

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

Étude de dureté des mines des crayons graphite Type H

Préparé par :

Afaf BENSAID

Soutenu publiquement le : 19/09/2023

Membres du jury :

Président:	N. LEBGA	M.C.A.	Univ. BBA
Encadreur:	N. BENCHIHEUB	M.C.A.	Univ. BBA
Co-Encadreur:	L. BAAZIZ	M.C.B.	Centre Universitaire de Mila
Examineur:	N. GRAR	M.C.A.	Univ. BBA

Année Universitaire : 2022/2023

بسم الله الرحمن الرحيم

Remerciements

Je remercie avant tout **ALLAH** l'élév  le plus puissant qui m'a offert la volont  et la sant  et ma aider   r aliser et   accomplir ce travail.

La r alisation exp rimentale a  t   labor e aux laboratoires du d partement des Sciences de la Mati re et du d partement de g nie d'environnement   la Facult  des sciences et de la Technologie de notre universit . Ce travail a eu besoin de la contribution de plusieurs personnes, dont je tiens   les remercier : Je remercie vivement Madame **K. BOUKERMA** responsable du Labo20 de physique, Monsieur **I. ZIANI** responsable du Labo 10 de chimie, sans oublier Monsieur **Fouad** responsable Labo 4 de g nie des proc d s.

L'analyse par microduretes  chantillons a  t  effectu  au laboratoire de physique de solide, d partement de physique, Facult  des sciences, Universit  de Mohamed **BOUDIAF DE M'sila**. Je remercie vivement Madame **A. MEHADI** Responsable de laboratoire pour son accueil et l'aide qu'elle nous a apporter.

Je tiens tout d'abord   remercier madame **N. BENCHIHEUB**, M.C.A   l'universit  Mohamed el Bachir **EL IBRAHIMI** de Bordj Bou Arreridj de m'avoir fait l'honneur de m'encadrer et de m'avoir fortement aid  et consacr  beaucoup de son pr cieux temps durant l' laboration de ce travail.

Je tiens aussi remercier Madame **L. BAZIZ**, M.C.B au centre universitaire de Mila qui ma aider dans ce travail de m'avoir Co. Encadrer.

Je tiens  galement   remercier madame **N. Lebga**, M.C.A   l'universit  Mohamed el Bachir **EL IBRAHIMI** de Bordj Bou Arreridj qui me fait l'honneur de pr sider le jury de ce m moire.

Je tiens   remercier Mme **N. GRAR**, M.C.A   l'universit  Mohamed el Bachir **EL IBRAHIMI** de Bordj Bou Arreridj d'avoir accept  d'examiner mon travail et pour son honorable participation   notre jury de m moire.

Enfin, merci   ma famille et enfin mes amies Sans oublier les  tudiants de ma promotion pour leurs encouragements et leur soutien durant ces longues ann es.

Dédicace

Je dédie ce travail

A mon père et ma très chère mère

A mon mari Hichem

Et sans oublier Mes sœurs : “Samia et Chahra”

Ma famille et toute mes chères copines.

Sommaire

Introduction générale	1
Chapitre I Concepts fondamentaux sur les matériaux	
I.1 Introduction	4
I.2 Classification des matériaux	4
I.2.1 L'ancienne classification des matériaux	4
I.2.2 La nouvelle classification des matériaux	5
I.3 Techniques de caractérisation mécanique des matériaux	6
I.4 Traitement thermique des matériaux	19
I.4.1 Types de traitement thermique.....	19
I.4.2 Intérêt du traitement thermique des matériaux	20
Chapitre II Réalisation expérimentale et interprétation des résultats	
II.1 Introduction	23
II.2 Mines des crayons graphite	23
II.2.1 Définition.....	23
II.2.2 Fabrication	23
II.2.3 Classification des mines de crayons graphites	24
II.2.4 Structure cristallographique du graphite.....	25
II.3 Types de graphite	26
II.4 Propriétés du graphite.....	29
II.5 La différence entre le diamant et le graphite.....	30
II.6 Les applications du graphite.....	32
II.7. Procédé expérimental pour l'étude des mines de crayons graphites 1H-6H.....	33
II.7.1 Préparations des pastilles	33
Conclusion générale.....	40

Liste des figures

Figure I.1 : L'ancienne classification des matériaux.....	5
Figure I.2 : Schéma de l'essai de traction .	8
Figure I.3 : Schéma du principe de l'essai de torsion	10
Figure I.4 : Courbe graphique de L'essai de fatigue .	11
Figure I.5 : Dureté Vickers	15
Figure I.6 : Essai de dureté Rockwell	16
Figure I.7 : Schéma de l'indentation Brinell. (a) Etape de chargement, (b) Empreinte	17
Figure I.8 : Schéma de l'indenteur Knoop	18
Figure I.9 : Diagramme du traitement thermique des matériaux	19
Figure II.1 : Echelle de dureté des mines de crayon graphite .	25
Figure II.2 : La structure cristallographique du graphite	26
Figure II.3 : Le graphite en flocons.....	27
Figure II.4 : Le graphite en veine	28
Figure II.5 : Graphite microcristallin .	28
Figure II.6 : Structure en feuillets du graphite et structure cubique du diamant	32
Figure II.7 : Le graphite et le diamant.....	32
Figure II.8 : Poudre de la mine de crayon graphite	34
Figure II.9 : Pastilleuse MP150.....	35
Figure II.10 : pastilles avant traitement thermique.....	35
Figure II.11 : Polisseuse	36
Figure II.12 : Le four.....	36
Figure II.13 : pastilles après traitement thermique.....	37

Liste des tableaux

Tableau II.1 : Propriétés physiques du graphite.....	30
Tableaux II.2 : la dureté des mines de crayons	38

Introduction générale

Introduction générale

L'invention du crayon graphite dans sa forme actuelle remonte au milieu du XVIII^e siècle. Il est constitué d'un mélange de graphite et d'argile céramique réduit en mine et entouré de bois en forme cylindrique. Dès lors, il est devenu un outil d'écriture et de dessin incontournable ; utilisé par des millions de personnes à travers le monde. Toutefois, derrière ce simple instrument se cache un domaine de recherche complexe et captivant [1,2,3]. Il peut constituer un exemple simple mais important pour comprendre de nombreuses propriétés inexplicables des matériaux à base de graphite.

Il est évident que la dureté des mines des crayons graphite, joue un rôle crucial dans la qualité du trait, elle est due à l'argile y contenue. Quant au graphite il donne sa couleur noire. Malgré son importance, la notion de dureté demeure souvent méconnue et mal comprise pour les utilisateurs, car elle n'est pas clairement définie ni normée. Etant donnée, les propriétés physiques et mécaniques du graphite, ainsi que son traitement thermique ont un impact prépondérant dans la détermination de la dureté des mines de crayons. On vise alors dans ce travail de mémoire à explorer la notion de dureté des mines de crayons graphite de manière approfondie et scientifique, en étudiant aussi son traitement thermique, et chercherons de comprendre l'influence de ce facteur sur la dureté des mines de crayon.

