

DEFORMATION À CHAUD DES METAUX REFRACTAIRES

Niobium, Molybdène, Tantale, et Tungstène

HERVÉ BIBRING

Chef de Division de Recherches, Direction Scientifique des Matériaux

ET

FRANÇOIS GIRARD

Ingenieur de Recherches, Office National d'Etudes
et de Recherches Aéronautiques (ONERA)

INTRODUCTION

Le niobium, le molybdène, le tantale, le tungstène, éléments de transition se distinguant par leur point de fusion le plus élevé, s'imposent logiquement comme base d'alliages réfractaires. On aurait donc pu s'attendre à l'existence d'une très riche littérature sur la tenue de ces métaux à haute température. Or, s'il existe de nombreux travaux concernant leur tenue à la corrosion à chaud, en ce qui concerne la résistance aux sollicitations mécaniques on a surtout étudié le mécanisme de transition ductile—fragile, commun aux métaux cubiques centrés et lié aux températures peu élevées. En effet, ce phénomène intervient à moins de 400°C pour le tungstène, aux environs de l'ambiante pour le molybdène et nettement en dessous de la température ambiante pour le niobium et le tantale. Dans le présent travail consacré à l'étude de la déformation et de la rupture aux températures élevées, ce point ne sera traité qu'accidentellement.

CONDITIONS EXPERIMENTALES

Les essais ont été effectués sur des métaux de pureté commerciale, frittés et laminés en tôles de 0.5 mm d'épaisseur. L'analyse des principales impuretés est donnée dans le Tableau I. Les éprouvettes usinées suivant le dessin de la Fig. 1 ont toujours été recristallisées, à différentes températures, le molybdène et le tungstène sous un courant d'hydrogène sec, épuré, le niobium et le tantale sous un vide égal ou inférieur à 5.10^{-5} mm de mercure.

TABLEAU I

	Niobium	Molybdène	Tantale	Tungstène
C	< 50 ppm	< 50 ppm	< 50 ppm	< 50 ppm
O	760 ppm	non dosé	750 ppm	1000 ppm
N	214 à 310 ppm	300 à 400 ppm	95 ppm	non dosé
Fe	725 ppm	18 ppm	800 ppm	50 ppm

Après ce traitement, les éprouvettes étaient examinées micrographiquement, par diffraction de rayons X pour vérification de la texture (diagramme de Laue) et par microdiffraction suivant la technique de Lambot-Vassamillet.¹

Les essais mécaniques étaient faits dans un microscope à chaud, sous vide, décrit antérieurement² et dont la Fig. 2 montre l'enceinte, couvercle enlevé. Les échantillons pouvaient y être soumis à une sollicitation uniaxiale de tension, dans un large intervalle de températures et de vitesses de déformation. Des objectifs à grande distance frontale permettaient de suivre l'évolution de la surface des éprouvettes pendant l'essai; les éprouvettes étaient préalablement polies et attaquées, soit par des réactifs classiques, soit par attaque thermique; des empreintes de microdureté disposées en carrés de 0.05 mm de côté facilitaient quelquefois l'examen de la déformation. L'observation de la surface se faisait, soit par projection sur un écran, soit par enregistrement cinématographique avec différentes caméras de prise de vues dans la gamme des cadences de quelques images par heure à 8.000 images par seconde. Un levier optique permettait l'enregistrement photographique du diagramme déformation-temps avec grande amplification.

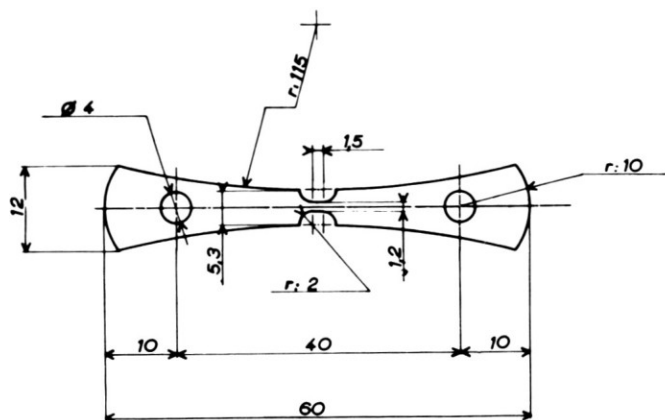


Fig. 1. Dessin de l'éprouvette.

