

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université Mohamed El Bachir EL IBRAHIMI de Bordj Bou Arreridj
Faculté des Sciences et de la Technologie
Département Sciences de la Matière



Mémoire de fin d'études en vue de l'obtention du diplôme de Master
Filière : Physique des Matériaux

Effet du traitement thermique sur le graphite compressé

Préparé par : Nassira BENDJEDDI

Soutenu publiquement le : 23/06/2024

Membres du jury :

Président:	N. LEBGA	M.C.A.	Univ. BBA
Encadreur:	N. BENCHIHEUB	M.C.A.	Univ. BBA
Examineur:	N. GRAR	M.C.A.	Univ. BBA
Examineur:	D. REDAOUI	M.A.B.	Univ. BBA

Année Universitaire : 2023/2024

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Remerciements

Je remercie avant tout ALLAH, l'Élevé, le plus puissant, qui m'a offert la volonté et la santé, et m'a aidé à réaliser et à accomplir ce travail.

Je tiens tout d'abord à exprimer ma profonde gratitude à ma directrice de mémoire, Madame N. Benchiheb, pour son encadrement, sa patience et sa confiance tout au long de ce travail de recherche. Ses précieux conseils, son expertise et son soutien inébranlable ont été d'une aide inestimable et ont grandement contribué à l'aboutissement de ce projet.

Merci également aux membres du jury de ma soutenance de mémoire pour avoir accepté de faire partie du jury. Leurs remarques et suggestions ont été précieuses et m'ont permis d'en améliorer la qualité.

Je remercie infiniment le responsable du laboratoire 10, I. Ziani, pour ses précieux conseils et son aide dans notre expérience au laboratoire de l'Université Mohammed Al-Bachir Al-Ibrahimi.

Je remercie mes très chers parents, qui ont toujours été là pour moi. Je remercie mes sœurs et mes frères pour leurs encouragements, ainsi que mes chers amis pour leur soutien durant ces longues années

Dédicace

À celui que Dieu a paré de noblesse et de majesté... Celui qui m'a appris à donner sans rien attendre en retour... Celui dont je porte le nom avec fierté... Je prie pour que Dieu lui accorde Sa miséricorde et l'accepte parmi les martyrs. Vos paroles resteront mes étoiles guides pour l'éternité, mon cher père, que Dieu l'ait dans Sa miséricorde.

À mon ange pur, ma force après Dieu, mon soutien premier et éternel "ma mère", Je vous dédie cette réussite qui n'aurait pas vu le jour sans vos sacrifices. Je suis reconnaissante que Dieu vous ait choisie pour moi parmi les humains, ô mère, le Meilleur soutien et réconfort.

À mon appui et recours après Dieu, ma côte solide qui ne ploie pas, mes frères Sami et Hicham, que Dieu vous garde, meilleurs soutiens.

À mes sœurs, les bien-aimées de mon cœur Naima, Zina, Sabah, Ismahan, Afaf, vous êtes la lumière qui illumine ma vie et la source où je puise amour et tendresse, que Dieu vous préserve et vous protège.

Aux chers enfants de mes sœurs, Ayoub, Mehdi, Adam, Anis, Ibrahim, Firas, Haroun, Balkacem, Abderrezak et Abdelhai qu'Allah l'ait dans Sa miséricorde. À Maria, Sidra et la plus jeune petite-fille Hibatullwahab, que Dieu vous préserve et vous protège

Sommaire

Remerciements	
Dédicaces	
Sommaire	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Introduction générale	1

I. *Synthèse bibliographique*

I.1. Introduction.....	4
I.2. Histoire du crayon.....	4
I.3. Le graphite et ses propriétés	5
a) Propriétés physiques	6
b) Propriété lubrifiante.....	7
I.4. Types des crayons	7
a) Crayons graphite en bois	8
b) Crayons graphite sans bois	8
c) Crayons graphite compacts	8
I.5. Effet de la taille de la pointe sur l'écriture.....	9
I.6. Classification et propriétés des crayons graphites	10
I.7. Fabrication des crayons graphite	13
I.8. Quelques applications industrielles des crayons graphite.....	15
I.9. Conclusion	16

II. *Réalisation expérimentale et interprétation des résultats*

II.1. Introduction	18
II.2. Traitement thermique	18
II. 2. 1. Principe des méthodes de traitements thermiques.....	18
II. 2. 1. 1. Le chauffage de la pièce	18
a) Chauffage par transmission de la chaleur	19
b) Chauffage par induction de la chaleur dans la pièce.....	19
II. 2. 1. 2. Le maintien	19
II. 2. 1. 3. Le refroidissement	20

II.3. Les principaux types de traitements thermiques.....	20
a) Le recuit	20
b) La trempe.....	20
c) Le revenu	21
II.4. Procédé expérimentale	21
II.5. Traitement thermique.....	22
II.6. Résultats et discussions	23
II. 6. 1. L'analyse visuelle	23
II. 6. 2. Variation de la masse en fonction de la température du recuit	25
II.7. Conclusion	29
Conclusion générale	31
Bibliographies.....	33

Liste des figures

Figure I. 1 : Structure cristalline du graphite	6
Figure I. 2 : Crayon graphite en bois	8
Figure I. 3 : Crayon graphite sans bois.	8
Figure I. 4 : Crayon graphite compacte.	9
Figure I. 5 : Différentes valeurs des coefficients de distribution	9
Figure I. 6 : Fabrication des crayons en bois.....	14
Figure II. 1 : Chauffage par résistance et induction	19
Figure II. 2 : Cycle d'un traitement thermique.	20
Figure II. 3 : Les mines de graphite avant le traitement thermique	22
Figure II. 4 : Schéma du four	23
Figure II. 5 : Image des mines de graphite après un cycle de chauffage 50°C	24
Figure II. 6 : Image des mines de graphite après le cycle final 950°C.	25
Figure II. 7 : L'évolution de la masse des barreaux des crayons graphite en fonction de la température du recuit.....	26
Figure II. 8 : Dérivée de la masse en fonction de la température	27
Figure II.9 : Variation de la masse et sa dérivée pour tous les échantillons en fonction de la température	28

Liste des tableaux

Tableau I. 1 : Résistivité électrique du graphite (en Ohm.cm.10⁴) à température ambiante.....6

Tableau I. 2 : Classification des mines de graphite.12

Introduction
Générale

Introduction générale

Le graphite est un minéral cristallisant dans une structure hexagonale stratifié en feuillets d'atomes de carbone. ce matériau cache derrière lui des propriétés physiques et chimiques remarquables grâce à sa structure cristalline lamellaire et à la faible liaison de van der Waals; comme: une excellente conductivité électrique et thermique, une grande résistance à la chaleur; inerte chimiquement, stable face aux agents chimiques, très réfractaire, une bonne résistance aux chocs, récemment, une étude [1] a révélé que le graphite, pourrait présenter des propriétés de supraconductivité...etc. raisons pour lesquelles les produits à base de graphite sont appréciés dans de nombreux secteurs industriels comme: la métallurgie, l'automobile, les piles alcalines et également les mines des crayons.

Depuis des siècles, les crayons à mine de graphite sont des outils d'écriture et de dessin incontournables. Grâce à leurs performances exceptionnelles, les mines des crayons graphite ont fait le sujet de nombreuses études récentes [2-6] afin de trouver d'autres propriétés et nouvelles performances.

En investiguant expérimentalement différents types des mines selon leur degré de dureté ; qui dépend directement de la quantité du graphite que contient la mine. En revanche les mines des crayons sont classées sur une large gamme de duretés selon un code international allant de 9H (très dur) à 9B (très tendre). Dans la même optique, nous nous sommes concentrés dans ce mémoire de fin d'étude sur une étude approfondie de l'influence du traitement thermique par recuit sur les propriétés physiques des crayons graphite comprimé.

L'objectif principal est de comprendre les modifications structurelles, morphologiques et autres changements induits par l'élévation de la température afin d'optimiser les performances de ce matériau dans ses diverses applications industrielles. Ce mémoire s'agence en deux principaux chapitres :

Le premier chapitre constitue une synthèse bibliographique complète sur les crayons à mine de graphite. Les aspects théoriques du graphite, sa structure cristalline unique ainsi que ses propriétés intrinsèques sont détaillées. Les techniques de fabrication des crayons, la classification suivant les duretés de mines et leurs différents domaines d'utilisation sont également abordés.

Le second chapitre, décrit la méthodologie expérimentale suivie pour étudier l'impact du traitement thermique sur le graphite compact utilisé dans les crayons. Des échantillons de mines de graphite de duretés variées (2H, HB, 2B, 4B, 6B, 8B) ont été soigneusement préparés et soumis à des cycles de recuit à différentes températures allant de 100°C à 950°C sous atmosphère normale. La représentation, l'analyse et la discussion rigoureuse des résultats expérimentaux obtenus constituent le cœur de ce mémoire. Les évolutions significatives des propriétés physiques du graphite comprimé

en fonction de la température de traitement sont comparées aux données disponibles dans la littérature scientifique.

Enfin, une conclusion générale résume les principales avancées apportées par cette étude fondamentale.

Chapitre I :

*Synthèse
bibliographique*

I.1. Introduction :

Un crayon à mine de graphite communément appelé crayon de plomb est un instrument utilisé à la fois pour écrire et dessiner. Son processus de fabrication comprend plusieurs étapes, à commencer par le noyau appelé « mine », elle est confectionnée à partir de la poudre de graphite qu'on mélange à un liant argileux, à la fin, pour lui confère sa forme générale, la mine est enrobée par un tube en bois de même longueur servant de gaine protectrice. Ce stylet à sec assure un travail propre, enliassant des marques grises ou noires sur le papier. Actuellement, ce crayon graphite se décline sur différentes variantes à savoir : avec et sans bois, et aussi sous forme comprimé. Il est classé en fonction de ses propriétés de dureté [5], de 12H à 12B. Actuellement, la mine de ce stylet possède de bonnes propriétés physiques et chimiques la qualifiant d'être un bon candidat pour un usage industriel. Nous allons aborder d'une manière un peu détaillée ces notions dans les paragraphes suivants.

I.2. Histoire du crayon :

Au XVI^e siècle, bien avant l'avènement du crayon graphite en bois, l'homme dans cette période utilisait des stylets constitués d'une mine de plomb de pointe taillée insérée dans une manche en bois, permettant de graver le parchemin, le papyrus ou les tablettes de cire.