Afin d'étudier la dureté des mines des crayons graphites, nous avons agencé notre travail en deux chapitres essentiels :

- Le Chapitre 1 consiste à examiner les différents essais mécaniques utilisés pour évaluer les propriétés des matériaux, en mettant en évidence les essais de dureté et leur importance pour les différents types des matériaux. Le chapitre se termine par une étude du traitement thermique des matériaux.

- Quant au chapitre 2 il comporte une étude bibliographique approfondie sur le graphite, en examinant sa structure cristallographique, ses différentes formes et ses propriétés physiques. Ainsi on cite les différentes applications du graphite dans divers domaines, avec un accent particulier sur son utilisation dans la fabrication des mines des crayons et leurs classifications selon leur dureté. Une étude expérimentale pour évaluer la dureté des mines de crayons graphite en fonction du

traitement thermique et pour analyser les résultats des essais de dureté réalisés. Une discussion des variations observées en fonction des paramètres étudiés marque la fin du chapitre 2.

Ce mémoire s'achève par une conclusion générale.

Chapitre I :

Concepts

fondamentaux sur les

matériaux

I.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous allons exposer quelques notions utiles notamment leur classification, les méthodes de caractérisation mécaniques des matériaux, désormais les méthodes de traitement thermique [4 ,5].

I.2 Classification des matériaux

Les matériaux sont des substances de base ; utilisées pour fabriquer des produits et des structures. Selon leur composition chimique, leurs structures et leurs propriétés physiques et mécaniques, ils sont classés en diverses catégories. Ces catégories peuvent être utilisés dans de nombreux secteurs tels que la construction, l'industrie manufacturière, l'aérospatiale, l'électronique, l'énergie, la médecine, etc. On distingue deux principales classifications :

I.2.1 L'ancienne classification des matériaux

Souvent appelée la "triade des matériaux", où les matériaux sont classés selon leur origine et leur composition en trois catégories essentielles à savoir: les métaux, les céramiques et les polymères. Cette ancienne classification est encore utilisée aujourd'hui, bien qu'elle ait été élargie pour inclure d'autres types de matériaux [6], rassemblées dans la figure (Figure I.1) .

- **Les métaux et leurs alliages** : Cette catégorie inclut les matériaux métalliques tels que le fer, le cuivre, l'aluminium, l'or, l'argent, etc., souvent caractérisés par leur bonne conductivité électrique, leur malléabilité et leur ductilité. Et leurs alliages, quant à eux, sont créés en combinant des métaux purs ou un mélange de métaux avec d'autres éléments ; afin d'obtenir des propriétés spécifiques, telles que la résistance mécanique, la résistance à la corrosion, la conductivité électrique améliorée, etc. Par exemple : l'acier est un alliage de fer et de carbone, et le bronze est un alliage de cuivre et d'étain, etc. [7].
- **Les céramiques** : Les matériaux céramiques, constitués de composés inorganiques, tels que l'argile, la porcelaine et la céramique réfractaire, sont souvent classés dans cette catégorie. Ils sont généralement caractérisés par leur résistance à la chaleur, leur dureté et leur fragilité [8].
- **Les polymères** : Constitués de molécules organiques, cette catégorie englobe les matériaux plastiques tels que le polyéthylène, le polystyrène, le PVC, etc. Ils sont souvent caractérisés par leur légèreté, leur flexibilité et leur isolation électrique [9].

• **Les composites** : Les composites étaient des matériaux fabriqués en combinant différentes substances, telles que des fibres de verre ou de carbone avec une matrice en résine. Ils étaient souvent utilisés pour obtenir des propriétés spécifiques, telles que la légèreté, la résistance et la durabilité [10].

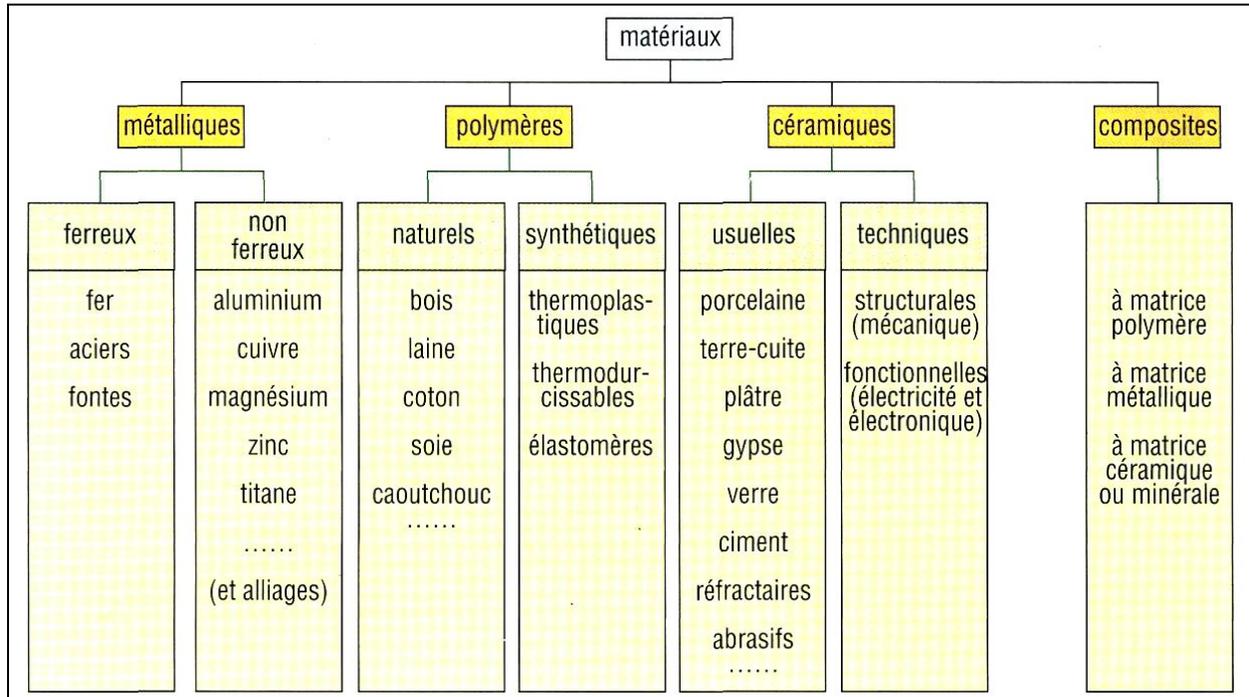


Figure I.1 : L'ancienne classification des matériaux [11].

I.2.2 La nouvelle classification des matériaux

Dans cette nouvelle classification ; les matériaux sont groupés selon leurs propriétés et leurs applications ; en prenant en compte des facteurs tels que : la conductivité, la résistance, la dureté, la durabilité, la flexibilité, la réactivité chimique et la conductivité thermique. Cette classification a été élaborée pour refléter les avancées technologiques et les besoins de l'industrie, et elle est utilisée pour développer de nouveaux matériaux pour des applications spécifiques [10]. On distingue

- Les matériaux des équipements électroniques : téléphones portables, lecteurs DVD, ordinateurs, fibre optique.
- Les matériaux magnétiques et optiques : utilisés pour les lasers, les batteries, l'information magnétique, les affichages à cristaux liquides (LCD) et la fibre optique.