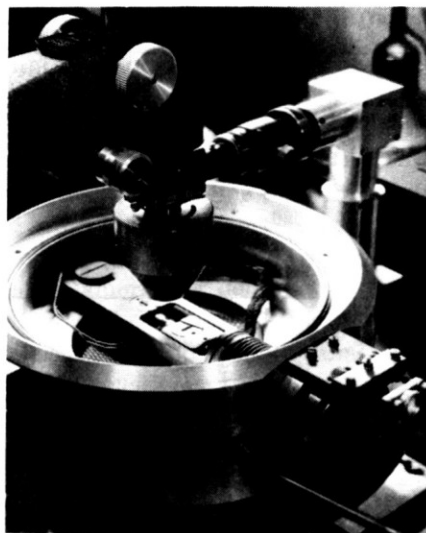


Fig. 2. Enceinte du microscope à chaud.

Dans les conditions particulières de nos essais, l'étude de la déformation a pu être faite en fonction de trois variables:

- conditions de recristallisation
- température de l'essai
- vitesse de déformation

La température de recristallisation conditionne directement la grosseur du grain et la nature des joints du métal et on sait le rôle important joué par ces deux facteurs dans les sollicitations à température élevée et particulièrement en fluage. Nos échantillons ont été recristallisés dans les conditions suivantes:

- Niobium: 1300°, 1700°, 1750°, 1800° et 2000°C, durées variables
- Molybdène: 1200°, 1300°, 1400° et 2000°C, durées variables
- Tantale: 1750° et 1800°C, durées variables
- Tungstène: 1500° et 2500°C, durées variables

Afin de pouvoir comparer les résultats d'essais obtenus avec les quatre métaux dont les températures de fusion s'échelonnent de 2470 à 3410°C, nous avons déterminé des rapports homologues

$$\frac{\text{Température absolue d'essai}}{\text{Température absolue de fusion}}$$

et limité les essais aux deux valeurs:

$$T_e/T_f = 0.3 \quad \text{et} \quad T_e/T_f = 0.6 \quad (\text{Tableau II})$$

Ces essais systématiques ont été complétés par quelques observations à la température ambiante et à $T_e/T_f > 0.6$.

TABLEAU II. TEMPERATURES HOMOLOGUES

	Temp. de fusion, °C	Températures d'essai	
		$T_e/T_f = 0.3$	$T_e/T_f = 0.6$
Niobium	2470	550	1370
Molybdène	2620	600	1470
Tantale	3000	710	1685
Tungstène	3410	830	1940

La vitesse de déformation appliquée couvre essentiellement trois domaines:

- traction rapide sous contrainte constante, à vitesse de déformation relative de 10 à 20 l/l par seconde.
- fluage rapide, sous contrainte constante, à la vitesse de 10^{-2} à 10^{-3} l/l par seconde.
- fluage lent, sous contrainte constante, à la vitesse de $5 \cdot 10^{-5}$ à 5×10^{-6} par seconde.

L'étude a été complétée par des analyses interférométriques, des examens au microscope électronique par réplique et examen direct sur film mince, ainsi que par diffraction électronique.

RESULTATS*

Molybdène et Tungstène

Le molybdène, à la température de 600°C (rapport analogue de 0.3) et à toutes les vitesses de déformation utilisées (entre 10 et 10^{-6} l/l.s⁻¹), se déforme par plissements transgranulaires perpendiculaires à la direction de la contrainte; l'aspect micrographique de la surface est celui de rides sinues transversales traversant les joints (Fig. 3). La rupture se produit le long de ces rides, sans déformation plastique importante. L'aspect ondulé des plissements est dû à la multiplicité des plans de glissement dans le système cubique centré; en effet, il n'existe pas, dans ce système, de plan compact privilégié [comme le plan (111) du système cubique à faces centrées], mais de nombreux plans de densité atomique voisine {110} {112} {123} dont la résistance au cisaillement sera par conséquent faible, contenant tous une diagonale du cube <111>, direction de glissement. La rupture est due à la formation de microfissures à l'intérieur des grains.

Les échantillons essayés dans ces conditions avaient tous une grosseur de grain moyenne de 0.05 mm obtenue par recristallisation à 1300°C pendant 40 heures.

À des températures plus élevées, 1450°C (rapport 0.6) et même à 1950°C, mais seulement à grande vitesse de déformation (2 et 10 l/l.s⁻¹) le molybdène se déforme et se rompt de la même manière. Ces essais, à des températures plus élevées ont été effectués sur des échantillons de la même grosseur de grain (0.05

* Texte basé essentiellement sur la description d'un film cinématographique³ projeté en séance.

mm), mais recristallisés à 2000°C/2 h. Dans ce cas, la formation de glissements transcrystallins et la rupture sans grande déformation peuvent aussi être attribuées à la température élevée de recristallisation qui conserve moins de joints à grand angle donc moins de lacunes permettant la montée des dislocations de glissement.