Après la découverte d'un gisement de graphite pur en 1564, la pointe métallique en plomb a été remplacée par le graphite. Étant que ce minerai ressemble au plomb, à cette époque on ne connaissait pas encore sa nature, ils appellent ce minerai **Plombagine** (sorte de Plomb)

Il fallait attendre la fin du XVIII^e siècle pour que le chimiste suédois Carl Wilhelm Scheele découvre que le graphite ne contient pas de plomb, mais il est une forme cristalline particulière du carbone. Son nom de "graphite", dérivé du verbe grec *graphein* qui signifie "écrire" revient au géologue allemand Abraham Gottlieb Werner qui lui a donné ce nom.

Le premier crayon graphite à l'état brut a été inventé par Joseph Hardmuth en 1792. Toutefois, le graphite adhère très mal au papier, et avec le temps, le dessin s'efface, en revanche, il est cher et rare. Pour surmonter ce problème, Nicolas-Jacques Conté a découvert 1794 une meilleure version de mine de graphite, il a créé une mine faite du graphite moulu, qu'il mélangea avec l'argile et la faire cuire, il remarqua que la dureté et les traces faites par les mines variaient selon la quantité de graphite et d'argile utilisée, ainsi que le temps qu'ils ont été cuits. Dès lors, le classement des mines des crayons graphites a vu le jour grâce à l'expérience de Conté.

Les premières versions industrielles de ces crayons en bois si caractéristiques, en été produisait en 1662, par la manufacture allemande Staedtler. Une révolution qui permit une production de masse et une large diffusion de cet instrument à travers l'Europe tout entière. Le crayon quittait l'ombre de l'artisanat pour s'installer durablement dans les foyers et les écoles.

Les progrès ne cessèrent de s'accumuler par la suite. En 1870, l'industriel américain Joseph Dixon inventa une machine capable d'assembler pas moins de 132 crayons à l'heure selon un procédé automatisé. Désormais accessibles au plus grand nombre, ses célèbres crayons devinrent indispensables à une multitude de corps de métier, des charpentiers aux soldats en pleine Guerre de Sécession.

Au XXe siècle, le crayon poursuivit son évolution, avec l'émergence du porte-mine dans les années 1980. Conservant le style du crayon de bois tout en intégrant une mine plus moderne.

Depuis 2018, de perfectionnés stylets numériques apparus sur le marché permettent désormais de tracer des traits, d'effacer ou de mélanger les couleurs sur écran avec la même dextérité qu'un crayon de papier. Et en 2024, les nouvelles technologies n'ont toujours pas réussi à détrôner ce fidèle compagnon. De récents stylets numériques hyper-précis permettent même une expérience d'écriture quasi-identique à celle offerte par le crayon à papier. Quelle que soit l'évolution des technologies, cet humble instrument millénaire semble voué à demeurer indétrônable.

I.3. Le graphite et ses propriétés :

Le graphite est un matériau allotropique du carbone ; c'est un matériau noir et opaque. Ce minerai existe sous deux formes principales : le graphite cristallin ; sa structure est formée d'atomes de carbone disposés en un motif hexagonal dans des plans parallèles faiblement liés les uns aux autres par des forces de van der Waals, ce qui lui confère ses propriétés de lubrifiant solide et de conducteur électrique [7], et le graphite amorphe a la structure désordonnée [8].

Le graphite cristallise selon deux systèmes :

– Système hexagonal, forme la plus répandue (90 % de tous les cristaux) où les feuillets élémentaires se disposent selon un ordre A-B-A-B (Figure I.1, A).

– Système rhomboédrique : beaucoup plus rare et moins stable aux conditions de température et pression ordinaires, où les feuillets élémentaires se répètent selon un ordre A-B-C-A-B-C (Figure I.1.B).

Les différents paramètres de la maille élémentaire sont donnés en figure I.1

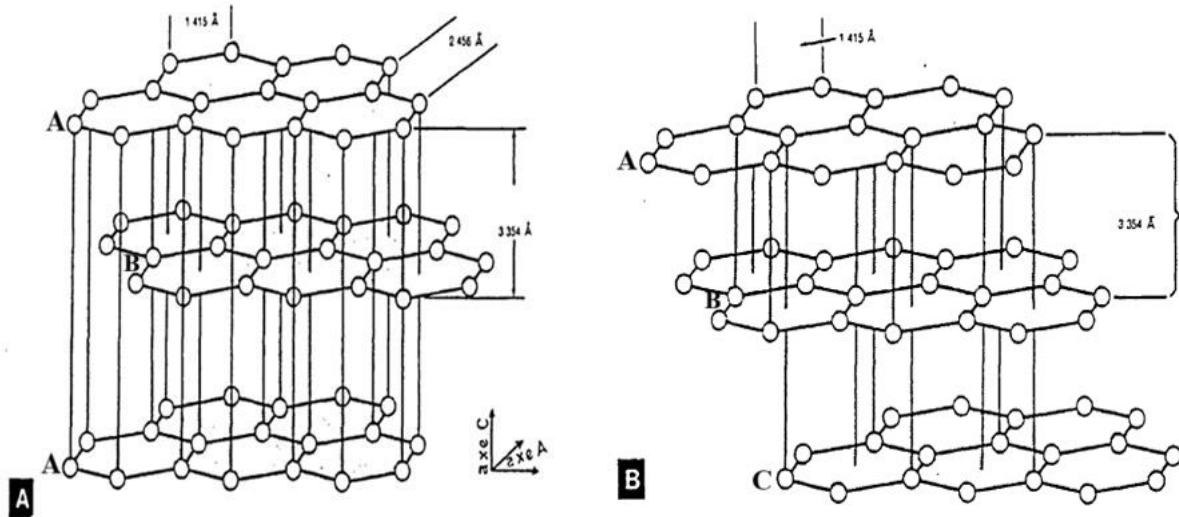


Figure I. 1 : Structure cristalline du graphite [9]

A : Forme hexagonale

B : Forme rhomboédrique

a) Propriétés physiques

Le graphite est un matériau réfractaire, il possède un point de fusion élevé (environ 3500°C) et une excellente résistance à la chaleur et aux produits chimiques [10].

- **Dureté** : Le graphite est un matériau très tendre avec une dureté comprise entre 1 et sur l'échelle de Mohs. Cette tendreté est due à la structure en couches du graphite, où Selon le livre "Chimie Inorganique" de Donald Shriver et al [11] :

"La tendreté et la dureté du graphite est attribuée à la présence de faibles liaisons de van der Waals entre les couches planes d'atomes de carbone hexagonaux, ces faibles liaisons permettant un glissement facile des couches les unes sur les autres sous l'action d'une force extérieure."

- **Densité** : varie entre 2,1 et 2,3 g/cm³ [3] selon le degré de cristallinité et de graphitisation.
- **Conductivité et résistivité** : considéré comme un excellent conducteur d'électricité . La résistivité du graphite (*résistivité = 1/conductivité*) est supérieure à celle du cuivre, même selon la direction la plus favorable le long des feuilletts élémentaires (axe A figure I.1.) (Tableau I.1).

Tableau I.1 : Résistivité électrique du graphite (en Ohm.cm.10⁴) à température ambiante [9]

	Monocristal	Graphite naturelle	Cuivre
Axe A	1	1 à 100	0.02
Axe C	10 ⁴	10 ⁴	

b) **Propriété lubrifiante** : le graphite est un excellent lubrifiant ; cette propriété est liée à deux facteurs : la faible cohérence entre les feuillets, lesquels glissent très facilement les uns par rapport aux autres, et la présence de gaz adsorbé sur les surfaces des feuillets (les qualités lubrifiantes disparaissent lorsque ces gaz sont enlevés sous vide).

Cette propriété est mesurée par le coefficient de friction statique μ_s (ratio des forces nécessaires pour provoquer des mouvements entre corps aux forces de pression s'exerçant sur ces corps). Pour le graphite naturel $\mu_s = 0,15$, valeur très basse, quasiment invariable à des températures de l'ordre de $1\ 000\ ^\circ C$.

• **Résistance à l'oxydation** : le taux d'oxydation (à l'air ou dans l'oxygène) varie en fonction de la dimension des particules et de la température. Certaines impuretés augmentent ce taux par effet de catalyse :

- **La diminution de taille** : des particules augmente le taux d'oxydation par l'augmentation des surfaces disponibles pour l'attaque par l'oxygène.
- **La température** : l'oxydation est imperceptible à $400\ ^\circ C$ et très rapide à $850\ ^\circ C$. C'est une réaction exothermique qui s'auto - entretient et peut devenir rapidement incontrôlable [9].

I.4.Types des crayons :

De nos jours, différents types de crayons destinés tant pour l'écriture que pour le dessin sont disponibles sur le marché. À savoir :

- Les crayons graphite : Constitués d'une mine de graphite mélangée à de l'argile, utilisés pour l'écriture et le croquis [12].
- Les crayons graphite plein : Composés uniquement de graphite comprimé, sans liant, pour un trait plus intense [13]
- Les crayons fusains : Faits de charbon de bois tendre, idéaux pour les ombres et les effets veloutés en dessin [14].
- Les crayons carbonés : Similaires aux fusains mais composés de charbon de branches et de coques, plus durs [15].
- Les crayons de couleur : Constitués de pigments mélangés à de la cire et de l'huile, pour un rendu coloré [16].
- Les crayons gras : Composés de cire, d'huile et de pigments, utilisés pour les effets pastels [17].
- Les crayons aquarelle : Crayons de couleur solubles dans l'eau, permettant des effets lavés [18].

- Le crayon sténographe : Crayon gras utilisé pour écrire sur des surfaces lisses comme le verre ou le plastique [19].
- Le crayon golf : Crayon gras servant à marquer les balles de golf [20].

Ces crayons se déclinent sous des formes géométriques diverses ; ils peuvent être triangulaires, hexagonales, rondes et pliables (plastique flexible) [13]. Parmi cette gamme étendue de modèles, notre étude se focalisera sur le crayon graphite, faisant le sujet essentiel de notre mémoire. Au sein de cette catégorie, on distingue les variantes suivantes...

a) Crayons graphite en bois :

Il s'agit des crayons graphite traditionnels couramment utilisés. Ils sont constitués d'une mine de graphite enrobée dans un corps en bois, généralement du cèdre. Le bois offre une prise en main confortable et familière [12].