(Explication : Les matériaux des équipements électroniques sont principalement axés sur les propriétés électriques et électroniques pour la fabrication de composants tels que les puces, les transistors et les résistances. En revanche, les matériaux magnétiques et optiques sont spécifiquement conçus pour exploiter les propriétés magnétiques ou optiques, utilisés respectivement dans des applications comme les lasers, les batteries et les fibres optiques. La différence fondamentale réside dans l'accent mis sur les propriétés électriques pour les équipements électroniques et sur les propriétés magnétiques ou optiques pour les autres applications. Cependant, il peut y avoir des cas où ces propriétés se chevauchent en raison de la complexité des dispositifs électroniques modernes.)

- Les matériaux intelligents et nano techniques : alliages à mémoire de forme, céramique piézoélectrique, matériaux magnétostrictifs et électro rhéologique/magnétorheo.
- Les biomatériaux : les dispositifs de fixation des fractures, les restaurations dentaires et la production de nouveaux tissus organiques.

* **Note :**

L'ancienne classification des matériaux peut servir de base pour comprendre les catégories des matériaux traditionnelles et leurs propriétés générales. Alors que la nouvelle classification peut être utilisée pour explorer les avancées récentes dans le domaine des matériaux et les propriétés spécifiques qui peuvent être exploitées pour des applications innovantes.

Ces deux classifications peuvent être utilisées conjointement et de manière complémentaire; il est possible d'obtenir une meilleure compréhension des matériaux, de leurs propriétés et de leurs applications potentielles. Cela permet également de prendre en compte les avancées scientifiques et technologiques actuelles dans la caractérisation et la manipulation des matériaux, tout en conservant une base solide dans les catégories traditionnelles de matériaux.

I.3 Techniques de caractérisation mécaniques des matériaux

Les essais mécaniques sont importants pour la caractérisation des propriétés mécaniques des matériaux afin d'assurer leur qualité et leur résistance à la casse pendant l'utilisation. Il existe différents types d'essais mécaniques dont leur principe est le même, il consiste à appliquer une sollicitation sur le matériau en question. L'analyse de la déformation engendrée suite à la charge appliquée permet d'établir les différents paramètres caractéristiques tel que : le module de Young,

résistance à la rupture, ... etc. qui évaluent les propriétés mécaniques des matériaux. Dans la section suivante, on aborde quelques techniques dont on distingue:

a) L'essai de traction :

L'essai de traction est une méthode fondamentale largement utilisée, pour caractériser les propriétés mécaniques des matériaux. Il s'agit d'un essai uni axial, qui détermine la relation entre la contrainte exprimée en unités, généralement en méga pascals (*MPa*) appliquée et la déformation résultante. Pour ce faire, un échantillon de matériau est soumis à une force de traction progressive jusqu'à ce qu'il atteigne le point de rupture. Pendant l'essai, la force appliquée est mesurée en fonction de l'allongement de l'échantillon, permettant ainsi de construire une courbe de traction. Cela permet d'obtenir des informations précieuses sur le comportement du matériau lorsqu'il est soumis à des charges de traction [12].

À partir de la courbe de traction, plusieurs grandeurs mécaniques importantes peuvent être obtenues. A savoir La contrainte maximale, également appelée contrainte à la rupture, correspond à la charge maximale que le matériau peut supporter avant de se rompre. C'est une mesure de la résistance du matériau à la rupture. La limite d'élasticité représente la plus grande contrainte que le matériau peut supporter tout en restant dans la plage élastique, c'est-à-dire sans subir de déformation permanente [13]. En plus de ces grandeurs, d'autres paramètres normalisés peuvent être déterminés à partir de la courbe de traction, tels que le module d'élasticité, également connu sous le nom de module de Young, est une mesure de la raideur du matériau, c'est-à-dire sa capacité à retrouver sa forme d'origine après avoir été soumis à une déformation élastique.

La ductilité représente la capacité du matériau à se déformer plastiquement avant de se rompre [14].

$$\sigma = f(\varepsilon) \quad (\text{I.1})$$

La courbe $\sigma = f(\varepsilon)$ générée lors de l'essai de traction est essentielle pour comprendre le comportement mécanique d'un matériau. Cette courbe montre comment la contrainte, qui est la force par unité de surface, évolue en fonction de la déformation, qui mesure l'allongement ou la réduction de taille du matériau sous l'effet de la force de traction appliquée.

Typiquement, la courbe commence par une région élastique où la contrainte augmente linéairement avec la déformation, conformément à la loi de Hooke. Cela signifie que le matériau retrouve sa forme d'origine lorsque la charge est retirée, montrant un comportement élastique.

Ensuite, la courbe peut montrer une transition vers une région plastique, où la déformation devient permanente même après le relâchement de la charge, indiquant une déformation plastique du matériau. Cette transition est souvent marquée par le point de rendement. Le "point de rendement" représente le seuil à partir duquel la déformation du matériau devient irréversible, signalant le passage de la région élastique à la région plastique. C'est un indicateur clé du comportement mécanique du matériau, marquant le début de la déformation plastique et fournissant des informations importantes sur sa résistance et sa ductilité.

Finalement, la courbe atteint un pic, la contrainte maximale, qui représente la charge maximale que le matériau peut supporter avant de se rompre. La déformation totale à ce point est la déformation à la rupture.

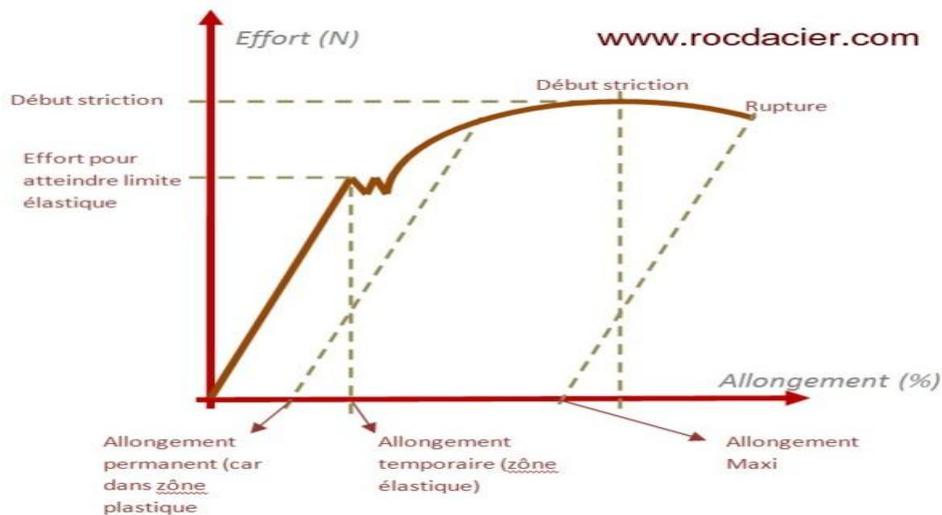


Figure I.2 : Schéma de l'essai de traction [15].