En fluage à vitesse plus lente, à la même température (rapport 0.6), apparaît un nouveau phénomène intéressant cette fois les joints de grain. La déformation conduit à un cisaillement aux joints qui reste très faible, car dès que le mouvement relatif des grains est amorcé, la déformation localisée entraîne la polygonisation au voisinage des joints qui empêche un développement plus important du cisaillement (Fig. 4). Déjà à 1200°C, la polygonisation se manifeste après une très faible déformation. Les sous-joints formés sont des joints de flexion et la distance entre les dislocations permet de calculer l'angle de désorientation, trouvé égal à 10^{-2} radian (Fig. 5). Cette polygonisation se forme pendant la seconde période du fluage, fluage à vitesse constante. Puis la désorientation s'accroît très vite avec la déformation entraînant une véritable fragmentation des grains. Ainsi dans un échantillon de molybdène recristallisé à 1800°C/3 h, ayant toujours une grosseur de grain de 0.05 mm, en fluage à 1450°C à une vitesse de 7.8 l/l.s^{-1} , l'enregistrement cinématographique permet d'observer le début du basculement, c'est-à-dire de la polygonisation, (captage des dislocations sur les sous-joints), après 52 minutes d'essai; ce phénomène s'accroît après 2 h d'essai. La comparaison avec l'enregistrement de la courbe déformation temps indique clairement qu'après une première période à vitesse décroissante, qui s'est traduit par un glissement—faible—entre les grains, la polygonisation a fait son apparition en deuxième période de fluage à vitesse stationnaire avec une désorientation qui a augmenté tout au long de cette période.

Enfin la rupture produite par la concentration des contraintes dues au cisaillement, apparaît par fissuration des joints, souvent au point triple (Fig. 6).

Le tungstène à 850°C (0.3) et grande vitesse de déformation (15 l/l.s^{-1}) se comporte comme le molybdène à température homologue: formation de rides et rupture transcrystalline. Mais, à plus faible vitesse ($10^{-2} \text{ l/l.s}^{-1}$) se manifeste le processus de glissement aux joints entraînant la polygonisation, réservé aux

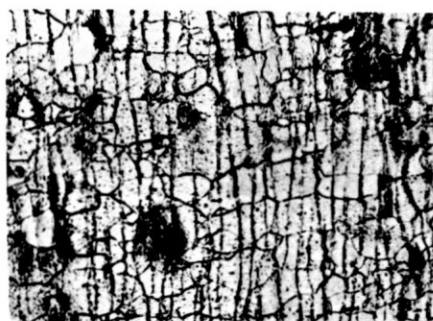


Fig. 3. Molybdène: plissements transcrystallins; traction rapide à 900°C. Attaque thermique, $G = 350$.

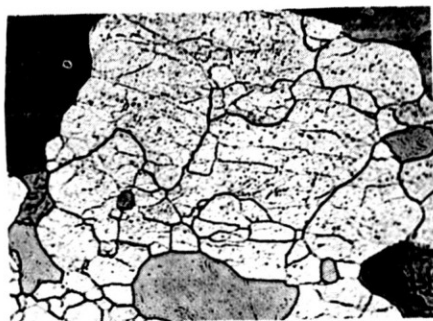


Fig. 4. Molybdène: polygonisation à 1300°C; polissage et attaque électrolytique, $G = 850$.

plus hautes températures pour le molybdène. La Fig. 7 montre, sur un échantillon de tungstène recristallisé à $2500^{\circ}\text{C}/2\text{ h}$ et déformé à 850°C et $2.5 \times 10^{-3}\text{ l/l.s}^{-1}$ de nombreux joints de polygonisation, joints de rotation autour de $\langle 100 \rangle$. Là aussi on constate une faible déformation de cisaillement intercrystallin, qui se produit avant la déformation des grains et ne contribue que très faiblement à la déformation totale. La profonde réorganisation du réseau est mise en évidence par des clichés de diffraction de rayons X (Fig. 8).