Figure I. 2 : Crayon graphite en bois

b) Crayons graphite sans bois :

Ces crayons sont dépourvus du corps en bois traditionnel. La mine de graphite est généralement plus dense et compacte, car elle est comprimée à très haute pression sans liant. Elle est enrobée dans un revêtement en plastique, en laque ou en autre matériau synthétique. Ils sont souvent plus résistants et durables que les crayons en bois. Leur conception sans bois les rend également faciles à tailler en pointe très fine, idéale pour les travaux de précision [13,21].



Figure I. 3 : Crayon graphite sans bois

c) Crayons graphite compacts :

Ces crayons sont conçus pour être plus courts et plus épais que les crayons standards. Leur format compact et robuste les rend pratiques à transporter et à utiliser, notamment pour les artistes en déplacement. Malgré leur taille réduite, ils offrent les mêmes performances que les crayons graphite classiques en termes de nuances et de textures. La mine est généralement composée de graphite très dense, obtenu par compression à haute pression sans liant, ce qui leur confère une excellente

résistance à l'érosion et à la rupture. De plus, leur corps épais procure une prise en main ferme et confortable, idéale pour les gros travaux d'ombrage et de hachures appuyées [15,21].



Figure I. 4 : Crayon graphite compacte

I. 5. Effet de la taille de la pointe sur l'écriture :

Le point commun entre les différents modèles des crayons graphite abordés dans la section précédente, est qu'ils laissent des marques différentes sur le papier, cette trace dépend fortement de la surface de la pointe du crayon. On se Basant sur l'étude présentée par M. C. Sousa et J. W. Buchanan dans leur papier [22] on peut expliquer cette proportionnalité. Les auteurs dans ce travail, ont examiné la répartition de la quantité du graphite déposé sur le papier en fonction des coefficients de distribution de la pression (C et C_i), dont C représente le centre du polygone de la pointe tan disque C_i désigne les sommets du polygone. Ils ont trouvé que plus la pression est répartie sur une grande zone de la surface de la pointe c'est-à-dire la valeur de C se rapproche de la valeur 1, plus la surface de la mine en contact direct avec le papier est grande, entraînant le dépôt d'avantage d'une quantité de graphite sur le papier et une trace large.

A l'inverse, si la pression est concentrée sur une petite zone de la surface de la pointe de la mine, c'est-à-dire la valeur de C tend vers la valeur 0, la surface en contact est réduite, entraînant une faible quantité du graphite adhéree sur le papier avec une trace plus fine.

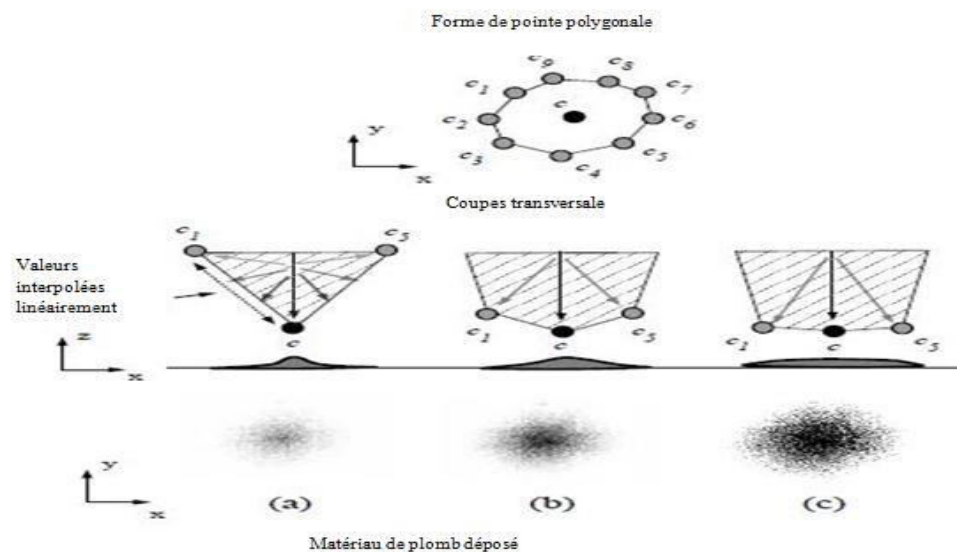


Figure I. 5 : Différentes valeurs des coefficients de distribution [22]

I. 6. Classification et propriétés des crayons graphites :

Les crayons graphite sont classés selon leur dureté en quatre catégories principales basées sur leur composition en argile et en graphite [12]. Les crayons H (Hard) ont une teneur plus élevée en argile, les rendant durs et gris. À l'inverse, les crayons B (Black) ont une plus grande teneur en graphite, les rendant tendres et noirs. Une catégorie intermédiaire est celle des crayons HB (Hard and Black) qui combinent une dureté modérée grâce à l'argile et une couleur noire intense grâce au graphite. Enfin, les crayons F (Fine Point) ont une teneur moyenne en graphite, leur conférant une dureté moyenne et une couleur gris foncé [23]. Cette classification permet aux artistes et dessinateurs de choisir le crayon adapté à l'effet souhaité, des tracés fins avec les crayons durs aux ombres intenses avec les crayons tendres.

Ces crayons sont disponibles dans une large gamme de degrés de dureté différente ou de tendresse désigné par des numéros associés à des lettres en majuscule : Ex. 4H, 6B. Elle est due à la proportion d'argile céramique y inclus. Plus la quantité d'argile est faible plus le crayon est doux, plus elle est importante, le crayon est donc dur.

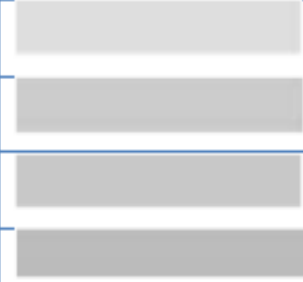



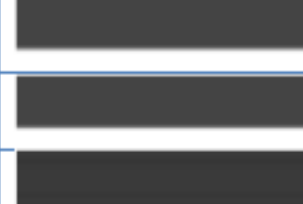

Les crayons graphite ont plusieurs propriétés qui les rendent populaires et polyvalents. En plus de leur dureté réglable comme on l'a déjà mentionnée ; ils présentent également ;

- **Une Facilité d'effacement** : le crayon graphite a une texture lisse qui facilite l'effacement des traces laissées sur le papier avec une gomme à effacer, permettant ainsi des corrections rapides et précises.
- **Une Précision du trait** : Par ailleurs, il offre une grande précision dans les traits, ce qui les rend idéaux dans les domaines techniques tels que l'architecture, le design industriel et l'ingénierie, où ils servent à tracer des plans, des schémas et des croquis détaillés, l'écriture fine et d'autres tâches nécessitant un contrôle précis.
- **Une Durabilité** : le crayon graphite est relativement solide et durable, ce qui lui permet de résister à une utilisation régulière sans se casser facilement.
- **Une Longévité** : en raison de sa capacité à être affûté et de sa mine remplaçable (dans le cas des porte-mines et des crayons mécaniques), les crayons graphite ont une durée de vie prolongée, offrant ainsi une utilisation à long terme.
- **Ils sont non toxiques** : Contrairement à certains autres médiums de dessin, le graphite est non toxique et sans danger pour une utilisation quotidienne.

▪ **Et Polyvalent :** le crayon à mine de graphite peut être utilisé sur une variété de supports, notamment le papier, le carton, le bois et même le plastique, cette propriété de polyvalence les rend adaptés à une large gamme d'applications artistiques et professionnelles.

Ces propriétés font des crayons graphite un outil essentiel pour les artistes, les étudiants, les professionnels et toute personne qui a besoin d'écrire ou de dessiner avec précision et fiabilité. Ce stilet est classé sur une échelle de dureté croissante allant des duretés douces (B) aux duretés dures (H), ce qui permet aux utilisateurs de choisir le crayon adapté à leurs besoins spécifiques en termes de traits clairs ou sombres comme le montre le tableau ci-dessous.

Tableau I. 2 : Classification des mines de graphite

Catégorie des mines	Classification	Trace	Usages particuliers
9H 8H 7H 6H	Extra dure		- Litographie -cartographie -xytography
5H 4H 3H	Très dure		Plans techniques détaillés et représentations graphiques
2H H	Dure		Dessins techniques et mathématique
F HB	Moyenne		Ecriture et dessin linéaire
B 2B 3B	Tendre		Écriture et dessin à main levée
4B 5B 6B 7B 8B 9B	Très tendre		Pour des raisons artistiques, et esquisses, Etudes et projets

I. 7. Fabrication des crayons graphite :

La conception des crayons en graphite passe par plusieurs étapes délicates (voir Figure I.6). Elle consiste initialement par la fabrication de la mine de crayon qui est un processus complexe et se déroule en plusieurs étapes minutieuses et se termine par le façonnage de crayon.

- **Préparation des ingrédients :** Le graphite en poudre et l'argile sont méticuleusement dosés et mélangés avec de l'eau pour obtenir une pâte homogène, dont la composition varie selon les caractéristiques désirées [12]. Le liant joue un rôle crucial dans la formation d'une liaison solide entre les particules de graphite et d'argile lors de la préparation des matériaux. Cela contribue à maintenir l'intégrité structurale tout au long du processus de fabrication et de l'utilisation ultérieure. Le choix du liant varie en fonction des caractéristiques recherchées pour le produit final et peut inclure l'utilisation de résines organiques telles que les résines époxy ou phénoliques [21].

- **Façonnage des mines :** La pâte est ensuite soumise à des presses spéciales pour être transformée en bâtonnets fins, qui sont ensuite coupés avec précision à la longueur souhaitée.

- **Séchage méticuleux :** Les mines ainsi obtenues sont délicatement disposées pour sécher à l'air libre ou dans des fours spécialement conçus, garantissant l'élimination complète de toute trace d'humidité.

- **Cuisson à haute température :** Les mines sont ensuite soumises à des températures extrêmement élevées dans des fours spécialisés, où elles subissent une transformation chimique cruciale, renforçant ainsi leur structure et éliminant les composants organiques indésirables [24].

- **Vernissage :** Certaines mines subissent un processus de vernissage pour renforcer leur résistance à l'eau et à l'usure.

- **Insertion des mines dans les plaquettes :** Une fois les mines préparées, la gaine du crayon prend forme à partir de plaquettes de bois soigneusement sélectionnées, généralement du cèdre à encens pour sa texture raffinée et sa facilité de taille. Les plaquettes sont méticuleusement rainurées par une lame afin d'accueillir les mines. Cependant, avant de placer les mines dans les plaquettes, elles sont d'abord remplies de colle permettant la fixation des mines dans le crayon. Par la suite les mines sont disposées sur la moitié inférieure de planchette, à la fin, la deuxième moitié de la plaque est déposée sur les mines, en formant un sandwich.