- Explication de la courbe :
- * Région élastique : Au début de l'essai, la courbe est une droite, ce qui signifie que la contrainte augmente linéairement avec la déformation. Cela est conforme à la loi de Hooke, qui stipule que la déformation d'un matériau est proportionnelle à la force appliquée. Dans cette région, la déformation est réversible, ce qui signifie que le matériau retrouve sa forme d'origine lorsque la charge est retirée.

- * Point de rendement : Au point de rendement, la courbe cesse d'être linéaire. Ce point marque le début de la déformation plastique. À ce stade, les dislocations dans le matériau commencent à se déplacer, ce qui entraîne une déformation permanente.
- * Région plastique: Dans la région plastique, la courbe continue de s'incurver, ce qui signifie que la contrainte augmente plus rapidement que la déformation. Dans cette région, la déformation est irréversible. Le matériau continue à se déformer jusqu'à ce qu'il atteigne la limite de rupture.
- * Point de rupture : La courbe atteint un pic à la contrainte maximale, qui est la force maximale que le matériau peut supporter avant de se rompre. La déformation totale à ce point est la déformation à la rupture. La rupture se produit lorsque les dislocations dans le matériau se propagent et provoquent la défaillance du matériau.
- * Propriétés mécaniques : Les propriétés mécaniques du matériau peuvent être déterminées à partir de la courbe de traction. Les propriétés les plus importantes sont la résistance à la traction, l'allongement à la rupture et le point de rendement.
- * Résistance à la traction : La résistance à la traction est la contrainte maximale que le matériau peut supporter avant de se rompre. Elle est mesurée en méga pascals (MPa). Dans le cas du schéma, la résistance à la traction est d'environ 600 MPa.
- * Allongement à la rupture: L'allongement à la rupture est le pourcentage d'allongement de la barre à la rupture. Il est mesuré en pourcentage. Dans le cas du schéma, l'allongement à la rupture est d'environ 20 %.
- * Point de rendement : Le point de rendement est la contrainte à partir de laquelle la déformation du matériau devient irréversible. Il est mesuré en méga pascals (MPa). Dans le cas du schéma, le point de rendement est d'environ 200 MPa.

b) L'essai de torsion [16]

L'essai de torsion est une méthode utilisée pour évaluer la résistance des matériaux à la torsion, c'est-à-dire à la déformation résultante de l'application d'un moment de torsion progressif sur l'échantillon de matériau jusqu'à ce qu'il se fracture. Cet essai fournit des informations précieuses sur la capacité d'un matériau à résister à la torsion et à maintenir son intégrité structurelle sous des charges tournantes et permet d'évaluer sa ductilité ; elle représente la capacité du matériau à subir une déformation plastique avant de se rompre.

La torsion est appliquée de manière unie axiale appliquée le long d'un axe spécifique de l'échantillon. La force ou le couple appliqué est mesuré en fonction de l'angle de torsion ou de la déformation résultante [17]. Les résultats de l'essai de torsion permettent d'évaluer plusieurs paramètres importants : Le moment de torsion maximal, également appelé résistance à la torsion, représentant la charge maximale que le matériau peut supporter avant de se fracturer.

En plus de la résistance à la torsion, d'autres paramètres peuvent être déterminés à partir de l'essai de torsion. Par exemple, l'angle de torsion maximal avant la rupture peut être mesuré, ce qui indique la ductilité du matériau sous torsion.

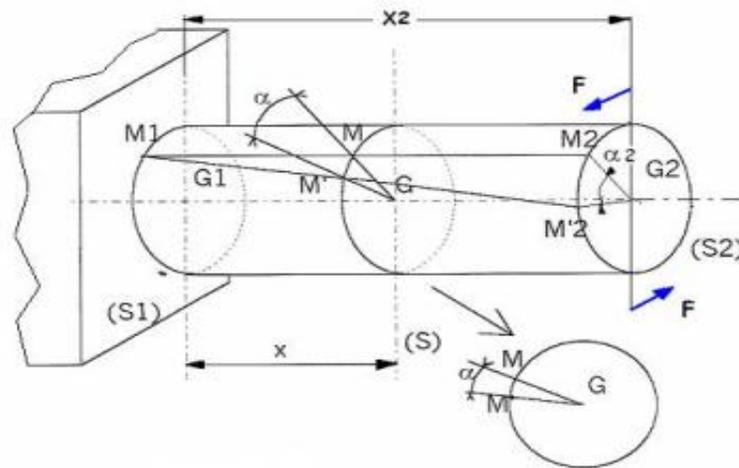


Figure I.3 : Schéma du principe de l'essai de torsion [18]

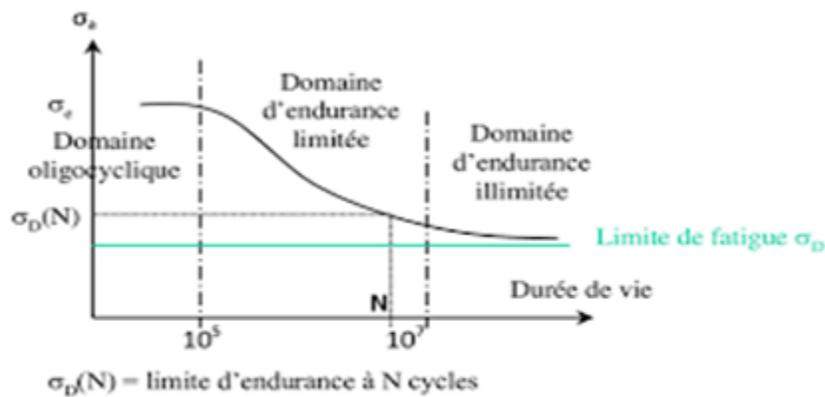
c) L'essai de fatigue :

L'essai de fatigue est une méthode utilisée pour évaluer la durabilité d'un matériau ou d'un composant en exposant celui-ci à des charges cycliques répétées. Cet essai est d'une grande importance pour les fabricants de matériaux qui visent à produire des produits de haute qualité, car il permet de déterminer la résistance du matériau à la fatigue et de prédire sa durée de vie en service réel [19].

Le processus de l'essai de fatigue consiste à soumettre l'échantillon de matériau à des charges cycliques répétées, généralement sous forme de contraintes ou de déformations. Ces charges varient entre des valeurs maximales et minimales spécifiques, et sont appliquées à une

fréquence prédéterminée. L'objectif de cet essai est de reproduire les conditions réelles auxquelles le matériau sera exposé pendant sa durée de vie, où il sera soumis à des cycles répétés de charges.

Les résultats de cet essai fournissent des informations précieuses sur la résistance du matériau à la fatigue et sa capacité à résister aux contraintes répétées. Ils permettent également de caractériser le comportement du matériau pendant les différentes phases de l'essai, y compris la propagation des fissures et les mécanismes de défaillance et permet aussi de mesurer la durée de vie en fatigue du matériau. Cet essai permet aussi la détermination d'autres paramètres importants tels que la limite de fatigue, qui est la contrainte maximale que le matériau peut supporter sans se rompre après un certain nombre de cycles.



