

## Anisotropia no comportamento à fluência de cerâmicas à base de $\text{Si}_3\text{N}_4$ prensadas à quente

*(Creep behavior anisotropy of hot pressed  $\text{Si}_3\text{N}_4$  based ceramics)*

C. Santos, K. Strecker, F. Piorino Neto, S. A. Baldacim, O. M. M. Silva, C. R. M. Silva

<sup>1</sup>FAENQUIL-DEMAR - Polo Urbo Industrial s/n, Gleba AI-6, Lorena, SP12600-000

<sup>2</sup>CTA-IAE/AMR - Pça. Marechal do Ar Eduardo Gomes 50, S. J. Campos, SP 12228-904

claudinei@ppgem.faenquil.br

### Resumo

Nesse trabalho foi estudada a anisotropia no comportamento à fluência de cerâmicas de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  prensadas a quente. Quatro tipos de cerâmicas à base de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  foram desenvolvidas, utilizando-se  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{CRE}_2\text{O}_3$  ou  $\text{AlN}$  e  $\text{CRE}_2\text{O}_3$  como aditivos, em frações volumétricas de 5 e 20%.  $\text{CRE}_2\text{O}_3$  é um óxido misto de ítrio e terras raras produzido na FAENQUIL. As misturas de pós foram submetidas à prensagem uniaxial a quente, a 1750 °C - 20 MPa. As amostras sinterizadas apresentaram fases cristalinas e microestruturas distintas, e foram submetidas a ensaios por compressão a 1300 °C, sob tensão de 300 MPa. Corpos de prova foram confeccionados nos planos paralelo e perpendicular ao eixo de prensagem a quente, e as taxas de fluência para ambos os planos foram obtidas e correlacionadas. Os resultados demonstraram que as amostras confeccionadas no plano perpendicular ao eixo de prensagem a quente, sofreram maiores deformações que as amostras do plano paralelo. Esse comportamento é devido à orientação dos grãos alinhados com o eixo de aplicação de carga compressiva durante os ensaios de fluência.

**Palavras-chave:** fluência,  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , prensagem a quente, anisotropia.

### Abstract

*In this work the anisotropy of the creep behavior in hot pressed  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ceramics was evaluated. Four different  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ceramics were developed, using  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{CRE}_2\text{O}_3$  or  $\text{AlN}$  e  $\text{CRE}_2\text{O}_3$  as sintering aids. Specimens were hot pressed at 1750 °C - 20 MPa. The sintered specimens show different crystalline phases and microstructures, and were submitted to compressive creep tests at 1300 °C and stress of 300 MPa. Specimens in the parallel and perpendicular plane to the hot pressing axis were tested and the creep rates and strain were correlated as a function to the plane analyzed. The results show the influence of anisotropy on the creep behavior, related to the orientation of the grains, activating the rotation of the grains by viscous flow of the intergranular phase.*

**Keywords:** creep, hot-pressing, anisotropy.

## INTRODUÇÃO

As aplicações mais nobres de cerâmicas à base de nitreto de silício ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) exigem resistência mecânica e estabilidade dimensional em temperaturas elevadas. Assim, resistência à fluência é uma propriedade a ser conhecida e entendida, pois é dela que resulta o sucesso desse material em serviço [1-3].

O  $\text{Si}_3\text{N}_4$  é um material cerâmico que apresenta ligações químicas majoritariamente covalentes [1]. Essa característica é responsável pela dificuldade em sua sinterização, que por consequência, dificulta a redução do nível de porosidade durante o processo de sinterização. Visando minimizar as dificuldades de densificação desse material durante a sinterização, é comum a utilização de aditivos que, associados à  $\text{SiO}_2$  presente na superfície das partículas de  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , fundem-se em temperaturas inferiores às de sinterização, formando uma fase líquida que facilita os processos difusionais e, por consequência, reduz o nível de porosidade dos corpos sinterizados.

Uma outra técnica utilizada para melhorar a qualidade dos produtos sinterizados, é a aplicação de pressões

externas no material durante a sinterização. Um exemplo desse processo é a prensagem uniaxial à quente [4-6]. Nesse processo, cerâmicas de alta densidade relativa e com microestrutura de grãos mais homogênea, são obtidas, utilizando-se quantidades reduzidas de aditivos, em tempos e temperaturas inferiores ao processo de sinterização normal.