- **Découpage :** Les crayons ainsi formés sont ensuite découpés et façonnés en cylindres élégants ou en baguettes hexagonales, avant de recevoir plusieurs couches de peinture et vernis [20].

• **Finition artisanale** : Enfin, l'autre extrémité peut être agrémentée d'une gomme délicate, d'un embout métallique raffiné ou simplement laissée telle quelle, l'autre extrémité du crayon sera aiguisée.

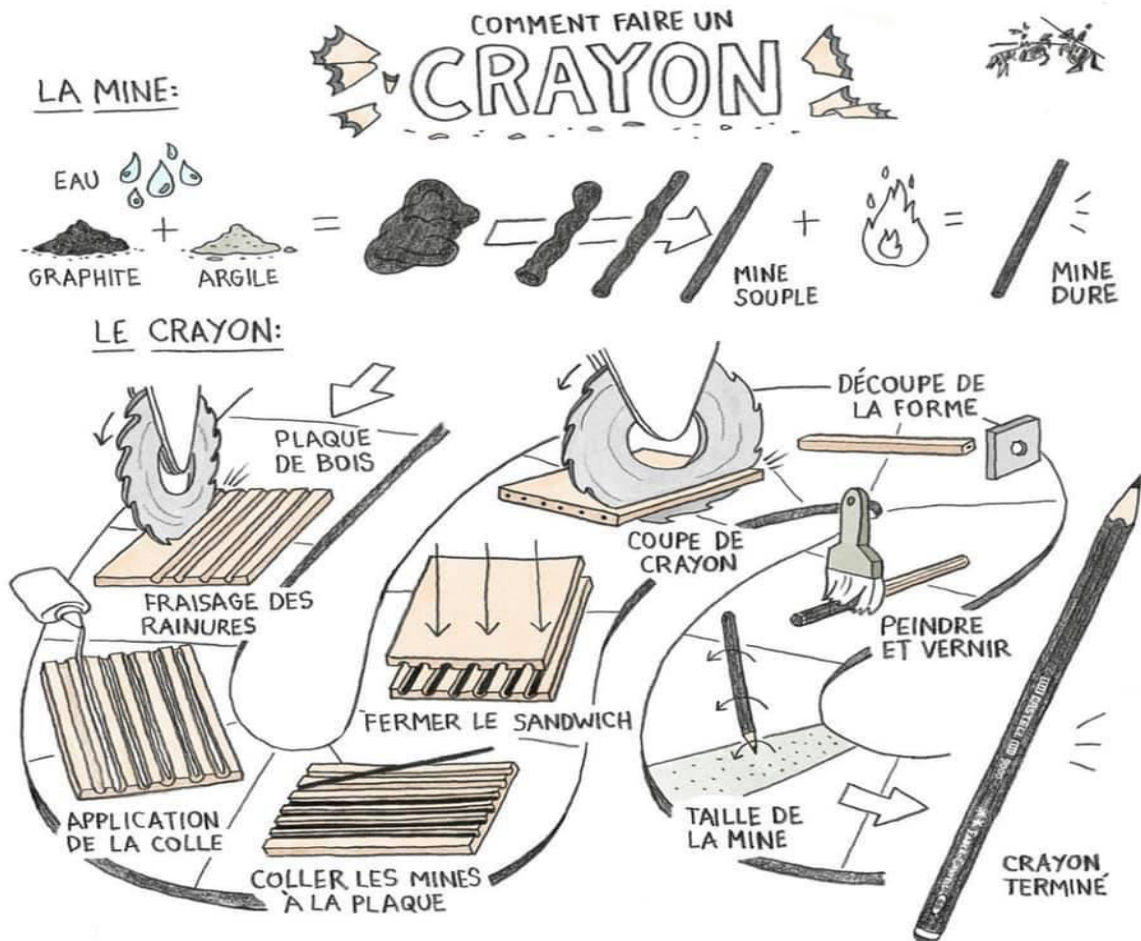


Figure I. 6 : Fabrication des crayons en bois [26].

Les crayons de graphite traditionnels sont fabriqués en insérant une mine de graphite comprimée dans un manchon en bois. Cependant, les crayons de graphite comprimé sans bois suivent un processus différent [21.9] :

- La poudre de graphite est mélangée avec un liant comme de l'argile ou d'autres composés minéraux
- Ce mélange est comprimé à très haute pression pour former des bâtonnets solides de graphite comprimé
- Ces bâtonnets sont ensuite coupés en segments pour former les mines sans manchon en bois

La principale différence est l'absence de manchon en bois, ce qui rend ces crayons plus robustes et adaptés aux usages industriels intensifs. Le processus de compression à haute pression augmente également la densité du graphite par rapport aux crayons traditionnels [24.27].

I. 8. Quelques applications industrielles des crayons graphite :

Au-delà d'un simple crayon utilisé pour écrire et dessiner, les mines de graphite sont très riches en carbone et ont trouvés d'autres applications industrielles intéressante, exploitant leurs propriétés de lubrification inhérentes, leur conduction thermique et électrique, ainsi que leur dureté et leur inertie chimique,...etc.

- Ils sont employés par exemple pour lubrifier des pièces métalliques, des joints, des chaînes, les balais de carbone pour les moteurs électriques, les réfractaires, et la métallurgie des poudres de fer [12]. etc.
- Les mines hautement concentrées au graphite (par exemple B) leur en fait un bon conducteur électrique [28]. Ils sont parfois utilisés dans les systèmes de stockage électrochimique, comme les électrodes, batteries ou piles à combustible [10].
- De nos jours, le crayon graphite est utilisé pour tester la dureté (test Wolff-Wilborn) des revêtements ou des laques par mesure des rayures superficielles engendrées [29].
- Les poudres de graphite issues des mines des crayons peuvent être mélangées à des peintures ou enduits, cela leur confère des propriétés lubrifiantes, une résistance à la chaleur et une couleur noire intense [30.31].
- Il sert d'agent de démoulage et de séparateur dans certains procédés de moulage et de fonderie [7].
- Les mines peuvent être transformées en craies grasses utilisées pour le marquage temporaire sur surfaces métalliques ou autres.

I. 9. Conclusion :

Les crayons à mine de graphite sont des instruments simples mais polyvalents qui ont traversé les siècles et continuent de jouer un rôle essentiel dans de nombreux domaines. Malgré l'avènement des technologies numériques, ces petits bâtonnets de graphite enrobés de bois ou de matériaux modernes conservent une place de choix dans le monde de l'art, du design et de l'écriture. Le crayon graphite est un témoignage de l'ingéniosité humaine à transformer un matériau naturel en un outil polyvalent et durable, capable de transcender les époques et les modes, et de continuer à inspirer la créativité des générations futures.

Chapitre II :
*Réalisation
expérimentale et
interprétation des
résultats*

II. 1. Introduction :

Ce chapitre est consacré à la réalisation expérimentale du travail proposé dans ce mémoire. Dont l'objectif est d'étudier l'effet du recuit thermique sur les propriétés physiques du graphite à travers le crayon graphite compact. Mais avant de commencer une mise en évidence détaillée de la technique de traitement thermique par recuit est indispensable et nécessaire pour comprendre le procédé expérimental suivi lors de ce travail.

Le recuit a été réalisée à des températures différentes qui varient de $100^{\circ}C$ à $950^{\circ}C$ sur différentes qualités de crayons graphite compacts préalablement usinés. Les échantillons étudiés sont de dureté différente ; dure (2H), moyenne (HB) et tendre (2B, 4B, 6B et 8B).

Les différents cycles de chauffe ont permis d'observer des modifications sur les propriétés physiques des crayons graphite compact induites par la variation de température. Les résultats obtenus sont ensuite discutés et soigneusement analysés. Ils sont quasi conformes aux autres travaux déjà publiés.

II. 2. Traitement thermique :

Les techniques de traitement thermique sont variées, Le traitement thermique est un procédé qui consiste à chauffer et refroidir les métaux dans le but de modifier leurs propriétés mécaniques, physiques ou leur structure métallurgique [32]. Son principe consiste à soumettre la pièce à une succession de chauffages à des températures spécifiques supérieures aux températures de transformation du matériau. Elles permettent une modification des propriétés des matériaux à savoir : augmenter considérablement la dureté et la résistance mécanique [33], améliorer la ténacité, restaurer la ductilité après écrouissage, modifier la structure des alliages en contrôlant la formation des phases métallurgiques différentes dans les alliages, ce qui modifie leurs propriétés, relaxer les contraintes internes induites par des déformations plastiques ou des traitements antérieurs et améliorer la résistance à la corrosion par formation des couches superficielles plus résistantes à la corrosion, ...etc [34].

II. 2. 1. Principe des méthodes de traitements thermiques :

Les cycles de chauffage et les températures sont contrôlés avec précision [34]. Ce procédé comporte les étapes suivantes :

II. 2. 1. 1. Le chauffage de la pièce jusqu'à une température requise, elle doit être supérieure aux températures de transformation du matériau, permet de modifier la structure métallurgique du composé [35]. Cette transformation structurelle induite par le traitement thermique modifie les propriétés du métal ou de l'alliage, comme expliqué dans la référence [36] :

La température précise de chauffe est déterminée selon la nature du métal ou alliage, sa composition chimique et les propriétés métallurgiques visées après traitement thermique, comme l'indique [37].

a) **Chauffage par transmission de la chaleur** : il s'opère à l'intérieur du four ordinaire selon trois modes possibles :

- **Par conduction** : La pièce est chauffée contact avec le sol du four ;
- **Par convection** : Dans ce cas, la pièce est chauffée par la circulation d'un fluide chaud ; gaz ou liquide qui sèche la pièce en lui cédant une grande partie de la chaleur dépensée ;
- **Par rayonnement** : La chaleur absorbée par les parois du four est rayonnée vers la pièce qui l'absorbe.