Axe des abscisses : éformation (%)

Axe des ordonnées : Contrainte (MPa)

Figure I.4 : Courbe graphique de L'essai de fatigue [20].

d) La flexion :

Il s'agit d'une déformation d'un matériau ou d'un objet qui se plie ou se courbe. Elle est courante dans de nombreuses situations de la vie quotidienne, comme lorsque vous pliez une tige de métal, un morceau de plastique ou même lorsque vous vous penchez en avant. La flexion peut entraîner une courbure permanente ou temporaire en fonction de la résistance du matériau et de la force appliquée [21].

e) La résilience :

La résilience, en termes simples, désigne la capacité d'un matériau à absorber de l'énergie lorsqu'il est soumis à une contrainte, comme un choc ou une déformation, puis à revenir à sa forme d'origine une fois que la contrainte est relâchée. En d'autres termes, plus un matériau est résilient, moins il sera susceptible de se casser ou de se déformer de manière permanente sous une contrainte. La résilience est souvent un critère important lors de la sélection de matériaux pour des applications où des chocs ou des charges variables sont courants [22].

f) L'essai de dureté :

L'essai de dureté qui fera l'objet de notre étude dans le chapitre 2 est une méthode essentielle pour évaluer la résistance d'un matériau à l'enfoncement, à l'indentation ou à la déformation. Son principe repose sur l'application d'une charge spécifique à l'aide d'un pénétrateur sur la surface du matériau à tester en utilisant une machine d'essai de dureté. La charge peut être exprimée en kilogrammes-force (*kgf*), en newtons (*N*) ou en autres unités de force. Cette force peut varier en fonction de la méthode d'essai et des propriétés du matériau. Le pénétrateur, également appelé indenteur, peut prendre différentes formes géométriques simples, telles qu'une sphère, un cône ou une pyramide. Chaque forme d'indenteur est adaptée à des applications spécifiques et à des types de matériaux particuliers [20]. Les informations clés sur l'essai de dureté en général sont :

f.1) La Formation de l'empreinte :

Lorsque la charge est appliquée, le pénétrateur pénètre dans le matériau, créant une empreinte caractéristique. L'empreinte peut avoir différentes formes et dimensions similaire à celle de l'indenteur utilisé et des propriétés du matériau.

f.2) La Mesure de l'empreinte :

Après le retrait de l'indenteur, une empreinte résiduelle reste dans le matériau, entourée d'une zone déformée plastiquement. Les dimensions de l'empreinte sont mesurées à l'aide d'un microscope ou d'un système de mesure optique précis. Les mesures peuvent inclure la longueur, la largeur, la profondeur ou d'autres caractéristiques de l'empreinte, selon la méthode d'essai de dureté utilisée.

f.3) Calcul de la dureté H :

La dureté est calculée en utilisant une formule spécifique à chaque méthode d'essai de dureté. Les formules peuvent inclure des paramètres tels que la charge appliquée, les dimensions de l'empreinte et des constantes spécifiques à chaque méthode.

f.4) Les différentes méthodes de mesure de la dureté

Il existe plusieurs méthodes d'essai de dureté, telles que Brinell, Vickers, Rockwell, Knoop et Shore, qui offrent des informations précieuses sur les propriétés mécaniques des matériaux. L'essai de dureté est utilisé dans de nombreux domaines industriels pour évaluer les propriétés mécaniques des matériaux. Il permet de mesurer la dureté, de contrôler la qualité des produits, de sélectionner des matériaux appropriés pour des applications spécifiques et de caractériser les traitements thermiques et les processus de fabrication. La macrodureté, la microdureté et la nanodureté sont des sous-catégories de l'essai de dureté qui se concentrent sur des échelles spécifiques :

- La macrodureté concerne la mesure de la dureté sur une échelle macroscopique, évaluant la résistance d'un matériau à l'enfoncement sur de grandes surfaces ou des échantillons de dimensions significatives. Échelle des valeurs des forces : 1 kgf à 120 kgf .
- La microdureté se concentre sur des zones restreintes à l'échelle microscopique, permettant une évaluation précise de la dureté des matériaux sur de petites zones. Échelle des valeurs des forces : 1 gf à 1000 gf .
- La nanodureté implique la mesure de la dureté à l'échelle nanométrique, permettant de caractériser les propriétés mécaniques des matériaux à l'échelle des nanomatériaux ou des revêtements minces. Échelle des valeurs des forces : De quelques μN (micro-newtons) à quelques mN (milli-newtons).

Ces différentes échelles de dureté sont utilisées en fonction des besoins spécifiques de l'application et des propriétés mécaniques du matériau étudié.

❖ Essai de dureté Vickers

L'indenteur utilisé dans l'essai de dureté Vickers a une pointe en forme de pyramide à base carrée avec un angle de 136° entre les faces. Cette pyramide est souvent appelée indenteur Vickers en référence à son concepteur, George E. Vickers. Lorsque l'indenteur Vickers est utilisé, les dimensions de l'empreinte créée sont mesurées. Le rapport entre la moyenne des diagonaux

mesurées (d_1 et d_2) de l'empreinte (d) et la profondeur de pénétration (h) est de indenteur 7 pour l'essai de dureté Vickers. Pour calculer la dureté Vickers, on utilise la formule :

$$HV = \frac{2F}{d^2} \quad (I.2)$$

Par exemple, si vous avez mesuré ($d = 0,2 \text{ mm}$ (ou $200 \text{ }\mu\text{m}$) et appliqué une force $F = 10 \text{ kgf}$:

$$HV = (2 * 10 \text{ kgf}) / (0,2 \text{ mm})^2 = (20 \text{ kgf}) / (0,04 \text{ mm}^2) = 500 \text{ HV} \quad (I.3)$$

Où HV représente la dureté Vickers, F(N)est la charge appliquée pendant l'essai, et d (mm)est la moyenne des diagonaux de l'empreinte . En utilisant cette formule, on obtient la valeur de dureté exprimée en unités de dureté Vickers (HV) [23] .

L'essai de dureté Vickers est considéré comme l'un des tests de dureté les plus précis. Il permet d'obtenir des résultats de haute précision, également, il peut être utilisé pour mesurer la dureté d'une grande variété de matériaux, qu'ils soient métalliques, céramiques, composites, ou même des plastiques et des élastomères. Cela en fait une méthode polyvalente applicable à de nombreuses industries. L'empreinte laissée par l'indenteur Vickers est petite, ce qui signifie qu'elle peut être utilisée pour tester des zones relativement petites ou des pièces de petite taille, sans causer de dommages significatifs. Contrairement à certains autres tests de dureté, comme le test de dureté Rockwell, le test Vickers n'est pas affecté par la charge de test. Cela signifie que la même échelle de dureté Vickers peut être utilisée pour différentes forces de test, simplifiant les comparaisons. Le test de dureté Vickers est également utilisé pour évaluer les microstructures des matériaux, ce qui en fait un outil précieux dans la métallographie et la recherche sur les matériaux. La dureté Vickers est calculée à partir de la mesure des diagonales de l'empreinte, ce qui élimine la nécessité de mesurer la surface de l'empreinte, ce qui peut être délicat dans certains cas.

