fırında ve DC güç kaynağına bağlı olarak gerçekleştirilmiştir. Fırın sıcaklığı 20 °C/dk artış ile 1000 °C'ye çıkacak şekilde programlanmıştır. Daha sonra güç kaynağı 50 V/mm ve 0,5 A olarak deney için belirlenen değerleri ayarlanmıştır.

Numunenin elektrot görevi yapması için her iki tarafına 304 paslanmaz çelikten oluşan levha kullanılmıştır. Güç kaynağına bağlı olan elektrotlar, numune bağlanmadan önce akımın geçmesi kontrol edilip fırın içerisine sandviç şeklinde yerleştirilmiştir.

Elektrotların deney sırasında numuneye elektrik alan uygulayabilmesi için fırının arkasında bulunan yalıtımlı girişlerden bağlantısı yapılmıştır. Daha sonra güç kaynağı açılarak sisteme sıcaklıkla birlikte akım verilmeye başlanmıştır. FS sıcaklığına ulaşan numune, güç kaynağında voltaj ve akımın düşmesine sebep olarak fırın içerisinde parlama (flash) görüntüsü oluşturmuştur (Şekil 3.2). Sinterleme tamamlandıktan sonra sistem kapatılarak oda sıcaklığına soğuması için bekletilmiştir.



Şekil 3.2. Numunede oluşan flash görüntü

3.2.1.1. Karakterizasyon teknikleri

Flash sinterleme yöntemiyle $B_4C-10SiC-nEr_2O_3$ ($n = a\%, 0,5, 1$ ve 3) malzemeleri üretilmiştir ve karakterizasyonları yapılmıştır (Şekil 3.3).

Temin edilen tozların ortalama partikül boyutu ve spesifik yüzey alanı, lazer kırınımı kullanılarak Mastersizer 2000 cihazı ile ölçülmüştür. Numunelerin mikroyapısını analiz etmek için taramalı elektron mikroskobu (ZEISS EVO 10) kullanılmıştır.

Seramik malzemelerin element dağılımı, enerji dağılımlı spektroskopi (EDS) ile belirlenmiştir. Faz tanımlamasını, piklerin indekslenmesini ve kristalit boyutlarının değerlendirilmesini belirlemek için X-ışını kırınımı (Rigaku ZSX Primus II) kullanılmıştır.

Üretilen numunelerin teorik yoğunlukları karışımlar kuralı kullanılarak bulunmuştur. Sinterlenmiş malzemelerin yoğunluğu ise, Arşimet prensibine göre hassas terazide (Precisa XB 220A) hesaplanmıştır.



Şekil 3.3. Flash sinterlenmiş deney numuneleri

4. ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA

Flash sinterleme, elektrik alanı yardımıyla seramik malzemelerin daha düşük sıcaklıklarda ve daha kısa sürede sinterlenmesini sağlayan yenilikçi bir tekniktir. Bu çalışma, B_4C -10SiC seramik malzemesine farklı oranlarda (%0, %0,5, %1 ve %3) Er_2O_3 ilave edilerek bu katkıların flash sinterleme sırasındaki elektriksel ve termal davranışlar üzerindeki etkilerini incelemeyi amaçlamıştır. Numunelerin üretilmesinden sonra Er_2O_3 katkılı B_4C -10SiC seramik malzemelerin faz, mikroyapısal, yoğunluk ve sertlikleri aşağıdaki bölümlerde karakterize edilmiş ve tartışılmıştır.

4.1. Flash Sinterleme Davranışı

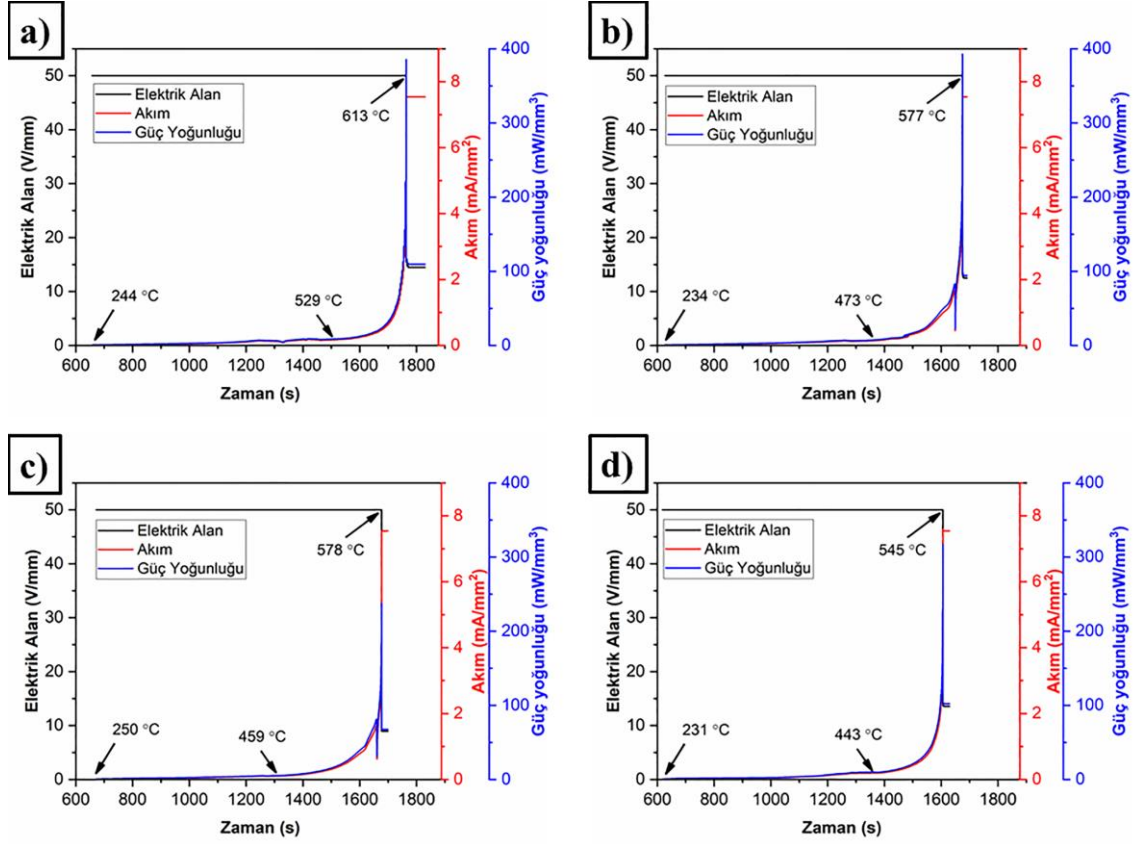
Flash sinterleme deneylerinde elektrik akımının ilk geçişi ve maksimum akımın geçişi gibi kritik sıcaklıklar dikkatle analiz edilmiştir. Şekil 4.1, farklı Er_2O_3 oranlarına sahip seramik malzemelerin 50 V/mm elektrik alanı altında FS sırasında elektrik alanının, akım yoğunluğunun ve güç yoğunluğunun zamanla nasıl değiştiğini göstermektedir.