Dans la majorité des cas, le chauffage des pièces à l'intérieure du four, est effectué simultanément par convection et rayonnement jusqu'à la température requise, étant l'apport de chaleur est le plus important. Cependant la pièce ne reçoit par conductibilité qu'une petite quantité de la chaleur dépensée.

b) **Chauffage par induction de la chaleur dans la pièce** :

La pièce est chauffée en créant dans cette dernière un flux de courant, soit par l'utilisation de la pièce comme conducteur dans un circuit électrique (chauffage par résistance) ou l'emplacement de la pièce dans un champ variable (chauffage par induction) comme le montre les figures suivantes :

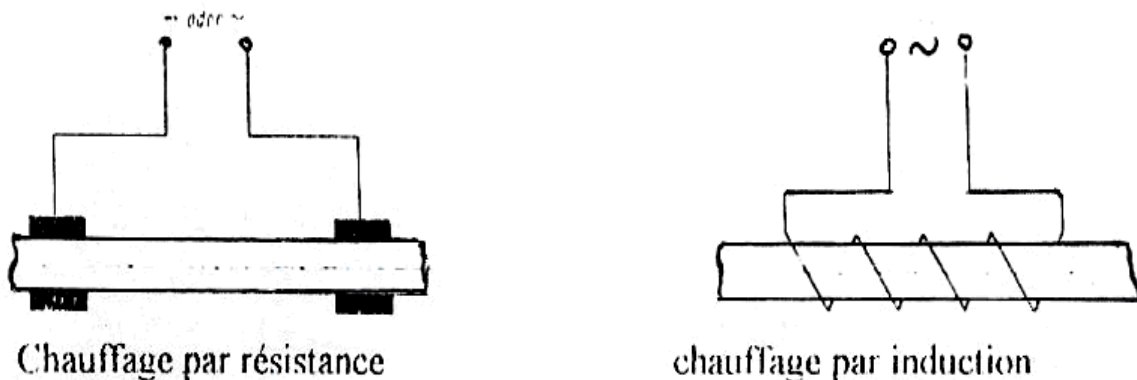


Figure II. 1 : Chauffage par résistance et induction [38]

II. 2. 1. 2. Le maintien :

Le maintien est une étape cruciale du cycle de traitement thermique après le chauffage de la pièce. Il consiste à maintenir la pièce à la température atteinte pendant un laps de temps précis [39]. Sa durée doit être suffisante pour permettre la transformation complète et homogène de la structure métallurgique dans la masse de la pièce. La durée de maintien dépend de nombreux facteurs comme la composition de l'alliage, la géométrie/taille de la pièce et la transformation de phase visée. Elle peut varier de quelques minutes à plusieurs heures voire jours [40].

II. 2. 1. 3. Le refroidissement :

Le refroidissement est l'étape finale du cycle de traitement thermique après le chauffage et le maintien [41]. Différentes vitesses sont utilisées selon le traitement souhaité : refroidissement lent à l'air pour un revenu, refroidissement accéléré dans un milieu comme l'huile ou un bain de sels pour une trempe, ou refroidissement ultra-rapide par courant d'air ou immersion pour une trempe à très haute vitesse [42]. La vitesse de refroidissement depuis la température de traitement impacte directement la cinétique des transformations de phases à l'état solide. Plus le refroidissement est rapide, plus les phases obtenues seront hors d'équilibre [43].

Le traitement thermique peut être représenté par un cycle illustré par la Figure II.2. Il comporte les trois phases :

- Un segment de ligne droite montant AB correspondant au chauffage de la pièce, jusqu'à la température désirée ;
- Un maintien de segment de droite horizontale BC où la pièce est chauffée pendant une durée déterminée.
- Le cycle du traitement thermique se termine par le refroidissement représenté par une ligne droite descendante CD, c'est la baisse en température.

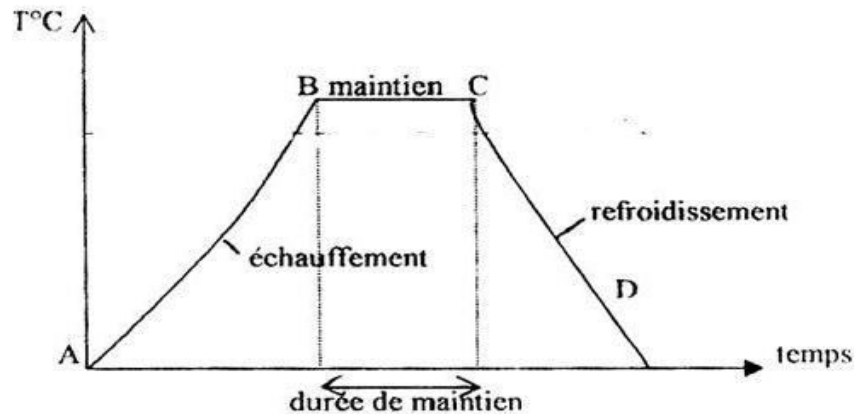


Figure II. 2 : Cycle d'un traitement thermique [38].

II. 3. Les principaux types de traitements thermiques :

Les principaux types de traitement thermique sont ; le recuit, la trempe et le revenu.

a) **Le recuit** : Ce traitement thermique consiste à chauffer la pièce jusqu'à la température désirée, ensuite le maintenir à cette température pour une durée précise, enfin le refroidir lentement [7]. Ce traitement est utilisé pour éliminer les tensions internes, améliorer la ductilité et la résistance à la corrosion.

b) **La trempe** : ce traitement consiste en un chauffage et un maintien à une température appropriée, suivi d'un refroidissement suffisamment rapide, généralement par immersion dans un liquide comme l'eau, l'huile ou un sel fondu. Contrairement au recuit qui implique un refroidissement lent, la trempe permet de figer une structure métastable à température ambiante qui n'existerait pas

normalement à l'équilibre. Ce processus modifie plusieurs propriétés dont la résistivité électrique qui peut être considérablement réduite, la dureté qui est augmentée, ainsi que l'induction de contraintes résiduelles dans le matériau en raison du refroidissement rapide [44].

c) Le revenu : est un traitement thermique complémentaire qui ne s'applique qu'aux pièces préalablement durcies par trempe, et doit être pratiqué immédiatement après celle-ci; il consiste à chauffer les pièces trempées à une température modérée, inférieure à la température de trempe initiale, pendant une durée déterminée afin de permettre un réarrangement contrôlé de la structure interne, puis à les refroidir lentement, ce qui permet de relaxer les contraintes résiduelles créées par la trempe, d'augmenter la résilience (capacité à absorber l'énergie) et de diminuer la limite d'élasticité de la pièce, lui conférant ainsi une meilleure résistance aux chocs et à la fatigue tout en conservant une dureté élevée [45].

II. 4. Procédé expérimentale :

Dans cette partie de ce travail, nous allons décrire le processus expérimental qu'on a suivi pour réaliser le traitement thermique sur le graphite, ce traitement réalisé dans les conditions atmosphériques normales. Nous avons sélectionnées six échantillons des crayons contenant une teneur en graphite différente 2H (60%), HB (68%), 2B (74%), 4B (79%), 6B (84%), 8B (90%) [17]. Les échantillons sont de forme de barreaux compacté de la marque TECHNO disponible sur le marché. Ces longs barreaux avec une section grande ; facilite la manipulation des échantillons dans les étapes de préparation dans le traitement thermique par rapport à d'autres modèle et également lors de leurs caractérisations.

• Préparation des échantillons :

Le protocole de préparation est le suivant :

- À l'aide d'un cutter en acier inoxydable préalablement nettoyé par l'Alcool, nous avons découpé six petits morceaux des mines de graphite d'environ 1.5 cm de longueur. Pour chaque modèle nous avons préparé deux échantillons dont l'un destinée pour subir le traitement thermique, l'autre échantillon est conservé comme référence pour la comparaison des résultats. A mentionner que le découpage peut engendrer des fissures invisibles dans les échantillons. Ces fissures se développent lors du traitement thermique et conduisent à la rupture des barreaux à des températures élevées.
- Les échantillons de graphite sont pesés individuellement à l'aide d'une balance de précision Sartorius d'une sensibilité de 0,0001 **g**. Les masses des échantillons sont soigneusement noté.
- Les échantillons préparés sont placés dans des creusets en porcelaine approprié préalablement nettoyer avec de l'alcool pour subir le traitement thermique par recuit, comme le montre la Figure II.3.

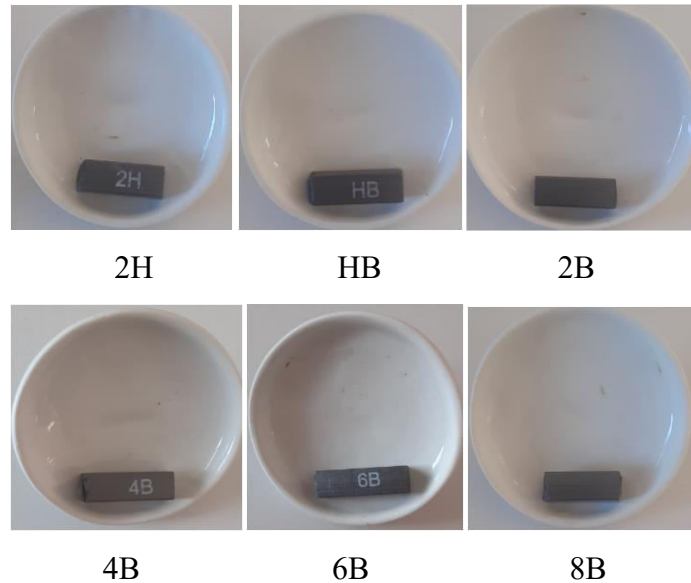


Figure II. 3 : Les mines de graphite avant le traitement thermique.

II. 5. Traitement thermique :

Les échantillons déjà préparés sont introduits dans un four en s'assurant d'un positionnement adéquat pour une libre circulation de l'air à l'intérieur de l'enceinte, ils vont subir plusieurs cycles de traitement thermique à partir de la température de $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ jusqu'à atteindre $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ avec un pas de $50\text{ }^{\circ}\text{C}$. Le four utilisé est de type Nabertherm (Figure ci-dessous) permettant d'obtenir une température uniforme, il est alimenté par une tension de 230V produisant une puissance de $1,8\text{ KW}$. Il est constitué d'une chambre isolée thermiquement et protégé extérieurement par une carcasse métallique. Les murs internes de four sont constitués des résistances métalliques destinée à produire la chaleur nécessaire pour le chauffage, dont la température maximale atteint est $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$. Afin d'assurer la régulation de la température de chauffage, la vitesse de chauffage et la durée de séjour.

Le cycle du traitement thermique comprend les trois étapes :

- Un chauffage lent avec une vitesse de montée d'environ $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$. pour prévenir tout choc thermique des échantillons à partir de la température ambiante jusqu'à la température requis ; notons qu'un chauffage rapide peut produire des fissures et étirages des pièces à la suite de la différence de dilatation de la couche extérieure et du cœur de la pièce où se créent des contraintes.