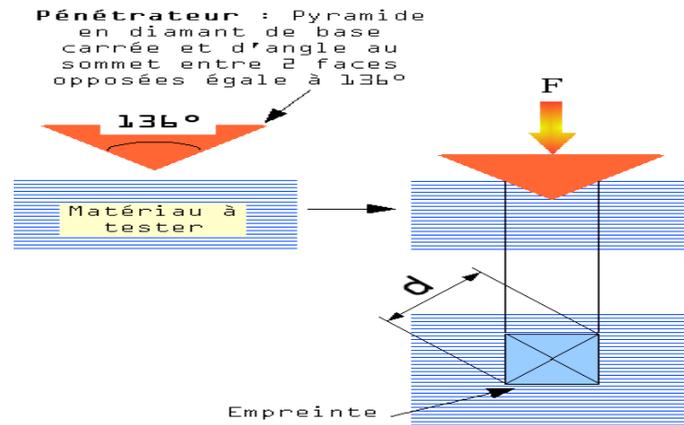


Figure I.5 : Dureté Vickers [24]

❖ Essai de dureté Rockwell [25]

L'essai de dureté Rockwell est l'une des méthodes les plus couramment utilisées pour mesurer la dureté d'un matériau. Il offre une mesure rapide et pratique de la résistance d'un matériau à l'enfoncement

➤ f.7) Principe de l'essai :

L'essai de dureté Rockwell repose sur le concept de mesure de la profondeur de pénétration d'un pénétrateur dans le matériau. Contrairement à d'autres méthodes ; l'essai de dureté Rockwell est rapide, facile à utiliser et fournit des mesures directes de dureté sans nécessiter de calculs supplémentaires. Au lieu de cela, il utilise un système d'échelle directe qui fournit une lecture de dureté sur une échelle pré-étalonnée.

➤ Procédure de l'essai :

L'indenteur :

Un "indenteur" est un dispositif ou un outil utilisé dans le domaine des essais de matériaux pour exercer une pression contrôlée sur la surface d'un matériau en vue de créer une indentation, c'est-à-dire une déformation locale. Cette déformation est généralement mesurée pour évaluer diverses propriétés mécaniques du matériau, telles que la dureté.

L'indenteur peut prendre différentes formes en fonction de la méthode d'essai de matériaux utilisée. Par exemple, dans les essais de dureté Vickers, l'indenteur est un petit diamant en forme de pyramide carrée. Dans les essais de dureté Brinell, l'indenteur est une bille en acier. Dans les

essais de dureté Rockwell, il existe différents types d'indenteurs, y compris des cônes et des sphères en acier durci.

L'indenteur est conçu pour appliquer une force précise sur la surface du matériau pendant un temps déterminé, ce qui entraîne une déformation spécifique du matériau. En mesurant les caractéristiques de l'indentation résultante, telles que sa taille ou sa profondeur, on peut déduire des informations sur la dureté, la résistance ou d'autres propriétés mécaniques du matériau testé. [26]

L'essai de dureté Rockwell se déroule en plusieurs étapes :

- Application de la précharge : Une précharge F_0 initiale est appliquée pour établir une surface de référence. Cette précharge est généralement de faible magnitude et sert à éliminer les irrégularités de surface.
- Application de la charge principale F_m : La charge principale est appliquée après la précharge. Elle est choisie en fonction du matériau et de l'épaisseur de l'échantillon. La charge est maintenue pendant un court laps de temps.
- Mesure de la profondeur de pénétration h : Après la stabilisation de la charge, la profondeur de pénétration de l'indenteur est mesurée à l'aide d'un comparateur de lecture directe.
- Lecture de la dureté : La valeur de dureté Rockwell est directement lue sur l'échelle du comparateur. Différentes échelles de dureté Rockwell peuvent être utilisées, telles que $B, C, D, E, F, G, H, K, N, T$, et W , en fonction des spécifications du matériau et des conditions d'essai.

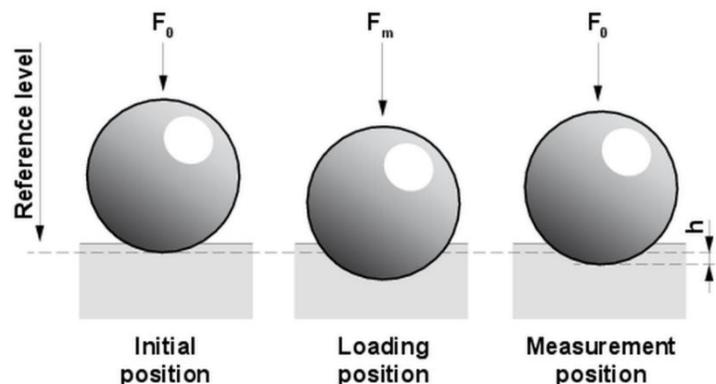


Figure I.6 : Essai de dureté Rockwell [27].

❖ Essai de dureté Brinell

Le pénétrateur utilisé dans cet essai est une bille en acier trempé, en carbure de tungstène ou en diamant, avec un diamètre D . l'essai consiste à imprimer cette bille sur la surface d'un matériau sous l'action d'une charge P appliquée pendant une durée normalisée de quelques secondes. Une fois que le pénétrateur est retiré, on mesure le diamètre d de l'empreinte formée à l'aide d'un microscope [28].

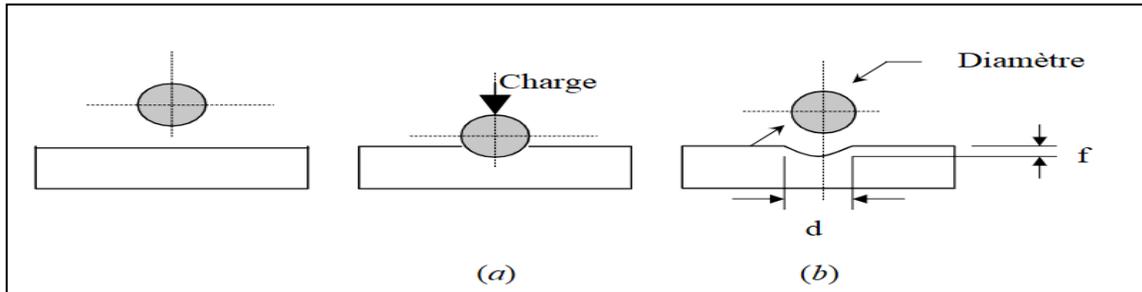


Figure I.7 : Schéma de l'indentation Brinell. (a) Etape de chargement, (b) Empreinte [29].