B_4C -10SiC numunesi üzerinde gerçekleştirilen flash sinterleme deneyleri, malzemenin elektriksel ve termal davranışını analiz etmek için önemli veriler sunmuştur. İlk akım geçiş sıcaklığı 244 °C, akım geçiş hızının artmaya başladığı sıcaklık 529 °C, ve maksimum akımın geçtiği sıcaklık 613 °C olarak hesaplanmıştır (Şekil 1a). Bu sıcaklık değerleri, malzemenin flash sinterleme sürecine uygunluğunu ve yüksek sıcaklıklarda elektriksel iletkenliğinde belirgin bir artış yaşandığını göstermektedir. Elde edilen bu bulgular, malzemenin mikroyapısal değişiklikleri ile sinterleme mekanizması arasındaki ilişkiyi anlamak için temel teşkil etmektedir.

B_4C -10SiC numunesine ağırlıkça %0,5 oranında Er_2O_3 ilave edilmesiyle, flash sinterleme sırasında akım geçişi daha düşük sıcaklıklarda başlamış ve hızlanmıştır. İlk akım geçiş sıcaklığı 234 °C, akım geçiş hızının artmaya başladığı sıcaklık 473 °C, ve maksimum akımın geçtiği sıcaklık 577 °C olarak hesaplanmıştır (Şekil 1b). Bu durum, Er_2O_3 'ün malzeme içerisinde elektriksel ve termal iletkenliği artırıcı bir etkisinin olduğunu ve sinterleme sürecinin verimliliğini geliştirdiğini ortaya koymaktadır.

Er_2O_3 oranının %1'e çıkarılması, ilk akım geçiş sıcaklığını 250 °C, akım geçiş hızının artmaya başladığı sıcaklığı 459 °C, ve maksimum akımın geçtiği sıcaklığı 578 °C olarak değiştirmiştir (Şekil 1c). Bu bulgular, Er_2O_3 ilavesinin optimum miktarının önemli bir rol oynadığını ve katkı maddesi miktarındaki artışın akım geçiş sıcaklıklarını kontrol etmede etkili olduğunu göstermektedir. %1 oranında Er_2O_3 , daha düşük

miktarlara kıyasla akım geçişinde bir miktar gecikme yaratmış ancak sinterleme verimliliği açısından dengeli bir yapı sağlamıştır.



Şekil 4.1. 50 V/mm'de flash sinterlenmiş Er_2O_3 katkılı B_4C -10SiC seramik malzemelerin zaman içindeki akım yoğunluğu ve güç yoğunluğu grafiği:

(a) 0 Er_2O_3 , (b) 0,5 Er_2O_3 , (c) 1 Er_2O_3 ve (d) 3 Er_2O_3

Er_2O_3 oranının %3'e çıkarılmasıyla, flash sinterleme sürecinde ilk akım geçiş sıcaklığı 231 °C, akım geçiş hızının artmaya başladığı sıcaklık 443 °C, ve maksimum akımın geçtiği sıcaklık 545 °C olarak ölçülmüştür (Şekil 1d). Bu sonuçlar, yüksek miktarda Er_2O_3 ilavesinin akım geçiş sıcaklıklarını belirgin şekilde düşürdüğünü ve sinterleme mekanizmasını hızlandırdığını göstermektedir. Ancak, katkı maddesi oranındaki artışın bir noktada iletkenlik davranışını stabilize edebileceği ve faz dengesi üzerinde etkili olabileceği de göz önünde bulundurulmalıdır. Akımın ilk geçişi, elektriksel iletkenlikteki eşik değerin aşılmasıyla ortaya çıkarken, maksimum akım geçişi malzemenin daha düşük enerji seviyelerinde sinterlenmesini mümkün kılmıştır (Cologna ve ark., 2011). Genel olarak, %0,5 oranında Er_2O_3 ilavesi, sinterleme sıcaklığını düşürmek için etkili bir performans sergilerken, %3 Er_2O_3 ilavesi sinterleme