O alinhamento de grãos no plano perpendicular à direção de aplicação de pressão é característica desse processo, devido particularmente, à aplicação de esforços exclusivamente uniaxiais de aplicação de carga. Isso acarreta em anisotropia das propriedades características do material [5, 7], sendo, em alguns casos, um inconveniente que deve ser estudado, e o grau de anisotropia das propriedades desses materiais, deve ser determinado.

Nesse trabalho, a resistência à fluência a 1300 °C, de cerâmicas de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  prensado à quente, foi determinada. A fluência desses materiais foi avaliada em planos paralelos e perpendiculares à direção de prensagem à quente, visando determinar o grau de anisotropia apresentado pelo material, com relação a citada propriedade.

## MATERIAIS E MÉTODOS

### Processamento

Os materiais utilizados nesse trabalho foram pós de alta pureza de  $\alpha$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  (Grade Fine, H.C.Starck - Alemanha), AlN (Fine, Grade B, H.C.Starck),  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (Tipo CR6, BaikaloX-Alemanha) e óxido misto de ítrio e terras raras  $\text{Ce}_2\text{O}_3$  (DEMAR-FAENQUIL). Foram preparadas duas misturas à base de  $\text{Si}_3\text{N}_4$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{Ce}_2\text{O}_3$  (CALO) ou  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -AlN- $\text{Ce}_2\text{O}_3$  (CALN). As proporções de cada material nas misturas são apresentadas na Tabela I.

As misturas foram moídas em moinho planetário por 2 h, via úmido, usando bolas de alumina, como meio moedor. As suspensões foram secadas por 12 h a 120 °C, e conseqüentemente, peneiradas em peneiras de até 60 mesh. Os pós foram compactados por prensagem uniaxial a frio (50 MPa) e prensagem isostática a frio (300 MPa). Os compactos foram em seguida prensados uniaxialmente a quente a 1750 °C, durante 30 min sob uma pressão de 20 MPa, em atmosfera de  $\text{N}_2$ , obtendo pastilhas cerâmicas sinterizadas de aproximadamente 25 mm de diâmetro e 7 mm de altura. Essas pastilhas foram retificadas e cortadas, obtendo-se corpos-de-prova de aproximadamente 3 x 3 x 6 mm<sup>3</sup>. Estes corpos de prova foram cortados, utilizando-se disco diamantado, em seções paralelas e perpendiculares à direção de prensagem a quente, conforme a Fig. 1.

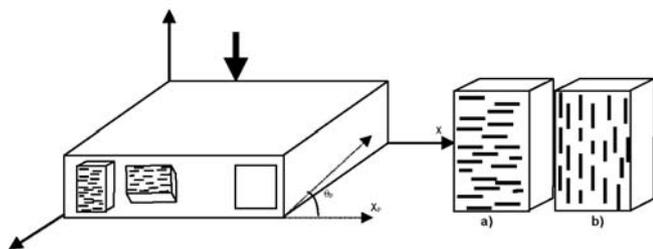


Figura 1: Figura esquemática dos corpos de prova confeccionados para realização dos ensaios de fluência. Dois diferentes planos foram analisados neste experimento: a) plano paralelo à direção de prensagem (P) e (b) Plano normal-perpendicular ao eixo de prensagem (N).  $\theta_p$ , Ângulo de orientação dos grãos no plano P.

[Figure 1: Schematic figure of the specimens analyzed as a function of the plane analyzed: a) plane parallel to the hot-pressing direction (P), and (b) plane perpendicular to the hot-pressing direction (N).  $\theta_p$  -Orientation of the grains in the plane P.]

### Caracterizações

A densidade relativa das amostras sinterizadas foi determinada pelo método de Arquimedes. As fases presentes nas amostras sinterizadas foram avaliadas utilizando difração de raios X.

Para a análise microestrutural, realizada em microscópio eletrônico de varredura (MEV), as amostras foram lixadas, polidas, e as superfícies atacadas quimicamente utilizando NaOH:KOH a 500 °C, por tempos variando entre 1 e 3 min, dependendo da quantidade de fase intergranular. A distribuição de tamanho de grãos e a razão de aspecto foram determinadas no plano perpendicular ao eixo de prensagem à quente utilizando o método proposto em [8], baseada nas medidas de comprimento e largura de 10% do total de grãos, presentes no espaço amostral analisado. Foram avaliados em torno de 1200 grãos, de forma a obter o comprimento, a largura e, conseqüentemente, a razão de aspecto média e a orientação dos grãos (segundo esquema de ângulo de grãos apresentado na Fig. 1).