A 1950°C (0.6), même à grande vitesse de sollicitation, la déformation dans les grains prend de l'importance. Dans un monocristal, elle se traduit par des glissements croisés. La température élevée favorise les glissements sur un seul système de plans, convenablement orientés par rapport à la direction de la contrainte, puis, par suite de la rotation due à la déformation globale de l'éprouvette, un nouveau système de plans entre en jeu. En fluage lent, la température élevée et le temps disponible favorisent le mouvement et la condensation des lacunes aux joints de grain, où se forment les fissures. Ainsi, dans un échantillon recristallisé à $2500^{\circ}\text{C}/1\text{ h}$, la présence simultanée de gros grains entourés de grains de 0.05 mm , montre clairement, au cours d'un fluage à 1900°C et à $8 \times 10^{-5}\text{ l/l.s}^{-1}$, que tandis que les gros grains se déforment, les petits se fissurent aux joints. Les mouvements de lacunes, (diffusion en volume) permettent la

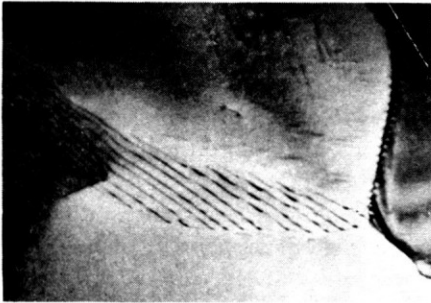


Fig. 5. Molybdène: sous-joints de flexion formés à 1200°C . Micrographie électronique directe, $G = 200\ 000$.

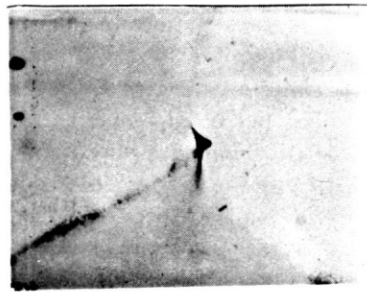


Fig. 6. Molybdène: fissure au point triple; fluage à 1420°C . Micrographie électronique par réplique au carbone; $G = 20\ 000$.

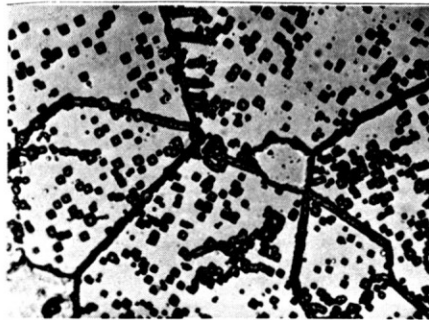


Fig. 7. Tungstène: Joints et sous-joints de rotation; fluage à 850°C . Attaque chimique, $G = 1\ 000$.

montée des dislocations coins qui donnent en surface des variations dimensionnelles visibles sous forme de vallonements des joints, figures déjà observées par Barnes⁴ après recuit d'un couple de diffusion cuivre-nickel. Dans notre cas (Fig. 9) l'analyse interférométrique a permis de préciser que ces vallonements intéressent un millier de plans atomiques environ.

Niobium et Tantale

Le comportement du niobium et du tantale (du groupe V A) se distingue nettement de celui du molybdène et du tungstène du groupe VI A, ce qui peut

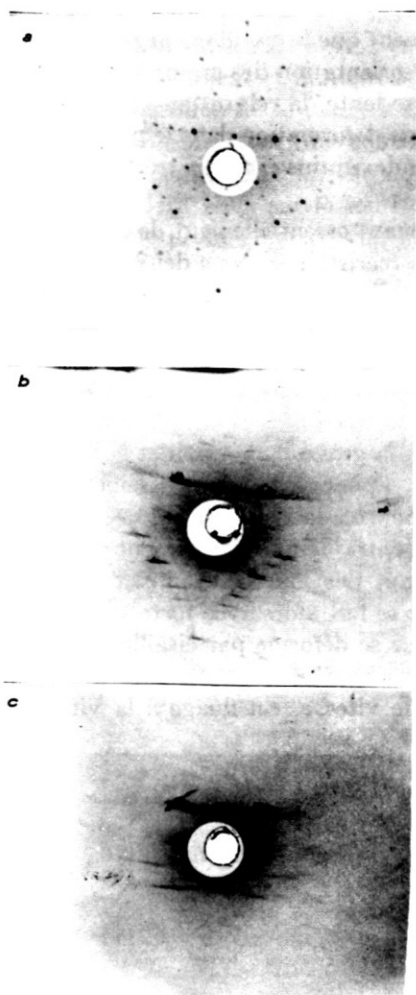


Fig. 8. Tungstène: Diagramme de Laue en retour. (a) monocristal avant essai; (b) le même, après essai à 850°C à 1 mm de la cassure; (c) près du bord de la cassure.