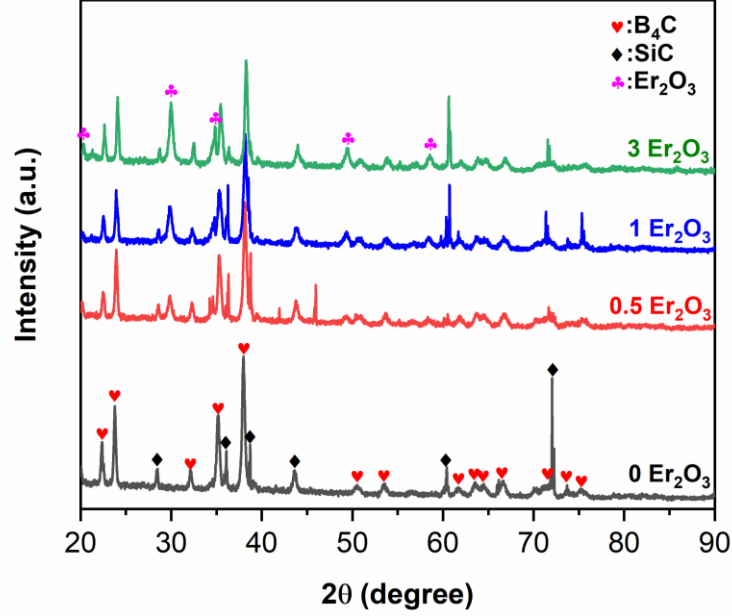
mekanizmalarının daha düşük sıcaklıklarda aktive olmasına rağmen, bu etkinin optimize edilmesi gerekliliğini göstermiştir.

4.1. Faz Analizleri

B₄C-10SiC kompozisyonuna farklı oranlarda Er₂O₃ ilavesi ile gerçekleştirilen numunelerin XRD analizleri Şekil 4.2’de verilmiştir. Başlangıç numunemiz olan B₄C-10SiC numunesinin XRD analizi sonucunda B₄C (JCPDS Kart No: 00-035-0798) ve SiC (JCPDS Kart No: 01-089-3166) fazlarına ait XRD pikleri gözlemlenmiştir. XRD analizinde sadece bu piklerin görünmesi flash sinterleme yönteminin düşük sıcaklıkta ve kısa sürede gerçekleşmiş olmasından kaynaklanmaktadır. Ayrıca başlangıç malzemelerinin yüksek saflıkta olması sinterleme sırasında yeni bir faz oluşumunun gerçekleşmediğini göstermektedir.

Er₂O₃ katkısının düşük konsantrasyonda (%0,5) eklenmesiyle birlikte, XRD analizinde Er₂O₃’ye ait piklerin düşük şiddette gözlenmesi, Er₂O₃’ün matriste homojen olarak dağıldığını ve çoğunlukla amorf ya da düşük kristal yapıda olduğunu göstermektedir. Şiddetin düşük olması, katkı miktarının sınırlı olmasına bağlıdır (Biesuz ve Sglavo, 2016). Er₂O₃ oranının %1 ve 3 seviyelerine yükseltilmesiyle XRD analizinde Er₂O₃ piklerinin şiddetinin arttığı görülmüştür. Bu durum Er₂O₃ miktarının artışıyla ilgili olarak kristalleşme oranının arttığını göstermektedir (Neuman ve ark., 1997). XRD piki şiddetinin artması, kristal yapıya sahip Er₂O₃ fazının yoğunlaştığının ve belirginleştiğinin göstergesidir (Riley, 2009). Er₂O₃ miktarındaki artışla birlikte SiC piklerinin şiddetinde azalma gözlenmiştir. Bu durum, sinterleme sırasında SiC ile Er₂O₃ arasında reaksiyonların oluşabileceğine veya SiC fazının bir kısmının Er₂O₃ katkısıyla etkileşime girerek başka bir faza dönüşebileceğine işaret etmektedir. Ayrıca, Er₂O₃’nin sinterleme sırasında SiC partiküllerinin etrafını kaplayarak SiC piklerinin algılanabilirliğini azalttığı da değerlendirilebilir (Riley, 2009). Er₂O₃ oranının artmasıyla birlikte B₄C piklerinin çok az da olsa sağa doğru kayma gösterdiği görülmektedir. Bu durum, Er₂O₃ ilavesiyle B₄C kristal yapısında kafes deformasyonlarının veya gerilmelerin oluştuğunu göstermektedir. Bu kaymalar genellikle sinterleme sırasında katkı elementlerinin B₄C’nin kristal yapısına difüzyonu veya çözünmesi sonucu kafes parametrelerinde değişikliklerin meydana gelmesiyle ilişkilidir. Özellikle, küçük miktarlarda Er₂O₃’nin B₄C matrisine difüzyonuyla B-C bağlarında bozulmalar veya kristal yapı gerilmeleri oluşmuş olabilir. Bu durum, Er₂O₃ katkısının olmadığı koşullarda kimyasal reaksiyon veya faz dönüşümü olmadığını işaret eder. Er₂O₃

katkısının artışıyla birlikte faz oluşumu, pik şiddetleri ve pik kaymaları üzerindeki değişimler, Er_2O_3 'nin B_4C ve SiC matrisindeki rolünü ortaya koymaktadır (Thevenot, 1990). SiC piklerinin şiddetinin azalması ve Er_2O_3 piklerinin belirginleşmesi, faz etkileşimlerinin ve dağılımının analizinde önemli bir bulgudur.