- Un maintien isotherme à cette température de traitement pour une durée de trois heures.
- Après ce maintien, les échantillons ont été laissés à se refroidir de manière naturelle et lente à l'intérieur du four. Jusqu'à atteindre la température ambiante.

Une fois refroidis, les échantillons ont été pesés après avoir été retirés du four.

Ce cycle complet a été répété, en augmentant le gradient de température de $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ à chaque itération, jusqu'à atteindre l'étape finale à $950\text{ }^{\circ}\text{C}$. À chaque itération, les changements subis par les échantillons ont été soigneusement consignés.



Figure II. 4 : Schéma du four

Etant donnée, la répartition de la chaleur est non uniforme, il existe toujours une différence de température dans les différentes parties de la pièce quel que soit le procédé de chauffage utilisé.

II. 6. Résultats et discussions :

Les observations visuelles et les pertes de masse lors du traitement thermique constituent les premiers indices des transformations subies par les échantillons traités.

II. 6. 1. L'analyse visuelle :

L'analyse visuelle est une technique simple mais utile pour observer des changements physiques majeurs. Après quelques cycles de traitement thermique, des changements visuels notables ont été observés sur les échantillons en graphite comme le montre la figure ci-dessous. Un début du changement de couleur a été remarquée sur les échantillons (2B, 4B, 6B, 8B et HB) et la couleur noire qui caractérise le graphite initial commence à disparaître à partir de la température de 650°C . À cette même température aucune modification de couleur n'a été constatée sur le 2H, toutefois il commence à changer de couleur qu'à partir de 700°C . Lorsque la température de chauffage atteint 950°C tous les échantillons finissent par prendre une couleur rouge brique et la teinte noire s'est complètement estompée, reflétant des modifications profondes subies par les échantillons. Ce changement de couleur s'explique par la disparition progressive du graphite qui est due à la combustion. Cette transformation est imputable aux réactions chimiques subies par le graphite avec l'oxygène O_2 de l'atmosphère du four ou de la vapeur d'eau [46] favorisant ainsi l'élimination du carbone à partir du graphite sous forme des gaz des oxydes de carbone CO_2 et CO , ainsi qu'aux interactions avec les autres phases minérales initialement présentes, conduisant à la formation de nouvelles phases cristallines au sein des matériaux traités thermiquement.

- Parallèlement au changement de couleur, une réduction significative du volume des échantillons a été observée en raison de la densification du matériau, phénomène s'accroissant au cours du traitement thermique. À 950°C où une modification complète de leur aspect s'est produite

et les petits morceaux ressemblent à la fin du processus à une brique, cela revient à la cuisson de l'argile présente dès le début dans les mines des crayons.

- Par ailleurs, une augmentation de la dureté (résistance à la rayure ou à la déformation) des échantillons (2B, 4B, 6B, 8B et HB) a été remarquée. Ces échantillons ont été tendres au début du traitement thermique et deviennent ductiles après. Cette propriété revient à la matière céramique formée durant le traitement thermique. En revanche la qualité 2H des crayons conserve plus au moins sa propriété de ductilité malgré le traitement thermique.

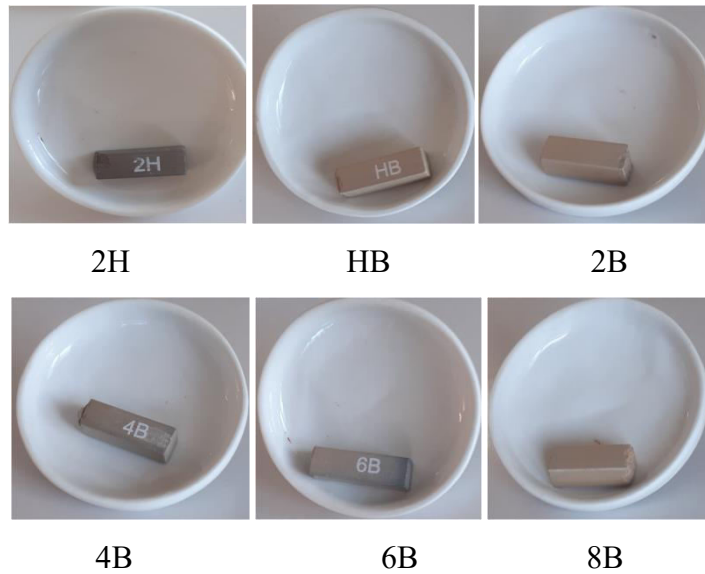


Figure II. 5 : Image des mines de graphite après un cycle de chauffage à 650°C

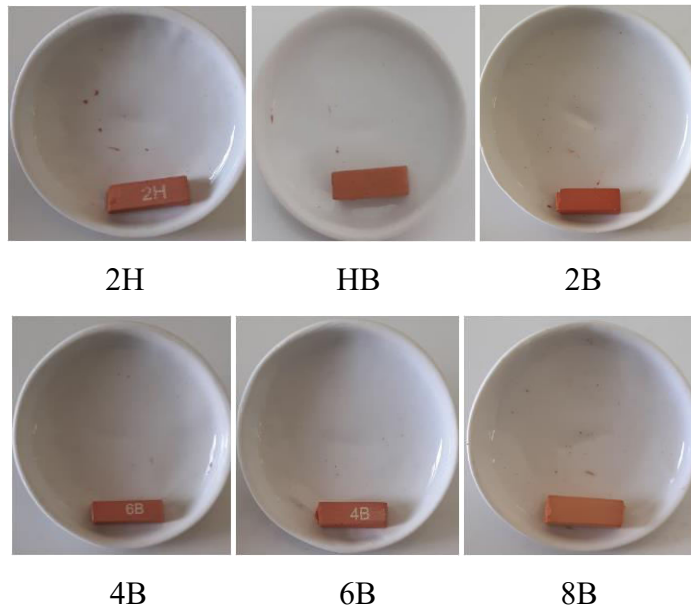


Figure II. 6 : Image des mines de graphite après le cycle final à 950°C

II. 6. 2. Variation de la masse en fonction de la température du recuit :

L'observation visuelle a été corroborée par une perte de masse mesurée pour chaque échantillon après chaque traitement. Pour confirmer la température de combustion du graphite et de transformation de l'argile contenus dans les mines de crayon ; des courbes tracer par le logiciel Origin ont été obtenues pour les barreaux des crayons graphite et sont présentées dans la figure II.7. L'analyse des courbes a révélé une faible décroissance de la masse dans un intervalle de température qui varie entre 450°C jusqu'à 550°C d'environ pour la gamme 2B, 4B, 6B, 8B et HB et se termine vers 600 °C d'environ pour l'échantillon 2H. On peut déduire que la teneur en matière de graphite que contient ces barreaux influent sur le point de transformation et de combustion du graphite. Cette variation en masse remonte au polymère qui existe en faible quantité dans les échantillons. Au-delà de ces températures limite qui marque la fin de la zone caractéristique au polymère ; une perte de masse importante a été observée pour chaque échantillon. Ceci peut être attribué à l'oxydation complète du graphite pour tous les échantillons et également une transformation d'une partie de la matière argileuse présente dans les crayons. Dans l'intervalle des températures allant de 100°C jusqu'à 400°C d'environ, une diminution très légère (au troisième chiffre après la virgule) a été noté ceci revient à la vapeur d'eau dégagée des échantillons traités.

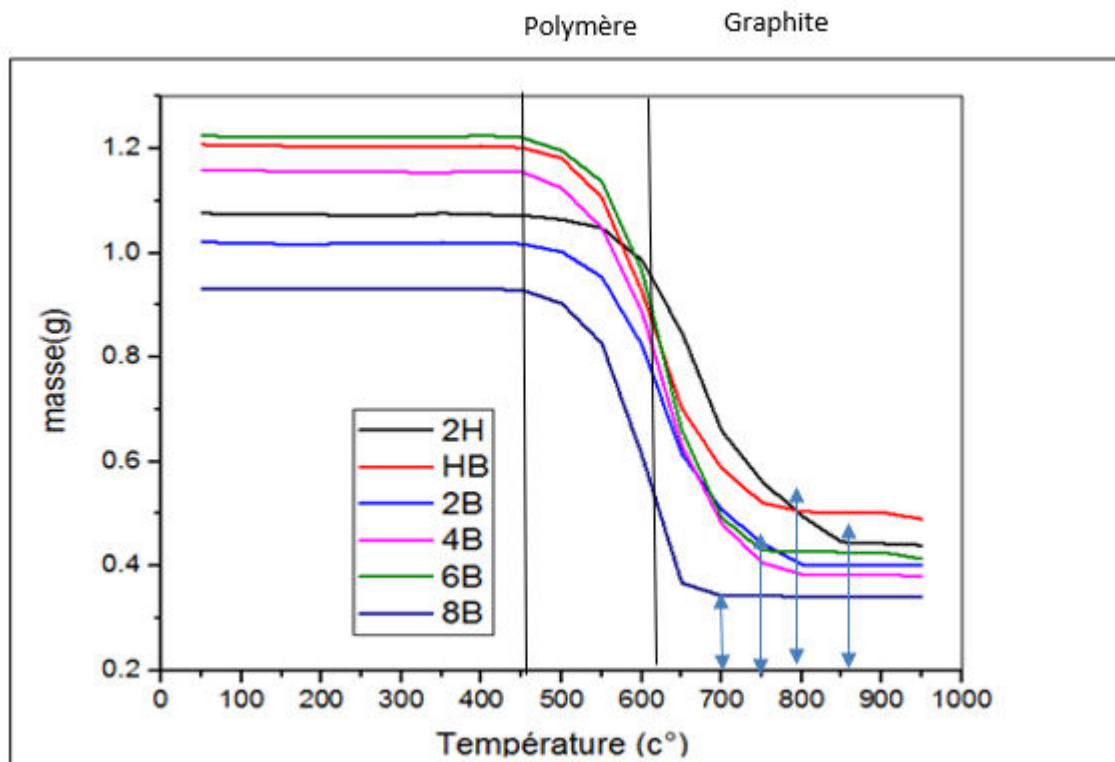


Figure II. 7: L'évolution de la masse des barreaux des crayons graphite en fonction de la température du recuit.