### Ensaio de fluência

Nos testes de fluência compressiva, foi utilizado um aparato existente na divisão de Materiais do CTA (AMR-IAE) que consta de forno tubular (EDG F-1500) projetado para operar de forma contínua até 1400 °C com precisão de  $\pm 2$  °C, acoplados à máquina de ensaios universal (EMEC-The Electronic and Mechanical Engineering Co. Ltda., Inglaterra, tipo G65- 0,5 ton ). Este aparato já foi utilizado para edição de trabalhos anteriores [9-11]. A Fig. 2 mostra um esquema do equipamento de ensaios de fluência. O sistema de captação de sinais de deformação por fluência compressiva consiste basicamente de um LVDT (*Linear Variable Differential Transformer*), com sensibilidade de 53,18 mV/V/mm acoplado ao ponto de resistência. A cada deslocamento no corpo de prova, o eixo de transmissão de carga cede, promovendo um deslocamento no eixo do LVDT. A este deslocamento está relacionada uma variação de sinais eletrônicos (contagens) que são transmitidas a uma unidade de processamento de sinais (UPA) e convertidas, junto a um software (ANTARES-BSW), em deslocamentos micrométricos, visando a coleta de dados relativos a deformação dos corpos-de-prova. O sistema de registro de temperatura também segue o mesmo

Tabela I - Composição das misturas utilizadas neste trabalho.

[Table I - Compositions of the mixtures used in this work.]

Misturas	Identificação	Composição (% em peso)			
		$\text{Si}_3\text{N}_4$	$\text{Al}_2\text{O}_3$	AlN	$\text{Ce}_2\text{O}_3$
$\text{Si}_3\text{N}_4$ + 5vol.% $\text{Ce}_2\text{O}_3$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$	CALO-5	91,99	2,85	---	5,15
$\text{Si}_3\text{N}_4$ + 20vol.% $\text{Ce}_2\text{O}_3$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$	CALO-20	70,76	10,44	---	18,80
$\text{Si}_3\text{N}_4$ + 5vol.% $\text{Ce}_2\text{O}_3$ -AlN	CALN-5	93,54	---	3,54	2,92
$\text{Si}_3\text{N}_4$ + 20vol.% $\text{Ce}_2\text{O}_3$ -AlN	CALN-20	75,30	---	13,52	11,18