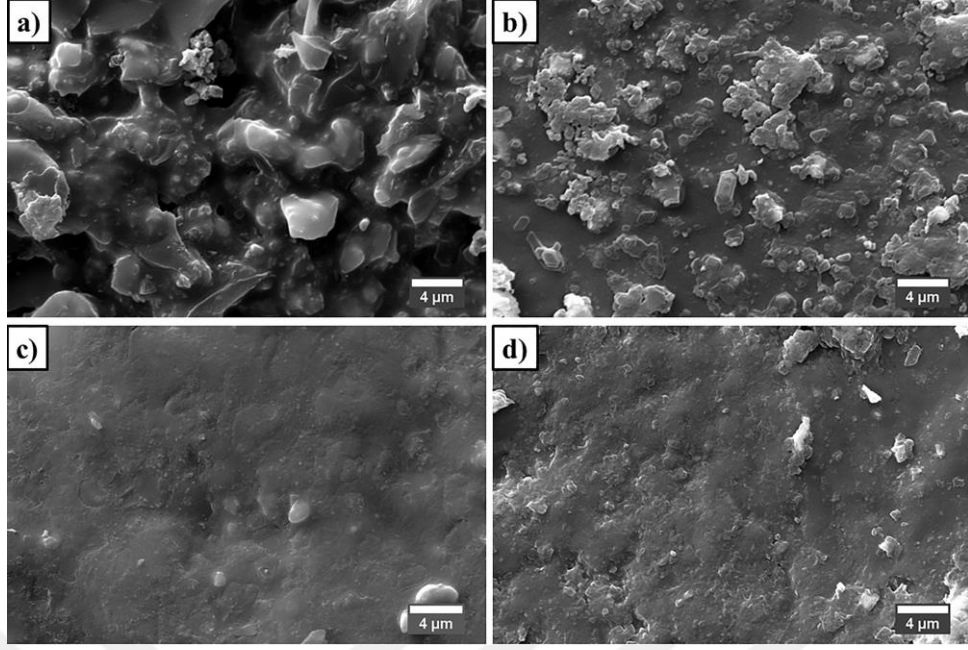


Şekil 4.2. 50 V/mm'de flash sinterlenmiş Er_2O_3 katkılı B_4C -10SiC seramik malzemelerin XRD analizi

4.3. Mikroyapısal İncelemeler

B_4C -10SiC kompozisyonuna farklı oranlarda Er_2O_3 ilavesi ile gerçekleştirilen numunelerin SEM analizleri Şekil 4.3'te verilmiştir. Er_2O_3 ilavesi olmadan üretilen numunede (Şekil 4.3(a)), mikroyapıdaki gözenekler belirgin şekilde daha fazla olduğu görülmektedir. Bu durum, sinterleme sırasında akışkan faz oluşumunun eksikliği nedeniyle partiküller arası bağlanmanın yetersiz olduğuna işaret etmektedir. Yoğunlaşma sağlanamadığı için numunenin mekanik özellikleri (sertlik ve yoğunluk gibi) düşük çıkmıştır.

B_4C -10SiC kompozisyonuna %0,5 oranında Er_2O_3 ilave edildiğinde mikroyapıda gözenekler kısmen azalmış olsa da hala önemli ölçüde görülmektedir (Şekil 4.3(b)). Bu durum, düşük oranda Er_2O_3 'ün sinterleme işlemine kısmi bir katkı sağladığını, ancak tam densifikasyon için yeterli olmadığını göstermektedir. SEM görüntüsünde koyu veya parlak bölgeler halinde Er_2O_3 'ün matriste homojen olmayan bir şekilde dağılmış olması muhtemeldir. Bu katkı miktarı, sinterleme reaksiyonlarını başlatabilir, ancak etkisi sınırlı kalmıştır. XRD sonuçlarında olduğu gibi, düşük yoğunluklu Er_2O_3 fazı ve hafif kafes deformasyonları gözlemlenmiştir.



Şekil 4.3. 50 V/mm'de flash sinterlenmiş Er_2O_3 katkılı B_4C -10SiC numunelerinin SEM görüntüleri: (a) 0 Er_2O_3 , (b) 0,5 Er_2O_3 , (c) 1 Er_2O_3 ve (d) 3 Er_2O_3

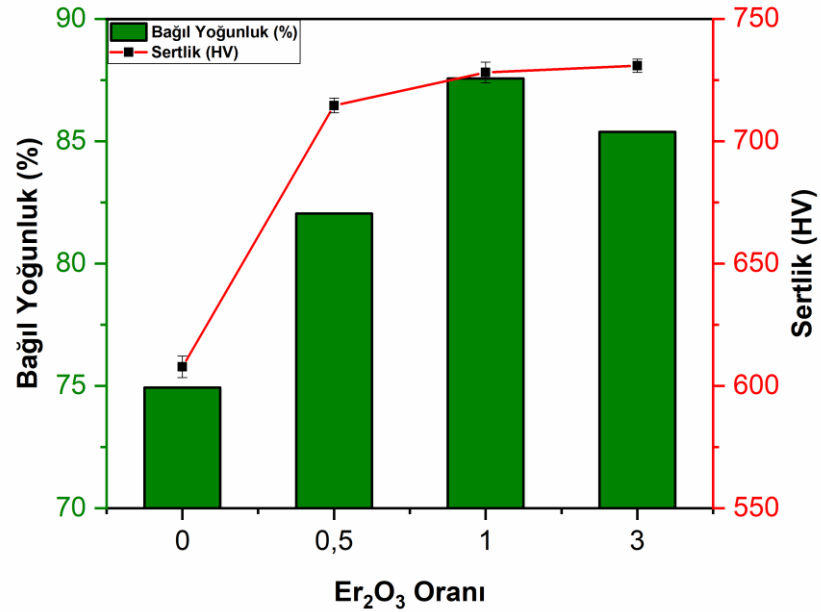
B_4C -10SiC kompozisyonuna %1 oranında Er_2O_3 ilave edilmesiyle gözenek oranı belirgin şekilde azalmıştır (Şekil 4.3(c)). Bu, sinterleme sırasında Er_2O_3 'ün eriyik faz oluşturarak partiküller arası bağlanmayı artırdığını göstermektedir. Gözeneklilikteki bu azalma ile numunenin yoğunluk ve mekanik özelliklerinde iyileşmelerin olduğu gözlemlenmiştir. Partiküllerin birleşerek daha büyük yapılar oluşturduğu ve sinterleme yoğunluğunun artışı nedeniyle daha kompakt bir yapı ortaya çıkmıştır.