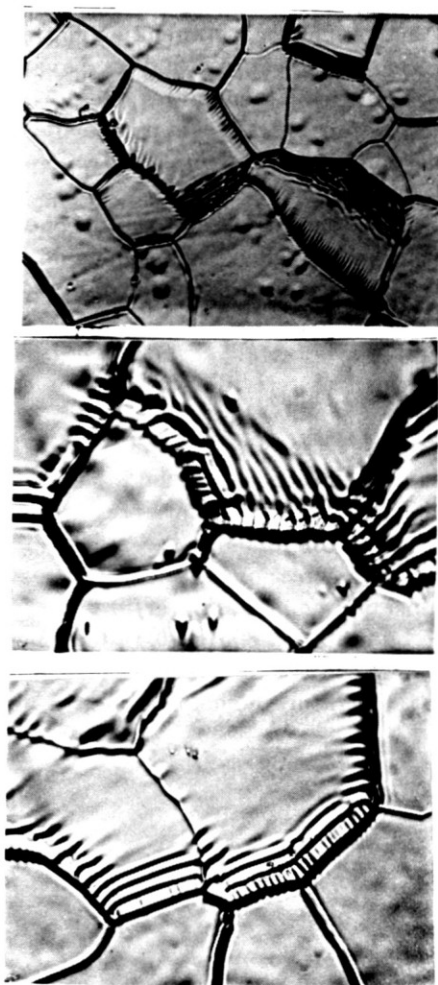


Fig. 9. Tungstène: perturbations aux joints; fluage lent à 1950°C. Voir texte.

s'interpréter, en partie du moins, par la plus grande solubilité des interstitiels dans le niobium et le tantale et un module de cisaillement plus faible. Les glissements dans les grains sont beaucoup plus faciles et la déformation par plissements sinueux traversant les joints ne s'observe plus à température homologue supérieure ou égale à 0.3.

Dans le niobium à 550°C (0.3) et grande vitesse de déformation (1 l/l.s⁻¹), apparaissent les glissements intercrystallins entraînant la polygonisation et la réorientation des sous-grains, comme dans le molybdène à plus haute température et plus faible vitesse de sollicitation. De plus, dans le fluage à 550°C et 8.5×10^{-6} l/l.s⁻¹, d'un échantillon de grosseur de grain de 0.1 mm recristallisé à 1700°C, l'analyse cinématographique montre clairement que le cisaillement provoque des plis aux joints après 2 h d'essai avec une désorientation des grains qui augmente pendant les 4 h suivantes. De plus, à vitesse lente, la relaxation plus facile des contraintes entraîne l'apparition de bandes de déformation dans le prolongement des joints cisailés (Fig. 10). La déformation des grains est alors très grande dans le sens de la contrainte.

Le caractère des ruptures dépend maintenant essentiellement de la vitesse de déformation: deux échantillons de niobium recristallisés tous deux à 1750°C et ayant la même grosseur de grain (0.1 mm), sollicités l'un à 2.5×10^{-4} l/l.s⁻¹ et l'autre à 8.5×10^{-6} donneront respectivement, le premier une rupture dans les grains avec un allongement total de 54%, et une forte striction, le second une rupture intercrystalline après 15% d'allongement seulement et une déformation de grains moyenne.

A plus haute température, quelle que soit la grosseur de grain et la vitesse de sollicitation entre 10^{-1} et 2×10^{-4} l/l.s⁻¹, apparaissent des glissements quasi rectilignes parallèles, orientés à 45° par rapport à la direction de la contrainte. De plus, une grande vitesse de sollicitation entraîne un basculement des joints; le fluage provoque un cisaillement important des joints devenus anélastiques ainsi qu'une migration (Fig. 11); la rupture se fait alors avec forte striction.

Le tantale à 800°C (0.3) et grande vitesse se déforme par cisaillement intergranulaire avec bandes de déformation, processus déjà rencontré dans le niobium à température homologue mais à plus faible vitesse. En fluage à la vitesse de

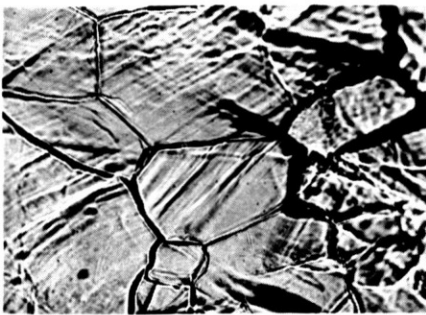


Fig. 10. Niobium: bandes de déformation; fluage à 550°C. Attaque thermique, $G = 500$.