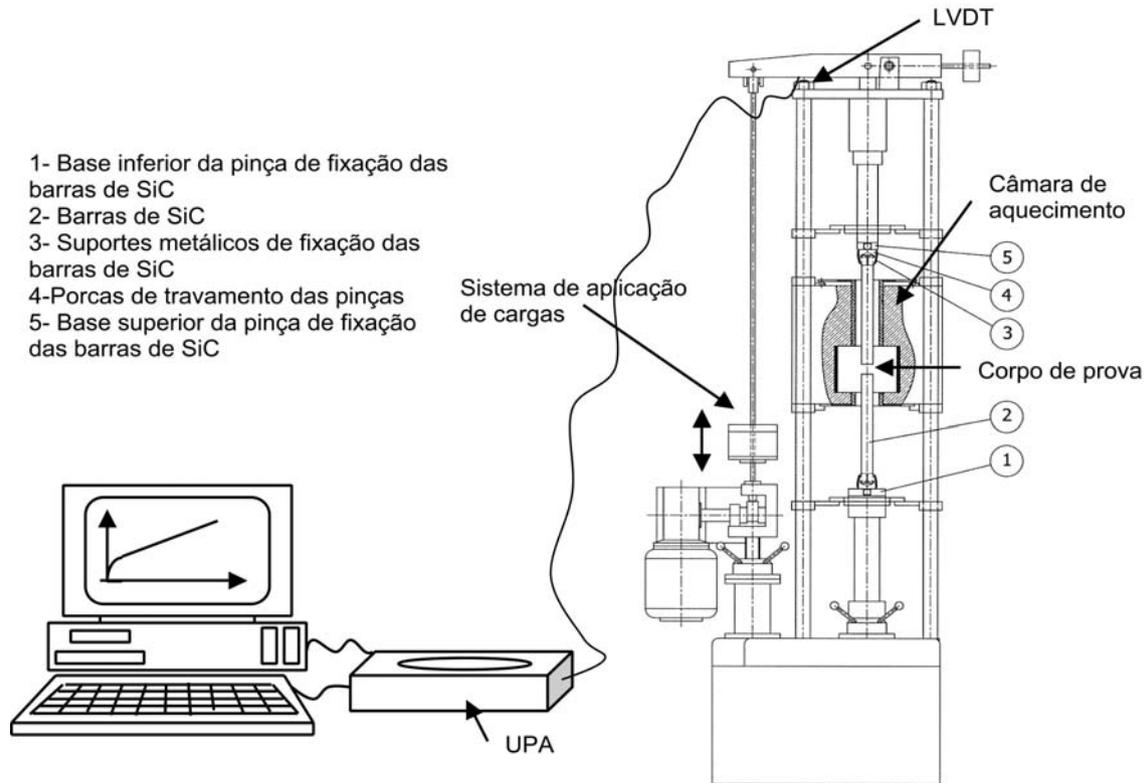


Figura 2: Esquema dos ensaios de fluência compressiva.  
 [Figure 2: Compressive creep apparatus.]

raciocínio da decodificação dos sinais eletrônicos emitidos pelo LVDT, assim, a temperatura no corpo-de-prova também é monitorada durante todo o ensaio, sendo suas informações armazenadas no software ANTARES. Para garantia dos resultados armazenados durante os ensaios, tanto o LVDT quanto os termopares são calibrados.

Os corpos-de-prova foram ensaiados por compressão, a 1300 °C, sob carga de 300 MPa, ao ar, por um período de 70 h contínuas.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

### Caracterização dos corpos de prova

A Tabela II apresenta os principais resultados que caracterizam os corpos de prova sinterizados, antes dos

ensaio de fluência por compressão.

Os resultados indicam que quatro tipos de materiais cerâmicos distintos foram obtidos. As amostras aditivadas com  $Al_2O_3$  (CALO) apresentaram  $\beta-Si_3N_4$  como única fase cristalina, indicando que não houve formação de solução sólida durante a sinterização. As amostras sinterizadas com AlN (CALN) apresentaram  $\alpha-SiAlON$  como fase cristalina, indicando que parte dos aditivos foi consumida na formação de solução sólida de  $Si_3N_4$ . Essas cerâmicas apresentaram menores níveis de densificação, justamente devido à dificuldade de sinterização imposta pela redução da quantidade de fase intergranular, ocorrida durante a formação de solução sólida.

Os aspectos microestruturais mais importantes são apresentados na Fig. 3, e resumidos na Tabela III.

Grãos alongados de elevada razão de aspecto são

Tabela II - Principais características dos corpos de prova utilizados nos ensaios de fluência.  
 [Table II - Main characteristics of the specimens used in creep tests.]

Composição	Densidade Relativa (%)	Fases cristalinas	Relação de fases $\alpha':\beta$ (%)
CALO 5	98,5	$\beta-Si_3N_4$	00:100
CALO 20	99,1	$\beta-Si_3N_4$	00:100
CALN 5	96,0	$\alpha-SiAlON$ , $\beta-Si_3N_4$	10:90
CALN 20	98,5	$\alpha-SiAlON$	100:00

Tabela III – Características microestruturais dos corpos de prova cerâmicos.  
 [Table III – Microstructural characteristics of the ceramic specimens.]

Composição	Tamanho médio dos grãos ( $\mu\text{m}$ )	Razão de aspecto	Ângulo de grãos ( $\theta_{(p)}$ ) [grau]
CALO 5	$2,5 \pm 0,8$	$6,5 \pm 1,1$	$12,9 \pm 14,0$
CALO 20	$4,1 \pm 1,0$	$11,2 \pm 1,5$	$35,1 \pm 23,5$
CALN 5	---	$6,2 \pm 1,3$	$15,7 \pm 12,4$
CALN 20	$2,9 \pm 1,8$	$3,8 \pm 2,2$	---

• \*  $RA_{\text{CALN-5}} = [RA_{\alpha\text{-Sialon}} \times (\% \alpha' / 100)] + [RA_{\beta\text{-Si}_3\text{N}_4} \times (\% \beta / 100)]$ , considerando a razão de aspecto média da fração de  $\alpha'$  presente em sua composição, como sendo similar à da composição CALN20.