Les résultats de la variation de masse en fonction de la température du recuit ainsi obtenus sont conforme aux résultats de l'analyse visuelle et au travail présentant une allure de la courbe quasi-semblable à celle obtenue par [47] qui a utilisé l'analyse thermogravimétrique

(ATG) et également le travail présenté dans la référence [48], qui a montré que le graphite n'agit d'une manière significative avec l'oxyde de carbone CO₂ qu'à partir de et aussi celui de [46]. En dessous de cette température, le graphite interagit légèrement avec la vapeur d'eau. On conclut que la quantité du graphite influe considérablement sur la température de sa combustion.

Nous avons accompagné la courbe de l'évolution de la masse en fonction de la température du chauffage de la figure II.7 par la dérivée première de la masse par rapport à la température souvent utilisé en Analyse Thermique Gravimétrique (ATG) permet d'identifier facilement :

- La température caractéristique pour laquelle une perte de la masse des échantillons a eu lieu.
- Les intervalles de température sur lesquels un changement de masse a eu lieu.

On note pour chaque échantillon la température pour laquelle la première perte de masse notablement observée sur les figures II.8.

Cette approche d'analyse de la dérivée première de la masse est en effet très pertinente en ATG, car elle met en évidence les températures clés auxquelles des phénomènes de décomposition, oxydation ou changements de phase, etc induisent des variations de masse importantes.

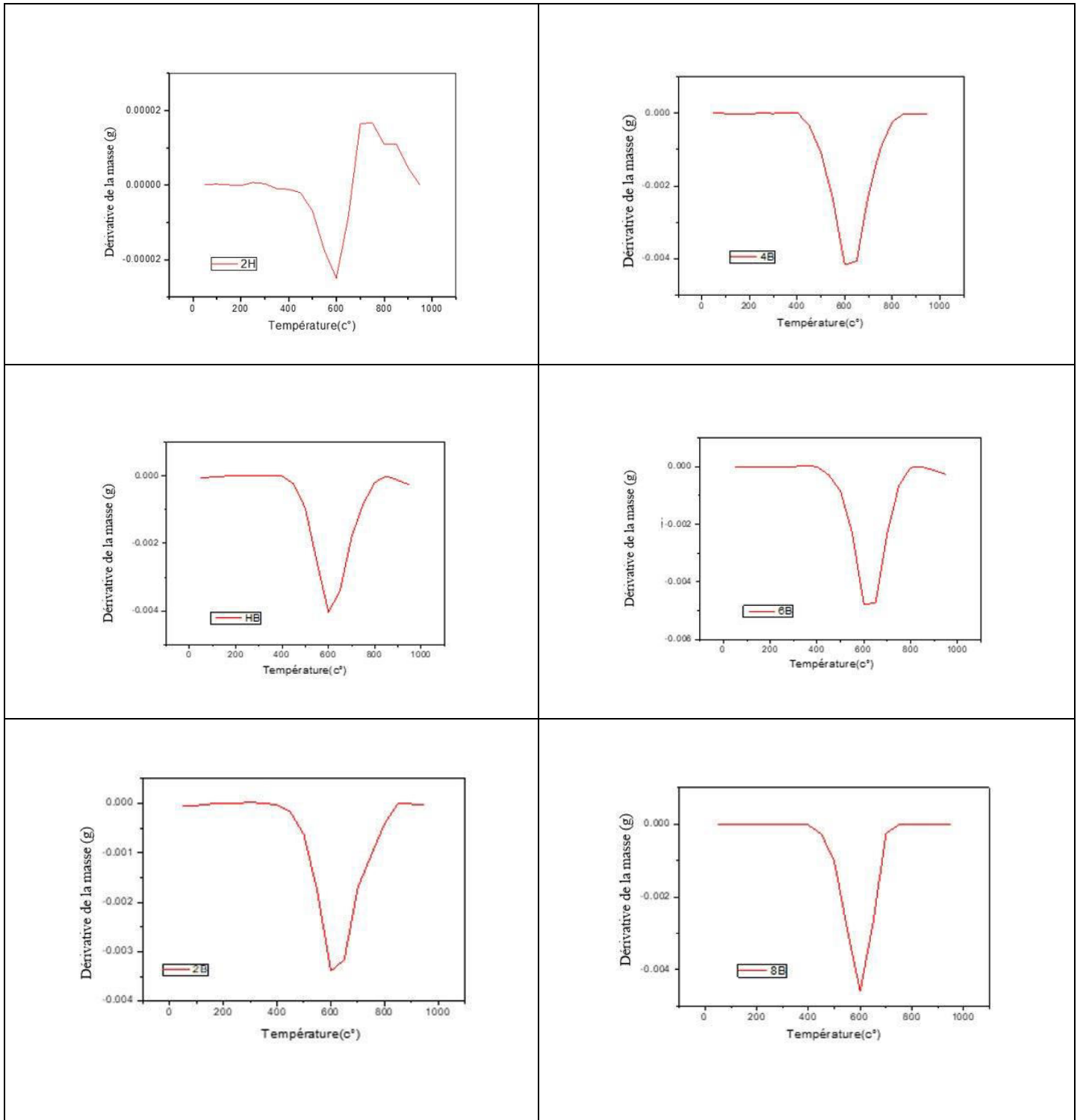


Figure II. 8 : Dérivée de la masse pour chaque type d'échantillon en fonction de la température du recuit

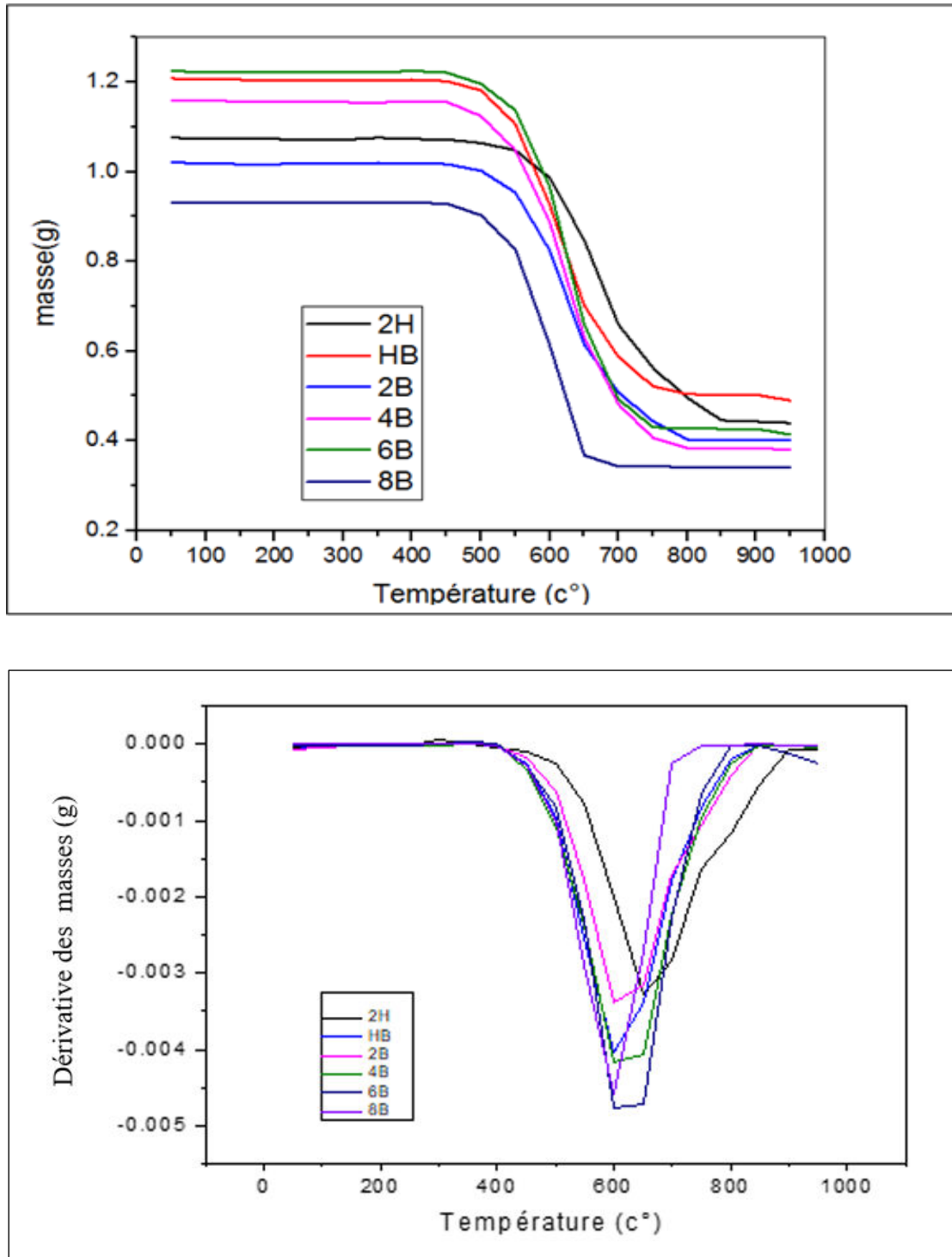


Figure II. 9 : Variation de la masse et sa dérivée pour tous les échantillons en fonction de la température.

II. 7. Conclusion :

Ce travail n'est pas encore achevé, il n'est qu'une étude préliminaire. Elle nécessite d'autre caractérisation afin de confirmer les modestes résultats obtenus jusqu'à maintenant. Ci-dessous quelques techniques de caractérisations proposées et peuvent apporter des informations supplémentaires sur les échantillons avant et après traitement thermique :

- Microscopie électronique à balayage MEB pour l'analyse microstructurales (taille des grains, phases présente,);
 - Microdureté Vickers ; pour voir la variation de la microdureté avec la température ;
 - DRX pour identification des phases cristallines présente, suivi des changements structuraux induits par la température ;
 - XRF (Fluorescence X) permet de déterminer de la composition chimique des échantillons ;
- Ces techniques permettent la comparaison de l'évolution des propriétés physique et mécanique en fonction de la teneur initiale en graphite et de la microstructure.

Conclusion Générale

Conclusion générale

Cette étude représente désormais une contribution significative à la science des matériaux. Grâce à une synthèse bibliographique approfondie menée dans le cadre de ce travail, nous avons acquis des connaissances détaillées sur les crayons à mine de graphite, notamment: leurs classification sur une échelle de dureté variée qui dépend directement de la teneur du graphite présente dans la mine, leurs différentes usages et domaines d'applications, la structure cristalline lamellaire unique du graphite confère au crayons des propriétés intrinsèques intéressantes et font du graphite et par conséquent les mines de crayon un excellent matériau pour de nombreuses applications industrielles.