Şekil 4.3(d), B_4C -10SiC kompozisyonuna ağırlıkça %3 oranında Er_2O_3 eklenmesiyle elde edilen numunenin SEM görüntüsünü göstermektedir. Elde edilen mikroyapıda taneler arasındaki boşluk oranının %1 Er_2O_3 ilavesine göre biraz daha fazla olduğu görülmektedir. Ayrıca, aşırı katkı kullanımı, bazı bölgelerde faz ayrışmalarına veya sinterleme sırasında faz heterojenliğine neden olduğu gözlenmiştir (Riley, 2009). SEM görüntüsünde gözlemlenen daha belirgin parlak bölgeler, yoğunlaşmış Er_2O_3 fazlarını temsil etmesinden dolayı XRD'de daha yüksek yoğunluklu Er_2O_3 piklerinin gözlenmesiyle ifade edilmektedir.

4.4. Sertlik ve Yoğunluk Analizleri

Bu tez çalışmasında, B_4C -10SiC kompozisyonlarına ağırlıkça %0, %0,5, %1 ve %3 oranında Er_2O_3 ilavesi yapılarak flash sinterleme yöntemiyle üretilen numunelerin sertlik değerleri analiz edilmiştir (Şekil 4.4). Elde edilen sonuçlara göre, %0 Er_2O_3

katkısı içeren numunenin sertlik değeri 607 HV olarak ölçülmüştür. SEM görüntüleri, sinterlemenin tam gerçekleşmediğini ve mikro yapıda boşlukların mevcut olduğunu göstermiştir. %0,5 Er_2O_3 katkısı ile sertlik 714 HV'ye yükselmiş ve sinterlemenin iyileştiği gözlemlenmiştir. Ancak bu numunede mikro yapının yoğunluğu, %1 Er_2O_3 katkısı ile elde edilen seviyeye ulaşamamıştır. %1 Er_2O_3 ilavesi, en yoğun mikro yapı ve en dengeli sinterleme mekanizmasını sağlayarak sertlik değerini 728 HV'ye çıkarmıştır. SEM görüntüleri, bu katkı oranının sinterleme mekanizmasını optimize ettiğini ve bağlanmayı en üst seviyeye çıkardığını göstermiştir. İlk akım sıcaklığı 250°C, maksimum akım sıcaklığı ise 578°C olarak tespit edilmiştir. %3 Er_2O_3 katkısı ile sertlik değeri 730 HV'ye ulaşmıştır. Ancak SEM görüntülerinde mikro yapı homojenliğinin bozulduğu ve faz ayrışmalarının başladığı görülmüştür (Cologna ve ark., 2011). Maksimum akım sıcaklığının 545°C'ye düşmesi, fazla katkının sinterleme mekanizmasında enerji aktarımını olumsuz etkilediğini göstermiştir.



Şekil 4.4. 50 V/mm'de flash sinterlenen Er_2O_3 katkılı B_4C -10SiC numunelerin yoğunluk ve sertlik grafiği

Er_2O_3 ilavesinin sertlik üzerindeki etkisi, mikro yapı yoğunluğu ve sinterleme mekanizması ile doğrudan ilişkilendirilmiştir. %1 Er_2O_3 katkısı hem sertlik hem de yoğunluk açısından en başarılı sonucu vermiştir. Bununla birlikte, %3 katkı oranında mekanik özelliklerdeki artışın mikroyapı düzensizliklerinden dolayı uzun vadede malzeme dayanımını olumsuz etkileyebileceği değerlendirilmiştir. Er_2O_3 katkısının doğru oranlarda kullanılması hem sinterleme işlemini iyileştirmekte hem de mekanik

özellikleri geliştirmektedir. Ancak, fazla katkı malzemesi kullanımı, yoğunluk ve sertlikte düşüşe yol açabilir. Bu nedenle, katkı oranının kontrolü kritik öneme sahiptir.

Bu çalışmada, $B_4C-10SiC$ kompozisyonlarına farklı oranlarda Er_2O_3 ilavesiyle elde edilen bağıl yoğunluk, sertlik ve SEM görüntüleri birlikte değerlendirilmiştir. Elde edilen sonuçlar, malzeme özelliklerinin Er_2O_3 oranına bağlı olarak belirgin şekilde değiştiğini göstermektedir. %0 Er_2O_3 katkısı ile hazırlanan numunede, bağıl yoğunluk %74,93 ve sertlik 607 HV olarak ölçülmüştür. SEM görüntüleri, bu katkı oranında sinterlemenin tam gerçekleşmediğini ve mikro yapıda boşlukların olduğunu ortaya koymuştur. Düşük yoğunluk ve yetersiz bağlanma, mekanik özelliklerin zayıf olmasına neden olmuştur (Cologna ve ark., 2011).

%0,5 Er_2O_3 katkısıyla bağıl yoğunluk %82,05'e, sertlik ise 714 HV'ye yükselmiştir. Bu oran, sinterleme mekanizmasını iyileştirmiş ve mikro yapıdaki boşlukların azalmasına katkıda bulunmuştur. Ancak yoğunluk ve mikro yapı homojenliği, %1 Er_2O_3 katkısıyla elde edilen seviyeye ulaşmamıştır. %1 Er_2O_3 ilavesiyle bağıl yoğunluk %87,57'ye ve sertlik 728 HV'ye çıkarak en yüksek değerlere ulaşmıştır. SEM görüntüleri, bu katkı oranında yoğun ve homojen bir mikro yapı sağlandığını, sinterleme mekanizmasının optimize olduğunu ve mikro yapıda güçlü bağlanmanın oluştuğunu göstermiştir. Bu oran, malzeme özelliklerini en iyi şekilde iyileştiren ve sinterleme mekanizmasında en dengeli enerji aktarımını sağlayan optimum katkı miktarıdır (Riley, 2009).