• \*\* Tamanho médio de grão da composição CALN5, e ângulo médio dos grãos da amostras CALN20, não foram avaliados.

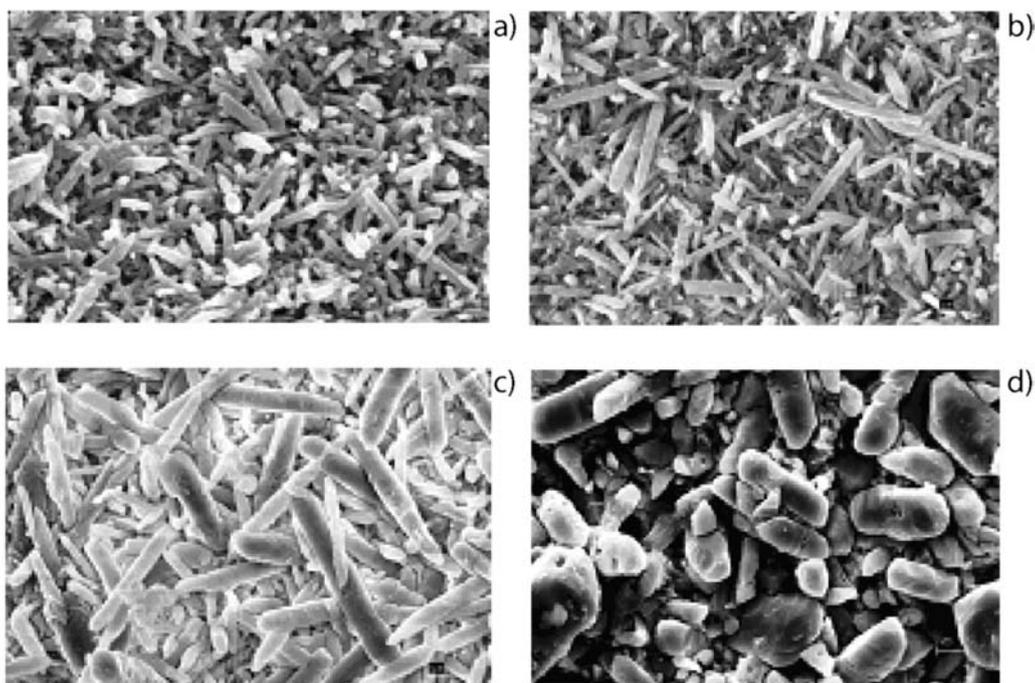


Figura 3: Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura das amostras prensadas a quente (plano N): a) CALO5, b) CALO20; c) CALN5; d) CALN20. (magnificação 10000 x).

[Figure 3: SEM micrographs of the hot-pressed specimens (plane N): a) CALO5, b) CALO20; c) CALN5; d) CALN20. (magnification 10000 x).]

característicos dos materiais CALO5 e 20 e CALN5. Essas observações estão coerentes com as fases cristalinas presentes, majoritariamente composta de  $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ . O ângulo médio dos grãos no plano paralelo ao eixo de prensagem à quente ( $\theta_{(p)}$ ) indicam que os grãos estão preferencialmente alinhados nesse plano, desenvolvendo uma textura que resulta em diferença das propriedades mecânicas em função do plano analisado, conforme já demonstrado em trabalho anterior [7] realizado pelo próprio grupo de trabalho.

#### Comportamento à fluência

Os resultados das taxas de fluência a  $1300\text{ }^\circ\text{C}$ , sob tensão de 300 MPa, estão resumidos na Tabela IV, e as curvas de fluência são apresentadas na Fig. 4.

Observando a Tabela IV, verifica-se que, considerando que os materiais foram submetidos às mesmas condições de tensão e temperatura, os materiais sinterizados com aditivos à base de  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{CRE}_2\text{O}_3$  (CALO) apresentaram resistência à fluência inferior aos cerâmicos sinterizados com  $\text{AlN}/\text{CRE}_3\text{O}_3$  (CALN).