L'aire superficielle de la calotte sphérique S laissée par la pénétration de l'indenteur bille est fonction du diamètre initial de la bille D et du diamètre de l'empreinte résiduelle d . La relation permettant de calculer cette surface est la suivante :

$$S = \pi Df \text{ et } f = \frac{1}{2} (D^2 - \sqrt{D^2 - d^2}) \quad (I.4)$$

Soit encore :

$$S = \frac{\pi D}{2} (D^2 - \sqrt{D^2 - d^2}) \quad (I.5)$$

on obtient ainsi la valeur de la dureté Brinell par la relation:

$$HB = \frac{P}{S} = \frac{2P}{\pi D (D^2 - \sqrt{D^2 - d^2})} \quad (I.6)$$

❖ Essai de Knoop

L'indenteur Knoop est une pyramide à base losange, avec un rapport de longueur entre les deux diagonales de 7. L'angle entre les deux grandes arêtes est de $172,5^\circ$ et de 130° entre les deux petites. La profondeur de pénétration n'étant que de l'ordre de $1/30 \times$ me de la grande diagonale, L , l'indenteur Knoop est particulièrement bien adapté pour mesurer la dureté des couches minces. L'expression donnant la valeur de la dureté Knoop est la suivante [30] :

$$HK = 1,4505 \frac{P}{L^2} \quad (I.7)$$

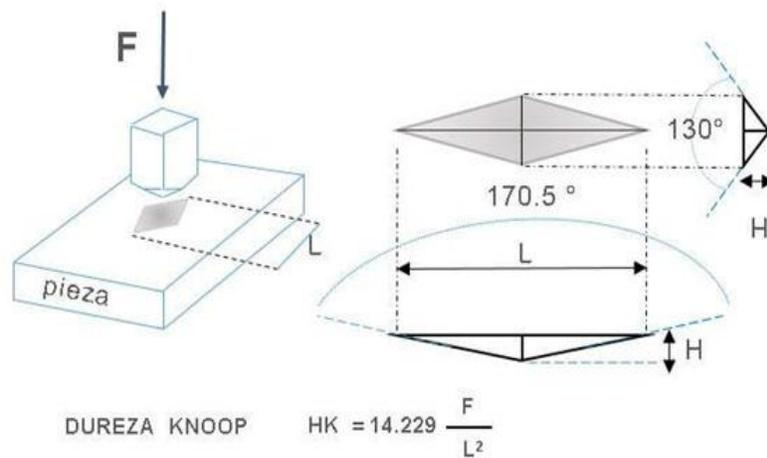


Figure I.8 : Schéma de l'indenteur Knoop [31].

❖ Essai shore [32]

L'essai Shore est une méthode de mesure de la dureté d'un matériau, en particulier les matériaux élastomères tels que le caoutchouc et certains plastiques. Il est basé sur la résistance du matériau à la pénétration d'un indenteur conique ou sphérique dans sa surface. La dureté Shore est exprimée en unités de dureté Shore (par exemple, Shore A, Shore D etc.) où chaque unité représente une plage spécifique de dureté. Il existe deux types principaux de tests de dureté Shore :

Shore A : Utilisé pour mesurer la dureté des matériaux élastomères mous, tels que les caoutchoucs souples. Les valeurs Shore A vont de 0 (très mou) à 100 (plus dur, mais toujours élastique).

Shore D : Utilisé pour mesurer la dureté des matériaux élastomères plus durs, comme certains plastiques et élastomères rigides. Les valeurs Shore D vont également de 0 à 100, mais elles indiquent une dureté plus élevée par rapport à Shore A pour un même matériau.

Cependant, il convient de noter que la dureté Shore mesure principalement la résistance à la pénétration superficielle et ne fournit pas toujours une indication précise de la résistance globale ou de la rigidité d'un matériau.

I.3.1 L'intérêt des essais mécaniques

Les essais mécaniques sont réalisés sur les matériaux pour [33] :

- Le contrôle de qualité : permettent de s'assurer que les matériaux répondent aux normes de qualité et de performance requises.
- Le développement de nouveaux produits : Les essais mécaniques peuvent aider à déterminer les caractéristiques mécaniques optimales pour de nouveaux types de matériau.
- L'optimisation de la production : Les essais mécaniques peuvent aider à améliorer les processus de production en identifiant les faiblesses dans les matériaux et en proposant des améliorations.
- La recherche et le développement : Les essais mécaniques peuvent être utilisés pour explorer les propriétés mécaniques matériaux et pour développer de nouveaux matériaux et techniques de fabrication

I.4 Traitement thermique des matériaux

Le traitement thermique des matériaux est un processus essentiel dans la fabrication et la modification des propriétés des matériaux. Il s'agit d'une technique de traitement qui implique le chauffage des matériaux à une température élevée, suivie d'un refroidissement rapide ou lent selon le résultat souhaité, afin d'améliorer leur structure microscopique leurs propriétés mécaniques, physiques et chimiques [34].

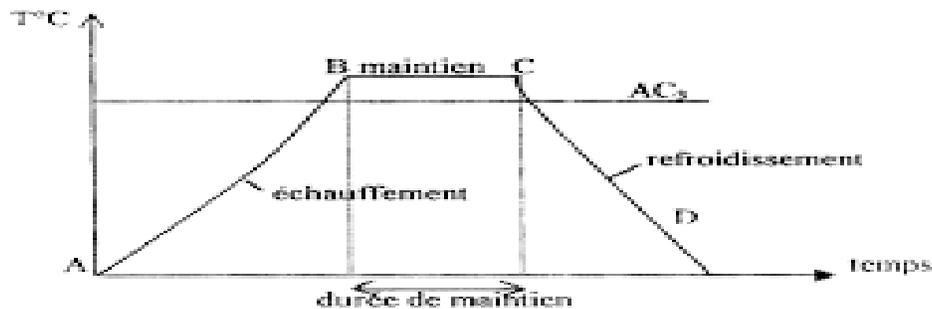


Figure I.9 : Diagramme du traitement thermique des matériaux [35].

I.4.1 Types de traitements thermiques

Il existe plusieurs types de traitements thermiques, chacun adapté à un type de matériau et à un objectif spécifique, on distingue :

- **Le Recuit** : consiste à chauffer le matériau à une température élevée puis à le maintenir à cette température pendant une période de temps spécifique, suivie d'un refroidissement lent et contrôlé. Ce traitement est utilisé pour éliminer les tensions internes, améliorer la ductilité et la résistance à la corrosion [36].
- **La trempe** : après l'avoir chauffé le matériau à une température supérieure à sa température critique de transformation afin d'assurer la dissolution complète des phases précédentes. Le matériau est rapidement refroidi en le plongeant dans un milieu de refroidissement tel que l'eau, l'huile ou l'air comprimé. Ce refroidissement rapide permet de piéger les atomes dans une structure cristalline métastable appelée martensite, elle est caractérisée par une structure désordonnée et une haute dureté, ce qui confère au matériau une résistance accrue [37].
- **Le revenu** : consiste à chauffer le matériau trempé à une température moyenne, puis à le refroidir lentement. Ce traitement est utilisé pour réduire la dureté excessive due à la trempe tout en conservant une résistance mécanique élevée.
- **La normalisation** : consiste à chauffer le matériau à une température élevée puis à le refroidir à l'air libre. Ce traitement est utilisé pour améliorer l'usinabilité, la ductilité et la résistance à la rupture.

I.4.2 Intérêt de traitement thermique des matériaux

Le traitement thermique des matériaux présente de nombreux intérêts, notamment :

- Amélioration des propriétés mécaniques : le traitement thermique permet d'améliorer les propriétés mécaniques des matériaux tels que la résistance à la traction, la dureté et la résistance à l'usure.
- Modification de la structure cristalline : le traitement thermique peut modifier la structure cristalline des matériaux, ce qui peut entraîner une amélioration de leurs propriétés mécaniques et physiques.
- Amélioration de la résistance à la corrosion : certains traitements thermiques peuvent améliorer la résistance à la corrosion des matériaux.
- Réduction des contraintes internes : le traitement thermique peut aider à réduire les contraintes internes dans les matériaux, ce qui peut améliorer leur résistance à la fatigue.