Ancak %3 Er_2O_3 ilavesiyle bağıl yoğunluk %85,38'e düşmüş, sertlik ise 730 HV olarak ölçülmüştür. SEM görüntülerinde, mikro yapı homojenliğinin bozulduğu ve faz ayrışmalarının başladığı gözlemlenmiştir. Fazla katkı oranı, sinterleme mekanizmasını olumsuz etkileyerek enerji aktarımını bozmuş ve yoğunluğun azalmasına yol açmıştır (Riley, 2009). Bu durum, aşırı katkının mikro yapı dengesini bozabileceğini ve malzeme performansını sınırlayabileceğini göstermiştir.

Genel olarak, optimum Er_2O_3 oranı %1 olarak belirlenmiştir. Bu oran, hem mikro yapı homojenliğini hem de mekanik özellikleri en üst düzeye çıkarmış, sinterleme mekanizmasının etkili bir şekilde çalışmasını sağlamıştır. Bu çalışma, Er_2O_3 oranının dikkatlice optimize edilmesi gerektiğini ve fazla katkının malzeme özelliklerini olumsuz etkileyebileceğini açıkça ortaya koymaktadır.

5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

5.1. Sonuçlar

Er_2O_3 katkılı (%0, %0,5, %1 ve %3) B_4C -10SiC seramik numunelerin elektrik alan yardımıyla daha düşük sıcaklıklarda ve daha kısa sürede flash sinterlenmesinden sonra faz, mikroyapı, yoğunluk ve sertlik karakterize edilmiştir.

Genel olarak, %0,5 oranında Er_2O_3 ilavesi, sinterleme sıcaklığını düşürmek için etkili bir performans sergilerken, %1 Er_2O_3 katkısı hem sertlik hem de yoğunluk açısından en başarılı sonucu vermiştir. %3 Er_2O_3 ilavesi sinterleme mekanizmalarının daha düşük sıcaklıklarda aktive olmasına rağmen mikroyapı düzensizliklerinden dolayı uzun vadede malzeme dayanımını olumsuz etkileyebilmektedir. XRD analizinde SiC piklerinin şiddetinin azalması ve Er_2O_3 piklerinin belirginleşmesi, faz etkileşimlerinde önemli bir bulgudur. Dolayısıyla katkı oranının miktarı çok kritiktir.

5.2. Öneriler

Flash sinterleme yöntemi ile üretilebilecek farklı seramik malzemeler seçilip deneysel çalışmalar yapılabilir. Numune boyutları veya şekli değiştirilerek sonuçlar karşılaştırılabilir. Sinterleme koşulları ve katkılayıcıları farklılaştırılabilir. Elde edilen numuneler için optimum sinterleme parametreleri bulunabilir. Bu malzemelerin mekanik özelliklerini iyileştirerek kullanım alanları genişletilebilir.

KAYNAKLAR

Akbari-Fakhrabadi, A. ve ark., 2012, Nanostructured Gd–CeO₂ electrolyte for solid oxide fuel cell by aqueous tape casting, *Journal of Power Sources* 218: 307-312.

Alizadeh, A. ve ark., 2006, Production of boron carbide powder by carbothermic reduction from boron oxide and petroleum coke or carbon active, *Advances in applied ceramics* 105(6): 291-296.

Biesuz, M. ve V. M. Sglavo 2016, Flash sintering of alumina: Effect of different operating conditions on densification, *Journal of the European Ceramic Society* 36(10): 2535-2542.

Biesuz, M. ve V. M. Sglavo 2019, Flash sintering of ceramics, *Journal of the European Ceramic Society* 39(2-3): 115-143.

Brook, R. J. 1996, Materials Science and Technology, Volume 17B, Processing of Ceramics Part II, *Materials Science and Technology* 17: 379.

Caliman, L. B. ve ark., 2015, A simple flash sintering setup under applied mechanical stress and controlled atmosphere, *MethodsX* 2: 392-398.

Caliman, L. B. ve ark., 2016, Flash sintering of ionic conductors: The need of a reversible electrochemical reaction, *Journal of the European Ceramic Society* 36(5): 1253-1260.

Carter, C. 2007, Ceramic Materials: Science and Engineering, *Springer Science+ Business Media, LLC Press*.

Castro, R. ve K. Van Benthem 2012, Sintering: mechanisms of convention nanodensification and field assisted processes. Springer Science & Business Media.

Castro, R. H., 2012, Overview of conventional sintering. *Sintering: mechanisms of convention nanodensification and field assisted processes*, Springer.

Chiang, Y. 1997, Physical Ceramics: Principles for Ceramic Science and Engineering, *John Wiley & Sons, Inc.*

Clark, H. ve J. Hoard 1943, The crystal structure of boron carbide, *Journal of the American Chemical Society* 65(11): 2115-2119.

Coble, R. L. 1961, Sintering crystalline solids. I. Intermediate and final state diffusion models, *Journal of Applied Physics* 32(5): 787-792.

Coble, R. L. 1961, Sintering crystalline solids. II. Experimental test of diffusion models in powder compacts, *Journal of Applied Physics* 32(5): 793-799.

Cologna, M. ve ark., 2011, Field assisted and flash sintering of alumina and its relationship to conductivity and MgO-doping, *Journal of the European Ceramic Society* 31(15): 2827-2837.