As amostras com  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (CALO) apresentaram em suas análises de raios X apenas a presença de  $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$  em sua composição; assim, pode-se considerar que não há consumo de quantidades consideráveis de aditivos durante a sinterização, para formação de solução sólida. Dessa forma, as quantidades relativas de aditivos formaram fases intergranulares amorfas que foram decisivas para os resultados de fluência desses materiais. As amostras com quantidades maiores de aditivos, CALO20 (20 vol.%), apresentaram

Tabela IV – Taxas de fluência das amostras em função do plano analisado.  
 [Table IV – Creep rates of the specimens as a function of the plane analyzed.]

Composição	Taxas de fluência $\epsilon_{ss}$ ( $h^{-1}$ )		Deformação após 40 h (%)	
	Plano P	Plano N	Plano P	Plano N
CALO 5	$1,2 \times 10^{-3}$	$2,2 \times 10^{-3}$	7,9%	13,3%
CALO 20	$1,5 \times 10^{-2}$	$2,7 \times 10^{-2}$	4,0% (após 2 h)	Ruptura
CALN 5	$6,1 \times 10^{-4}$	$1,2 \times 10^{-3}$	3,5%	8,6%
CALO 20	$1,9 \times 10^{-4}$	$4,8 \times 10^{-4}$	1,4%	2,9%