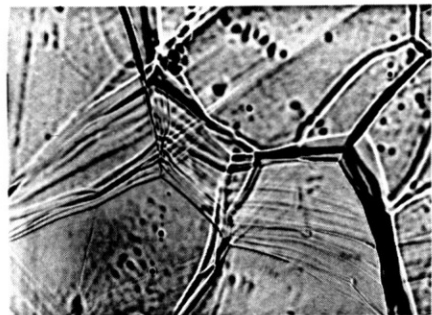


Fig. 11. Niobium: migration de joints; fluage à 1830°C. Attaque thermique, $G = 500$.

5×10^{-3} $1/l.s^{-1}$ la déformation se fait suivant le même mécanisme que dans le niobium à 0.6: glissements rectilignes souvent parallèles et à 45° de la direction de la contrainte (Fig. 12). En fluage plus lent, 8.5×10^{-6} $1/l.s^{-1}$ dans un échantillon recristallisé à $1800^\circ\text{C}/1$ h 30, on observe aussi une coalescence des trous dans les joints, produite par drainage des lacunes et entraînant la rupture dans ces joints (Fig. 13). Ce même essai, analysé sur film cinématographique montre que le cisaillement aux joints débute après 30 minutes d'essai, et entraîne un glissement intercrystallin suivi d'un basculement après 2 h d'essai.

A plus haute température (0.6), la rupture à grande vitesse (3.5 $1/l.s^{-1}$) se produit par écoulement dans le sens de la contrainte, avec forte striction (Fig. 14). Mais à vitesse lente ce sont encore les déformations et les trous dans les joints qui prédominent et limitent les allongements totaux de rupture (Fig. 15). Dans cet échantillon où le fluage s'effectue sous faible charge ($V = 1.5 \times 10^{-3}$ $1/l.s^{-1}$) la concentration de contrainte résultante est moins importante et entraîne par conséquent une flexion plus faible dans les grains voisins. La relaxation se fera alors sur le joint qui devient plastique: les bandes de déformation dans le prolongement d'un joint au point triple sont plus rares.



Fig. 12. Tantale: glissements intracristallins; fluage à 800°C . Attaque thermique, $G = 400$.



Fig. 13. Tantale: glissements multiples et fissures intercrystalline; fluage à 800°C . Attaque thermique, $G = 1\ 000$.

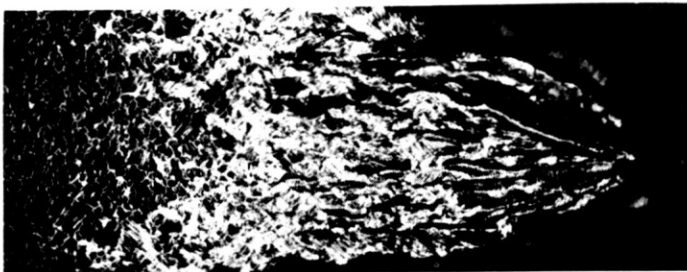


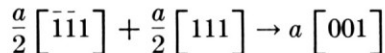
Fig. 14. Tantale: striction de rupture à 1700°C . Attaque thermique, $G = 80$.



Fig. 15. Tantale: cisaillement aux joints; fluage à 1700°C. Attaque thermique, $G = 1\ 000$.

DISCUSSION

La symétrie du réseau cubique centré fait que la cission réduite sur le plan de glissement actif est sensiblement égale à la cission sur les plans équivalents. On a pu ainsi observer, en particulier dans le molybdène et le tungstène des plissements traversant les joints et conduisant à une rupture intracristalline. Rappelons que ce phénomène se rencontre dans le molybdène à 600°C (0.3) à toutes vitesses de déformation, à 1450°C (0.6) à grande vitesse seulement et dans le tungstène à 850°C (0.3) et grande vitesse de déformation. Cottrell⁵ a proposé un mécanisme de formation de microfissures par blocage et accumulation de dislocations, non sur des joints de grains ou de macles, mais sur des dislocations $a[001]$ à l'intérieur des grains. Ces dislocations peuvent être formées facilement par la réaction de coalescence très favorable:



et la dislocation résultante, bien que non sessile, peut rester immobile et servir de barrière à des dislocations de glissement. Il reste à expliquer pourquoi, lors d'un empilement de dislocations ainsi bloquées, l'énergie élastique qu'elles apportent ne se résout pas en déformation plastique à leur voisinage, mais conduit aux fissures. Mott⁶ et Stroh⁷ font intervenir l'instabilité en traction (due aux éléments interstitiels) qui produit brusquement une avalanche de dislocations susceptibles, en se bloquant, de créer une fissure, avant que des dislocations voisines aient le temps d'entrer en action. Ce mécanisme ne faisant pas intervenir les joints ni la formation de macles, que nous n'avons jamais observée dans nos essais, semble pouvoir s'appliquer à ce type de rupture. En effet, l'énergie d'un joint de macle ou d'un défaut d'empilement est grande dans ces métaux, les dislocations dissociées sont rares et la propagation du glissement croisé facile. Ceci conduit aux *lignes ondulées* observées, *enjambant les joints de grains*, car le glissement a une grande probabilité de rencontrer dans le grain voisin un système de glissement favorablement orienté; on ne devrait donc pas s'attendre à des empilements de dislocations contre des joints de grains et de fait on ne les observe pas dans ces conditions d'essai du Mo et du W.

Dans les conditions de température et de vitesses favorisant une déformation plus importante, le molybdène plus tard que le tungstène, lui-même plus tard que le niobium, présentent un cisaillement aux joints suivi d'une polygonisation. De façon générale le cisaillement restera très faible dans les quatre métaux et sa contribution à l'allongement total du fluage insignifiante. Gifkins⁸ qui attribue au glissement intergranulaire un rôle important et donne un tableau de différents métaux où on trouve effectivement des taux

glissement aux joints
allongement total

allant jusqu'à 95%, ne peut produire pour les exemples du système cubique centré (fer, laiton β) que de pourcentages faibles, de l'ordre de 15% malgré le très gros grain. Toutefois, nous avons pu constater dans le tantale, dans un cas, un cisaillement aux joints important; il s'agissait alors d'un essai effectué sous très faible charge, ce qui a entraîné une concentration de contrainte moins importante, provoquant une moindre contrainte de flexion sur les parois du grain voisin. Le joint a acquis un comportement plastique et a pu ainsi largement participer à la relaxation. De plus, le cisaillement entre les grains, comme le montrent nos essais de fluage lent avec les quatre métaux, paraît intervenir avant la déformation des grains, qu'il entraîne, et non à la suite de cette déformation.

De façon plus générale, la déformation intracristalline caractéristique de la première période de fluage, qu'elle ait lieu avant ou à la suite d'un glissement aux joints, implique un mouvement de dislocations de courte distance: les possibilités de glissement simple sont vite épuisées et le glissement ne peut être compensé sans désorientation des grains sollicités. Cette désorientation entre blocs polygonisés va en s'accroissant pendant la période de fluage stationnaire et nos essais ont mis en évidence le rôle important joué par la polygonisation dans la déformation à chaud de ces métaux qui s'oppose à la propagation du cisaillement des joints d'origine.

Les vallonnements aux joints observés dans le tungstène en fluage à haute température sont la trace d'un glissement entre les grains, lié au mouvement des lacunes. Il s'agit donc là d'une diffusion en volume et non pas d'un effet de surface dû à l'attaque thermique. Le fait que la distance entre les vallons soit d'un ordre de grandeur voisin de la distance entre les bandes de glissement observées dans les grains voisins, permettrait de confirmer la possibilité que les mêmes sources de dislocations soient actives pour la montée et pour le glissement.

La différence de comportement du groupe molybdène-tungstène par rapport au groupe niobium-tantale, peut s'expliquer par les éléments interstitiels, plus solubles dans le groupe V que dans le groupe VI. La présence d'atmosphères de Cottrell est plus probable dans le molybdène et le tungstène, ce qui rend les glissements plus difficiles. Cependant la plus grande solubilité des interstitiels dans le tantale et le niobium permet d'expliquer l'absence de rupture fragile à l'ambiante dans ces métaux recristallisés. En effet, nous avons pu observer dans le molybdène et le tungstène, essayés à l'ambiante, des ruptures fragiles sans

déformation, dues probablement à la ségrégation d'impuretés aux joints (Fig. 16). Par contre, dans le niobium et le tantale, des essais faits dans les mêmes conditions n'ont jamais provoqué ce type de rupture, la plus grande solubilité des éléments étrangers dans la matrice, évitant la ségrégation aux joints.