Cologna, M. ve ark., 2011, Flash-sintering of cubic yttria-stabilized zirconia at 750° C for possible use in SOFC manufacturing, *Journal of the American Ceramic Society* 94(2): 316-319.

Cologna, M. ve R. Raj 2011, Surface diffusion-controlled neck growth kinetics in early stage sintering of zirconia, with and without applied DC electrical field, *Journal of the American Ceramic Society* 94(2): 391-395.

Cologna, M. ve ark., 2010, Flash sintering of nanograin zirconia in < 5 s at 850 C, *Journal of the American Ceramic Society* 93(11): 3556-3559.

Çetinkaya, Z. 2022, Flash sintering effect on fly ash microstructure, *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*.

Dancer, C. E. 2016, Flash sintering of ceramic materials, *Materials Research Express* 3(10): 102001.

Demir, A. 2022, B4C ve PMN-PT seramiklerin flash sinterleme ile üretimi ve karakterizasyonu, *Konya Teknik Üniversitesi*.

Dillon, S. J. ve ark., 2010, The relative energies of normally and abnormally growing grain boundaries in alumina displaying different complexions, *Journal of the American Ceramic Society* 93(6): 1796-1802.

Dolet, N. ve ark., 1995, Sintering mechanisms of 0.99 SnO 2-0.01 CuO mixtures, *Journal of materials science* 30: 365-368.

Domnich, V. ve ark., 2011, Boron carbide: structure, properties, and stability under stress, *Journal of the American Ceramic Society* 94(11): 3605-3628.

Du, Y. ve ark., 2016, Estimating Joule heating and ionic conductivity during flash sintering of 8YSZ, *Journal of the European Ceramic Society* 36(3): 749-759.

Ergün, N. 2006, Borkarbür Silisyum Karbür Kompozitlerinin Reaktif Sıcak Presleme İle Üretilmesi, *Fen Bilimleri Enstitüsü*.

Francis, J. S. ve R. Raj 2013, Influence of the field and the current limit on flash sintering at isothermal furnace temperatures, *Journal of the American Ceramic Society* 96(9): 2754-2758.

Garcia, D. ve ark., 2012, Advanced ceramics with dense and fine-grained microstructures through fast firing, *Rev. Adv. Mater. Sci* 30(273): e281.

Gaur, A. ve V. M. Sglavo 2014, Densification of La 0.6 Sr 0.4 Co 0.2 Fe 0.8 O 3 ceramic by flash sintering at temperature less than 100 C, *Journal of materials science* 49: 6321-6332.

Gaur, A. ve V. M. Sglavo 2015, Flash sintering of (La, Sr)(Co, Fe) O3–Gd-doped CeO2 composite, *Journal of the American Ceramic Society* 98(6): 1747-1752.

Gençkan, H. D. 2009, Reaktif spark plazma sinterleme yöntemi ile B₄C/SiC kompoziti eldesi, *Fen Bilimleri Enstitüsü*.

Ghosh, S. ve ark., 2009, A huge effect of weak dc electrical fields on grain growth in zirconia, *Journal of the American Ceramic Society* 92(8): 1856-1859.

Gonzalez-Julian, J. ve O. Guillon 2015, Effect of electric field/current on liquid phase sintering, *Journal of the American Ceramic Society* 98(7): 2018-2027.

Gonzalez-Julian, J. ve ark., 2016, Effect of internal current flow during the sintering of zirconium diboride by field assisted sintering technology, *Journal of the American Ceramic Society* 99(1): 35-42.

Grasso, S. ve ark., 2016, Ultra-rapid crystal growth of textured SiC using flash spark plasma sintering route, *Crystal Growth & Design* 16(4): 2317-2321.

Grasso, S. ve ark., 2014, Flash spark plasma sintering (FSPS) of pure ZrB₂, *Journal of the American Ceramic Society* 97(8): 2405-2408.

Grasso, S. ve ark., 2016, Flash spark plasma sintering (FSPS) of α and β SiC, *Journal of the American Ceramic Society* 99(5): 1534-1543.

Hao, X. ve ark., 2012, A novel sintering method to obtain fully dense gadolinia doped ceria by applying a direct current, *Journal of Power Sources* 210: 86-91.

Heimann, R. B. 2010, Classic and advanced ceramics: from fundamentals to applications. John Wiley & Sons.

Jha, S. ve ark., 2016, Electric field induced texture in titania during experiments related to flash sintering, *Journal of the European Ceramic Society* 36(1): 257-261.

Jha, S. K. ve R. Raj 2014, The effect of electric field on sintering and electrical conductivity of titania, *Journal of the American Ceramic Society* 97(2): 527-534.

Kaytaç, B. 2016, Fonksiyonel aşamalı B₄C-TiB₂-Al seramik-metal kompozit malzemelerin üretimi ve karakterizasyonu, *Anadolu University (Turkey)*.

Keskin, G. ve ark., 2021, AA7075 Matrisli B₄C+ SiC Takviyeli Hibrit Kompozitlerin Toz Takviyeli EEİ Yöntemiyle İşlenmesinde Boşalım Akımı ve Takviye Oranının İşlenmiş Yüzeyin Mikroyapısı ve Pürüzlülüğüne Etkisi, *International Journal of Engineering Research and Development* 13(2): 489-495.

Knaup, J. ve ark., 2014, Reduction of the TiO₂-x melting temperature induced by oxygen deficiency with implications on experimental data accuracy and structural transition processes, *physica status solidi (RRL)–Rapid Research Letters* 8(6): 549-553.