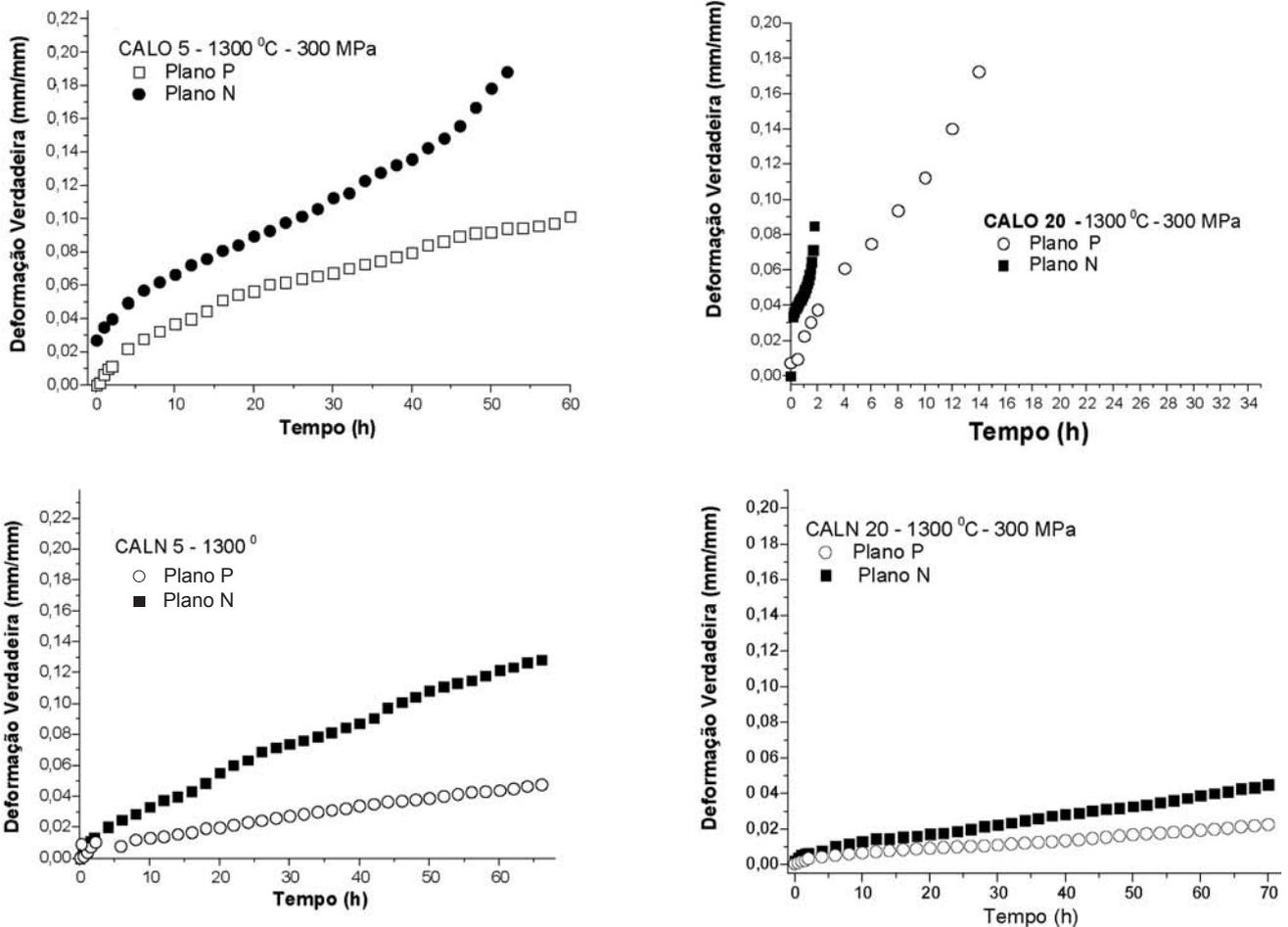


Figura 4: Curvas de fluência de amostras ensaiadas a 1300 °C – 300 MPa.  
 [Figure 4: Creep curves of the specimens tested at 1300 °C – 300 MPa.]

taxa de fluência de  $1,5 \times 10^{-2} h^{-1}$ . Por possuírem quantidades maiores de fase intergranular, essas amostras apresentaram os piores desempenhos em relação à deformação por fluência devido, provavelmente, à oxidação dessa fase intergranular, além do amolecimento dessa fase intergranular, permitindo assim, o movimento relativo dos grãos da matriz  $\beta$ - $Si_3N_4$  com conseqüente formação de cavidades até a ruptura do material, em tempos muito reduzidos, conforme observados na Fig. 4b. O mecanismo de deslizamento de contornos de grão é freqüentemente observado em cerâmicas à base de  $Si_3N_4$  [11, 12]. Por outro lado, as amostras CALO5 apresentaram maior

resistência à fluência que as amostras CALO 20, com taxa de  $1,2 \times 10^{-3} h^{-1}$ , devido à menor suscetibilidade à oxidação e menor quantidade de fase intergranular.

Ambas amostras sinterizadas com AlN (CALN5 e CALN20), apresentaram maior resistência à fluência que as amostras CALO, em função principalmente, da formação de  $\alpha$ -SiAlONs em sua composição. O consumo de uma quantidade relativamente alta de aditivos para formação dos  $\alpha$ -SiAlONs promove uma menor susceptibilidade à oxidação, além da redução da quantidade de fase intergranular. Com isso, esses materiais estão menos sujeitos ao amolecimento

da fase intergranular e conseqüentemente, apresentam maior resistência à fluência que outras cerâmicas à base de  $\text{Si}_3\text{N}_4$ . O aumento de  $\alpha$ -SiAlONs na matriz aumenta diretamente a resistência à fluência desses materiais, como pôde ser observado nas amostras CALN5 (10 % de  $\alpha$ -SiAlON), que apresentou taxa de fluência de  $6,1 \times 10^{-4}$  e as amostras CALN20 (100% de  $\alpha$ -SiAlON) que apresentaram os melhores resultados, com taxas de fluência de  $1,9 \times 10^{-4} \text{ h}^{-1}$ .

Observando-se a Fig. 4, nota-se que, independentemente do material analisado, todas as amostras ensaiadas no plano N, apresentaram taxas de fluência e, conseqüentemente, deformações maiores que as amostras ensaiadas no Plano P. Uma possível explicação para esse fenômeno, leva em consideração, que o principal mecanismo de fluência nesses materiais, seja deslizamento de contornos de grão via fluxo viscoso da fase intergranular [11, 12]. Assim, com o amolecimento da fase intergranular, a rotação física dos grãos fica favorecida. Como há um alinhamento mais pronunciado dos grãos no plano paralelo ao eixo de prensagem à quente, durante os ensaios de fluência compressiva das amostras confeccionadas no plano N (Fig. 1b), a rotação dos grãos é mais pronunciada devido ao maior efeito - alavanca resultante dos esforços compressivos sobre esses grãos. No plano P, os grãos já apresentam um grande alinhamento, com ângulo de orientação tendendo à zero, minimizando os efeitos alavanca nesses grãos. Não foi possível correlacionar o grau de anisotropia de fluência dos materiais, com a quantidade de aditivos ou as características microestruturais, porém, é possível identificar o aumento da deformação em função do plano avaliado nos ensaios de fluência.