Nous avons pu observer des glissements rectilignes dans les essais fait sur le tantale à 800°C, le niobium à 1300°C et le tungstène à 1950°C mais jamais sur le molybdène où les glissements observés avaient toujours l'aspect sinueux donc intéressant un grand nombre de plans de glissement. Ce fait peut s'expliquer par la texture. Déjà Andrade⁹ a signalé que les plans actifs, dans les métaux du système cubique centré, changent avec la température; en particulier les plans de glissement favorisés du molybdène seraient (112) pour des températures correspondant à des rapports homologues < 0.24 et (110) pour des valeurs de ce rapport de 0.26 à 0.50.

Plus récemment, Pugh et Hibbard¹⁰ ont montré que si dans le tantale la texture de laminage était essentiellement {112} <011> contenant les composantes {100} <011> et {111} <112>, au cours du revenu ultérieur les systèmes {112} <011> et {100} <011> disparaissent au profit de {111} <112> qui reste ainsi la seule texture de recristallisation. On comprend ainsi que le glissement à chaud se fasse essentiellement sur (110) dans la direction [111] ce qui évidemment favorise un glissement rectiligne.

Pour terminer, nous avons pu voir que la grosseur de grain s'efface devant une autre conséquence d'un traitement à haute température, à savoir la nature des joints. Dans deux séries d'essai sur du molybdène recristallé, respectivement à 1300 et 2000°C, et ayant la même grosseur de grain, le métal recristallisé à température plus élevée avait un comportement plus "résistant," moins déformable. Or la haute température du traitement, en éliminant préférentiellement les joints séparant des grains fortement désorientés, c'est à dire plus riches en lacunes, rendent plus difficile la montée des dislocations, donc les glissements deviennent plus difficiles.



Fig. 16. Tungstène: décohesion intergranulaire; rupture à l'ambiante; $G = 200$.

CONCLUSION

La déformation par glissement de ces métaux cubiques centrés est relativement difficile. Le cisaillement aux joints, qui précède la déformation transcristalline constitue une faible part de la déformation totale, car il est vite limité par la polygonisation qu'il entraîne. La migration des joints de grains intervient en dernier lieu, aux températures très élevées, par suite de la grande énergie d'activation requise.

Si la germination des fissures de rupture reste toujours d'interprétation difficile, la théorie des dislocations permet d'expliquer leur évolution en fonction de la température, de la vitesse de déformation et de la nature des joints du matériau. On passe de la rupture transcristalline à la rupture intercristalline en élevant la température ou en diminuant la vitesse de déformation; les joints entourant les grains plus petits se fissurent préférentiellement aux plus grands. Lorsque la mobilité des défauts est entravée (température ou durée insuffisantes, joint à petit angle, ou parcours dans les gros grains trop importants, présence d'éléments interstitiels), la déformation reste localisée à l'intérieur des grains.

L'examen d'ensemble du comportement des quatre métaux, dans l'ordre molybdène, tungstène, niobium, tantale montre que les mêmes mécanismes s'y retrouvent, mais décalés vers des températures plus basses et des vitesses de déformation plus rapides, à mesure que l'on progresse du molybdène au tantale. Ceci permet d'établir un critère plus général de "ductilité" que la simple notion usuelle de variation dimensionnelle à la rupture, et qui va en croissant dans l'ordre molybdène, tungstène, niobium, tantale.

REFERENCES

1. Lambot, H., L. Vassamillet, et J. Dejace, *Acta Met.* 1, 1953, p. 711.
2. Bibring, H., G. Lenoir, et F. Sebilleau, *Journées Met. d'Automne Paris*, 1957; *Rev. Met.* 56, 3, 1959, p. 279.
3. Bibring, H., et F. Girard, Film ONERA No. 358 OM, 1962.
4. Barnes, R. S., *Report Conf. Defects in Cryst. Solids*, Bristol, 1954, p. 359.
5. Cottrell, A. H., *Trans. A.I.M.E.* 212, 1958, p. 192.
6. Mott, N. F., *J. Iron & Steel Inst.* 183, 1956, p. 233.
7. Stroh, A. N., *Adv. in Phys.* 6, 1957, p. 418.
8. Gifkins, A. C., *Proc. Int. Conf. At. Mech. Fract.*, Swampscott, 1959, p. 579.
9. Andrade, E. N. da C., *Proc. Phys. Soc.* 52/1, 1940, p. 289.
10. Pugh, J. W., et W. R. Hibbard, *Trans. A.S.M.*, 46, 1956, p. 526.