Lebrun, J. M. ve ark., 2015, Emergence and extinction of a new phase during on-off experiments related to flash sintering of 3 YSZ, *Journal of the American Ceramic Society* 98(5): 1493-1497.

Liu, F. ve M. Gong 2013, Nano-Scaled Grain Growth Sintering RHR Castro and Kvan Benthem, *Springer: Berlin*.

Lonergan, J. M. ve ark., 2015, Sintering mechanisms and kinetics for reaction hot-pressed ZrB₂, *Journal of the American Ceramic Society* 98(8): 2344-2351.

Muccillo, R. ve ark., 2011, Flash grain welding in yttria stabilized zirconia, *Journal of the European Ceramic Society* 31(8): 1517-1521.

Muccillo, R. ve E. Muccillo 2013, An experimental setup for shrinkage evaluation during electric field-assisted flash sintering: application to yttria-stabilized zirconia, *Journal of the European Ceramic Society* 33(3): 515-520.

Muccillo, R. ve E. Muccillo 2014, Electric field-assisted flash sintering of tin dioxide, *Journal of the European Ceramic Society* 34(4): 915-923.

Nas, E. ve ark., 2013, Sıcak presleme yöntemi kullanılarak kompozit malzemelerin üretilebilirliği üzerine bir değerlendirme, *Karaelmas Fen ve Mühendislik Dergisi* 3(2): 56-65.

Neuman, A. ve ark., 1997, Fabrication and properties of erbium oxide. *Proceedings of the 21st Annual Conference on Composites, Advanced Ceramics, Materials, and Structures—B: Ceramic Engineering and Science Proceedings*, Wiley Online Library.

Ponce, M. ve ark., 2008, Gas indiffusion contribution to impedance in tin oxide thick films, *Journal of Applied Physics* 104(5).

Qin, W. ve ark., 2016, Electrode effects on microstructure formation during flash sintering of yttrium-stabilized zirconia, *Journal of the American Ceramic Society* 99(7): 2253-2259.

Reddy, K. M. ve ark., (2020). Atomic structure of boron carbide. *Boron Carbide: Structure, Processing, Properties and Applications*, Nova Science Publishers, Inc.: 1-20.

Reed, J. S. 1995, Principles of ceramics processing.

Riley, F. L. 2009, Structural ceramics: fundamentals and case studies. Cambridge University Press.

Salur, E. 2021, Mekanik alaşımlanmış TiC ve Y₂O₃ partikül takviyeli AA7075 metal matrisli nanokompozitlerin üretimi ve karakterizasyonu.

Saunders, T. ve ark., 2016, Ultrafast-contactless flash sintering using plasma electrodes, *Scientific Reports* 6(1): 27222.

Schmerbauch, C. ve ark., 2014, Flash sintering of nanocrystalline zinc oxide and its influence on microstructure and defect formation, *Journal of the American Ceramic Society* 97(6): 1728-1735.

Soy, U. 2009, SiC/B₄C takviyeli metal matriks kompozit üretimi ve mekanik özelliklerinin incelenmesi, *Sakarya Üniversitesi (Turkey)*.

Suri, A. ve ark., 2010, Synthesis and consolidation of boron carbide: a review, *International Materials Reviews* 55(1): 4-40.

Thevenot, F. 1990, Boron carbide—a comprehensive review, *Journal of the European Ceramic Society* 6(4): 205-225.

Todd, R. ve ark., 2015, Electrical characteristics of flash sintering: thermal runaway of Joule heating, *Journal of the European Ceramic Society* 35(6): 1865-1877.

Vast, N. ve ark., 2009, Boron carbides from first principles. *Journal of Physics: Conference Series*, IOP Publishing.

Yang, D. ve H. Conrad 2010, Enhanced sintering rate of zirconia (3Y-TZP) by application of a small AC electric field, *Scripta Materialia* 63(3): 328-331.

Yang, D. ve ark., 2010, 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* 93(10): 2935-2937.

Yoon, B. ve ark., 2023, Reactive flash sintering of ceramics: a review, *Advanced Engineering Materials* 25(5): 2200731.

Yoshida, H. ve ark., 2014, Densification behaviour and microstructural development in undoped yttria prepared by flash-sintering, *Journal of the European Ceramic Society* 34(4): 991-1000.

Yoshida, H. ve ark., 2016, Formation of grain boundary second phase in BaTiO₃ polycrystal under a high DC electric field at elevated temperatures, *Journal of the Ceramic Society of Japan* 124(4): 388-392.

Yu, M. ve ark., 2017, Review of flash sintering: materials, mechanisms and modelling, *Advances in applied ceramics* 116(1): 24-60.

Zapata-Solvas, E. ve ark., 2013, Preliminary investigation of flash sintering of SiC, *Journal of the European Ceramic Society* 33(13-14): 2811-2816.

Zapata-Solvas, E. ve ark., 2013, Mechanical properties of ZrB₂-and HfB₂-based ultra-high temperature ceramics fabricated by spark plasma sintering, *Journal of the European Ceramic Society* 33(7): 1373-1386.

Zhang, Y. ve ark., 2015, Thermal runaway, flash sintering and asymmetrical microstructural development of ZnO and ZnO–Bi₂O₃ under direct currents, *Acta Materialia* 94: 87-100.

Zhang, Y. ve J. Luo 2015, Promoting the flash sintering of ZnO in reduced atmospheres to achieve nearly full densities at furnace temperatures of < 120 C, *Scripta Materialia* 106: 26-29.

Zhang, Y. ve ark., 2016, Effects of phase and doping on flash sintering of TiO_2 , *Journal of the Ceramic Society of Japan* 124(4): 296-300.

Zhou, H. ve ark., 2022, Review of flash sintering with strong electric field, *High Voltage* 7(1): 1-11.