## CONCLUSÕES

Quatro tipos de cerâmicas distintas foram desenvolvidas, utilizando prensagem uniaxial à quente. Os materiais aditivados com AlN, apresentaram  $\alpha$ -SiAlON em sua composição. Como conseqüência, esses materiais foram mais resistentes à fluência, independentemente do plano analisado. Todos os materiais apresentaram orientação preferencial dos grãos no plano perpendicular ao eixo de prensagem à quente. Com a aplicação de esforços compressivos durante os ensaios de fluência, observou-se que amostras confeccionadas no plano N (perpendicular ao eixo de prensagem à quente) apresentaram maiores deformações, devido ao alinhamento dos grãos no eixo de aplicação dos esforços compressivos. Assim, o efeito-alavanca realizado nesses grãos resulta em maiores deformações, do que grãos orientados perpendicularmente ao eixo de aplicação de esforços compressivos, durante os ensaios de fluência.

## AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a Divisão de Materiais do CTA - Centro Técnico Aeroespacial, ao Departamento de Engenharia de Materiais (DEMAR 'FAENQUIL), e à FAPESP pelo apoio financeiro (Processo 01/08682-6).

## REFERÊNCIAS

- [1] F. L. Riley, Silicon nitride and related materials, J. Am. Ceram. Soc. **83**, 2 (2000) 245-265.
- [2] A. Bellosi, Design and process of non-oxide ceramics. Case study: Factors affecting microstructure and properties of silicon nitride; in Materials Science of Carbides, Nitrides and Borides, Ed. Y. G. Gogotsi, and R. A. Andreievski, Kluwer Academic Publishers, Netherlands (1999) pp. 285-304.
- [3] A. J. Pyzik, D. R. Braman, Microstructure and properties of self-reinforced silicon nitride, J. Am. Ceram. Soc. **76**, 6 (1993) 2737-2744.
- [4] R. M. German, Liquid phase sintering, Plenum Press, New York (1985).
- [5] R. M. German, Powder Metallurgy Science, 2<sup>nd</sup> ed., Ed. Metal Powder Industries Fed. (1994) 472 p.
- [6] J. S. Reed, Principles of Ceramics Processing, 2<sup>nd</sup> ed. (1995) 658 p
- [7] C. Santos, K. Strecker, S. A. Baldacim, O. M. M. Silva, C. R. M. Silva, Influence of additive content on the anisotropy in hot-pressed  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ceramics using grain orientation measurements, Ceram. Int. **30**, 5 (2004) 653-659.
- [8] G. Wötting, B. Kanka, G. Ziegler, Microstructural characterization, and relation to mechanical properties of dense silicon nitride, in Non-oxide technical and engineering ceramics, Ed. Hampshire S. Elsevier, London, UK (1986) 83-96.
- [9] C. Santos, K. Strecker, M. J. R. Barboza, S. A. Baldacim, F. Piorino Neto, O. M. M. Silva, C. R. M. Silva, Compressive creep of hot-pressed  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ceramics using  $\text{CRE}_2\text{O}_3$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  or  $\text{CRE}_2\text{O}_3$ -AlN additive mixtures, Ptech2003, Guarujá, SP (2003).
- [10] C. Santos, K. Strecker, O. M. M. Silva, S. A. Baldacim, F. Piorino Neto, C. R. M. Silva, Comportamento à fluência de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  produzido com um aditivo de sinterização alternativo -  $\text{CTR}_2\text{O}_3$ , in Congresso Brasileiro de Cerâmica, J. Pessoa, PB (2003).
- [11] C. Santos, K. Strecker, M. R. J. Barboza, F. Piorino Neto, O. M. M. Silva, C. R. M. da Silva, Compressive creep behavior of hot-pressed  $\text{Si}_3\text{N}_4$ - $\text{CRE}_2\text{O}_3$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  ceramics, Mater. Res. Bull. **39**, 9 (2004) 1279-1289.
- [12] S. Y. Yoon, T. Akatsu, E. Yasuda, Anisotropy of creep deformation rate in hot-pressed  $\text{Si}_3\text{N}_4$  with preferred orientation of the elongated grains, J. Mater. Sci. **32** (1997) 3813-3819. (Rec. 28/06/2004, Rev. 09/11/2004, Ac. 04/02/2005)