Afin de mener cette étude, nous avons effectué une série expérimentale selon les moyens disponibles dans notre laboratoire, sur trois variétés des échantillons des crayons à graphite compacte de différentes duretés : dure, moyenne et tendre. Ces échantillons ont été soumis à un traitement thermique par recuit dans un intervalle de température allant de $100^{\circ}C$ à $950^{\circ}C$. Ce procédé a permis de mettre en évidence des transformations physico-chimiques significatives régissant le comportement du graphite soumis à de hautes températures en analysant la variation de la masse des échantillons. Par ailleurs, l'utilisation combinée des courbes de masse et de leurs dérivées semble tout à fait adaptée pour identifier et interpréter finement le comportement thermique de ces matériaux.

Les résultats obtenus sur l'évolution de la masse des mines en fonction de la température du recuit sont prometteurs et riches d'enseignements. Par ailleurs, ces résultats pourraient être affinés et complétés par des analyses complémentaires telles que la microscopie électronique, la diffraction des rayons X ou encore la spectroscopie de fluorescence X, afin d'approfondir l'interprétation des phénomènes observés à l'échelle microscopique.

Le traitement thermique a permis d'établir les relations entre la composition initiale et les propriétés finales. Les résultats obtenus enrichissent considérablement notre compréhension du graphite en tant que matériau constitutif des mines de crayons soumis à haute température. Elles ouvrent la voie à de futures investigations dans le domaine de la physique et de la science des matériaux. Les perspectives sont nombreuses, que ce soit pour optimiser les propriétés des mines selon les usages désirés, ou pour développer de nouveaux matériaux à base de graphite aux performances améliorées pour des applications de pointe dans divers secteurs industriels.

Bibliographies

Bibliographies

- [1] Y. Kopelevich, J. Torres, R. da Silva, F. Oliveira, M. C. Diamantini, C. Trugenberger, V. Vinokur, Global Room-Temperature Superconductivity in Graphite, *Advanced Quantum Technologies* 7 (2024).
- [2] S. Mamidi, A. K. Pandey, A. D. Pathak, T. N. Rao, Ch. S. Sharma, Pencil lead powder as a cost-effective and high-performance graphite-silica composite anode for high-performance lithium-ion batteries, *Journal of Alloys and Compounds* 872 (2021).
- [3] R. N. Bhowmik, Ferromagnetism in lead graphite-pencils and magnetic composite with CoFe₂O₄ particles, *Composites Part B: Engineering* 43 (2012).
- [4] K. Skrzypczyńska, K. Kuśmierk, A. Świątkowski, L. Dąbek, The Influence of Pencil Graphite Hardness on Voltammetric Detection of Pentachlorophenol, *Int. J. Electrochem. Sci.* 13 (2018).
- [5] S. Ashokan, V. Ponnuswamy, P. Jayamurugan, Self assembly process in graphite (pencil) powder and pani/pencil powder by mechanical mixture method - ohmic behavior, *Elixir Materials Sci.* 73 (2014).
- [6] C. Ineyo, P. Wattanakasiwish, Pencil on paper as a low cost alternative resistors, *Journal of Physics: Conference Series* 1144 (2018).
- [7] H. O. Pierson, *Handbook of Carbon, Graphite, Diamond and Fullerenes, Properties, Processing and Applications*, Noyes Publications, Park Ridge, New Jersey, U.S.A. (1993).
- [8] J. D. Kroschwitz, *Carbon Materials for Advanced Technologies*, Elsevier Science (1997).
- [9] J-F. Becq-Giraudon, *Le graphite. Mémento roches et minéraux industriels*, Bureau de Recherches Géologiques et Mines (1989).
- [10] B. T. Kelly, *Physics of Graphite*, Applied Science Publishers, London (1981).
- [11] D. F. Shriver, P. W. Atkins, T. L. Overton, J. P. Rourke, M. T. Weller, & F. A. Armstrong, *Inorganic Chemistry*, W.H. Freeman and Company (2006).
- [12] H. Petroski, *The Pencil: A History of Design and Circumstance*, New York: Alfred A. Knopf (1990).
- [13] <https://www.bicworld.com/fr/articles/types-de-crayons>
- [14] <https://www.conteaparis.com/fusains.html>
- [15] P. Delmas, *Le dessin : Matériaux et techniques*, Paris: Dessain et Tolra (2011).
- [16] G. Perrault, *Crayons de couleur*, 2ème Ed. Paris: Fleurus (1992).
- [17] D. Reinhardt, *L'Encyclopédie des techniques de peinture à l'huile*, Paris: Fleurus (2004).
- [18] M. Clarke, *Mastering Watercolors: A Practical Guide*, A&C Black Publishers, London (2011).
- [19] A. Pain, *Le grand livre de la calligraphie*, Paris: Dessain et Tolra (2006).
- [20] R. Browning, *A History of Golf: The Royal and Ancient Game*, London: Prion Books (1998).

- [21] H. Marsh, F.R. Reinoso, Activated Carbon, Elsevier Science & Technology, London (2006).
- [22] M. C. Sousa et J. W. Buchanan, Observal Models Graphite Pencil Materials, Computer Graphics Forum 19 (2000).
- [23] J. D. Hillberry, Drawing Realistic Textures in Pencil, North Light Books (2011).
- [24] I. A. Stenhaus, V. Sethuraman, J. J. Kipling, P. L. Walker Jr, Chemistry and Physics of Carbon, 25, CRC Press (1994).
- [25] D. Dowson, History of Tribology 2nd Ed., London: Longman (1998).
- [26] <https://blog.rougier-ple.fr/arts-graphiques/comment-faire-un-crayon>
- [27] P. Delhaes, Graphite and Precursors. 1st Ed., CRC Press, London (2001).
- [28] D. D. L. Chung, Carbon Fiber Composites, Butterworth-Heinemann, Boston, USA (1994).
- [29] N. R. Laine, F. J. Vastola, and P. L. Walker, Jr, The importance of active surface area in the carbon-oxygen reaction, Journal of Physical Chemistry, 67 (1963).
- [30] B. Bhushan, Introduction to Tribology, John Wiley & Sons, New York (2002).
- [31] J. B. Donnet, & R.C. Bansal, Carbon Black: Science and Technology, 2nd Ed., CRC Press, New York (1990).
- [32] Traitement thermique des aciers, Techniques de l'ingénieur, réf. M115 (1996).
- [33] J. Bailon, J. Dorlot, Métallurgie générale, Masson, Paris (1994).
- [34] R. Fayolle et al, Ateliers de traitement thermique 183 (2001).
- [35] M. Legrand, Métallurgie - Principes généraux, Éditions de l'Usine Nouvelle (1991).
- [36] J. Mainier, Traitement thermique des métaux, Techniques de l'ingénieur (1992).
- [37] J. Lecomte-Beckers, Traité des matériaux 18 - Métallurgie du traitement thermique, Presses polytechniques et universitaires romandes (2006).
- [38] S. Bensaada, Traitements thermiques, classification et designation des aciers et fontes, Université de Biskra (2019).
- [39] P. Maynier, Traitement thermique des aciers spéciaux, Techniques de l'Ingénieur, M 1335 (2000).
- [40] D. Doane, Principles of Heat Treatment of Steels, ASM Handbook (1991).
- [41] T. Rajan, C.P. Sharma, Ashok Sharma, Heat Treatment: Principles and Techniques, Prentice Hall, India (1994).
- [42] B. Liscic, H.M. Tensi, L.C.F. Canale, G.E. Totten, Quenching Theory and Technology, CRC Press (2010).
- [43] M. Bourun-Roger, Traitement thermique des aciers, Techniques de l'Ingénieur, M115 (2004).
- [44] R.V. Krishnan, Ceramic and Carbon Matrix Composites, Composite Materials Handbook 5 (1994).
- [45] B. P. Bardes, Fabrication des composites à matrice céramique ou carbone, Techniques de l'Ingénieur, Traité Plastiques et Composites, A7700 (1997).

- [46] H. Birol et al, Fabrication of LTCC Micro-fluidic Devices Using Sacrificial Carbon Layers, Production scientifique et compétences (2005).
- [47] Y. Kim, A. Sung, Y. Seo, S. Hwang & H. Kim, Measurement of hardness and friction properties of pencil leads for quantification of pencil hardness test, Advances in Applied Ceramics (2016).
- [48] B. A. Ryan and D. R. deHaias, Graphite burnout, Hanford atomic products operation richland, Washington (1960).

Résumé

L'objectif de cette étude est d'analyser l'impact de la température du recuit sur la masse des crayons graphites compactés. Des échantillons de dureté variée 2H, HB, 2B, 4B, 6B et 8B ont été soumis à des cycles thermiques allant de $100^{\circ}C$ à $950^{\circ}C$ avec un pas de $50^{\circ}C$. Les résultats obtenus démontrent qu'à haute température, une décroissance significative de la masse a été remarquée, accompagnée d'un changement de la morphologie et des propriétés mécaniques. Ces modifications dépendent directement de la teneur du graphite y contenu.

Mots clés : crayon graphite compact, recuit, Traitement thermique

ملخص

الهدف من هذه الدراسة هو تحليل تأثير درجة حرارة التلدين على كتلة قضبان الجرافيت المضغوطة. تم إخضاع عينات متفاوتة الصلابة H2، HB، B2، B2، B4، B6 و B8 لدورات حرارية تتراوح بين 100 درجة مئوية إلى 950 درجة مئوية مع حجم خطوة 50 درجة مئوية. أظهرت النتائج التي تم الحصول عليها أنه عند درجات الحرارة المرتفعة، لوحظ انخفاض كبير في الكتلة، مصحوبًا بتغيير في التشكل والخصائص الميكانيكية، وتعتمد هذه التعديلات بشكل مباشر على محتوى الجرافيت فيها.

الكلمات المفتاحية: قلم جرافيت مضغوط، التلدين، المعالجة الحرارية

Abstract

This study aims to analyze the impact of annealing temperature on the mass of compacted graphite rods. Samples of varying hardness 2H, HB, 2B, 4B, 6B and 8B were subjected to thermal cycles ranging from $100^{\circ}C$ to $950^{\circ}C$ with a step size of $50^{\circ}C$. The results obtained demonstrate that at high temperatures, a significant decrease in mass was noticed, accompanied by a change in morphology and mechanical properties. These modifications depend directly on the graphite content contained therein.

Key words: compact graphite pencil, annealing, heat treatment