- Modification des propriétés électriques : le traitement thermique peut modifier les propriétés électriques des matériaux, ce qui peut être utile dans certaines applications

Chapitre II :
Réalisation
expérimentale et
interprétation des
résultats

II.1 Introduction

Dans tout ce qui suit, nous allons exposer les différentes étapes expérimentales suivies pour préparer une pastille solide et dure à partir des mines des crayons graphites de la gamme 1H-6H. Une forme utile et convenablement adaptée à de nombreuses mesures, tel que la dureté et l'analyse spectrale. Elle permet de mieux interpréter les facteurs influençant les valeurs de la dureté des mines de graphite. Désormais, ces pastilles ont subi un traitement thermique afin d'améliorer leurs propriétés et pouvant être utilisées dans d'autres disciplines. La dureté des pastilles de graphite est également un facteur important à considérer, car elle détermine la qualité du trait de dessin.

II.2 Mines des crayons graphite

II.2.1 Définition

Les mines de crayons de graphite désignent les tiges minces et cylindriques de graphite (un matériau de carbone) qui sont utilisées pour écrire ou dessiner dans les crayons à mine. Le graphite est un matériau qui laisse une marque sur le papier lorsque frotté contre celui-ci. Les mines de crayons de graphite sont insérées dans un corps en bois ou en plastique pour former un crayon et sont protégées par une gaine extérieure. En ajustant la pression appliquée sur le papier, on peut obtenir des traits plus légers ou plus foncés, ce qui permet d'écrire ou de dessiner avec précision. Les crayons de graphite sont couramment utilisés pour l'écriture, le dessin technique, l'art, et diverses autres applications créatives et éducatives [38].

II.2.2 Fabrication

La fabrication des mines de crayons graphite est un processus complexe et qui se déroule en plusieurs étapes :

- **La préparation** : Elles sont préparées à partir du graphite et l'argile en différentes proportions mélangés avec de l'eau pour former une pâte ;
- **Le façonnage de la mine** : La pâte est ensuite pressée et extrudée sous forme de bâtons minces, qui seront découpés à la longueur souhaitée .
- **Le séchage** : Les mines sont séchées à l'air libre ou dans des fours spéciaux pour éliminer toute l'humidité .
- **La cuisson** : Les mines sont cuites à des températures élevées pour éliminer tous les composants organiques et renforcer la structure des mines .

- **Le vernissage** : Certaines mines sont enduites d'un vernis pour améliorer leur résistance à l'eau et à l'abrasion .
- **Taillage** : Après avoir été découpées à la longueur souhaitée, les mines de crayons de graphite peuvent être taillées pour obtenir une pointe fine et affûtée. Cette étape permet aux utilisateurs de commencer à écrire ou à dessiner avec précision dès l'utilisation du crayon.
- **La gravure** : Les mines sont gravées avec le degré de dureté de graphite correspondant.
- **L'emballage** : Les mines sont emballées dans des boîtes pour être expédiées et vendues.

II.2.3 Classification des mines de crayons graphites

Elle basée sur la dureté de la mine et est déterminée par la proportion de graphite et d'argile utilisée dans la fabrication de la mine. La classification la plus couramment utilisée est l'échelle de dureté de Mohs, qui va de 9H (très dur) à 9B (très doux) [39]. D'autres classifications incluent l'échelle de dureté de Faber-Castell, qui utilise une échelle numérique allant de 1 (très doux) à 8 (très dur), et l'échelle de dureté de l'industrie européenne, qui utilise une échelle allant de H (très dur) à B (très doux) avec des chiffres intermédiaires pour des degrés spécifiques [40].

Il existe également d'autres critères de classification, tels que la couleur de la mine (noire ou de couleur) ou la texture de la mine (lisse ou rugueuse) [41] . La norme ISO 4042-1980 définit les classes suivantes :

- H (Hard): haute teneur en graphite inférieur par rapport à l'argile, dur, gris clair et sèche.
- B (Black) : teneur élevée en graphite, doux et noir.
- HB (Hard and Black) : haute teneur en graphite, tendre et noir.
- F (Fine Point) : teneur moyenne en graphite, moyennement dur et gris foncé.

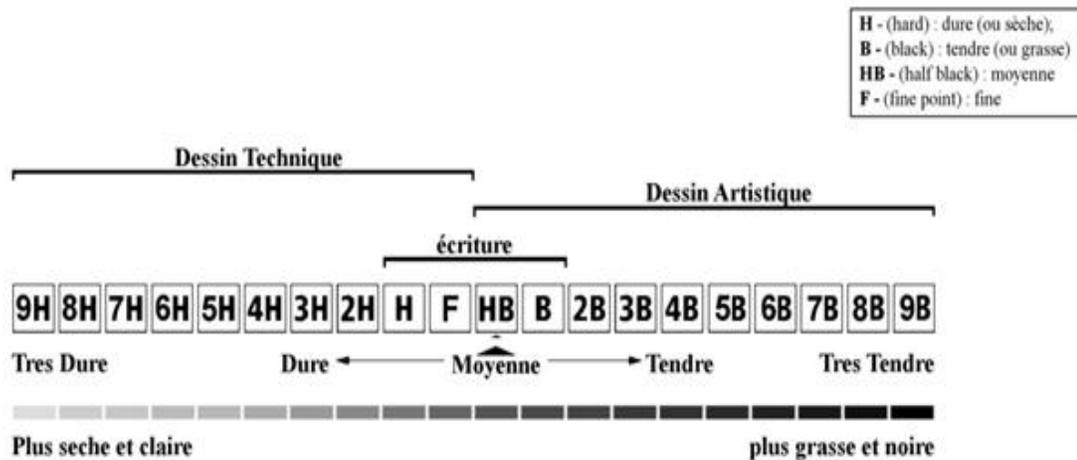


Figure II.1 : Echelle de dureté des mines de crayon graphite [42].

II.2.4 Structure cristallographique du graphite

Le graphite est un matériau allotrope du carbone, sa structure cristallographique est composée de feuilles de carbone hexagonales empilées les unes sur les autres, formant ainsi des couches de graphène. Chaque atome de carbone dans la feuille est lié à trois autres atomes de carbone par des liaisons covalentes, créant un réseau hexagonal plan. Les couches de graphène sont liées entre elles par des forces de Van der Waals faibles. Cette structure confère au graphite ses propriétés uniques de lubrification et de conductivité électrique élevée dans le plan des feuilles [43]. Le graphite cristallise selon deux systèmes (Figure II.2) :

- Le système hexagonal, la forme la plus répandue (90 % de tous les cristaux) où les feuillets élémentaires se disposent selon un ordre A - B - A - B, c'est la phase alpha graphite.
- Le 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 ; c'est la phase Bêta-graphite.

Les deux formes de graphite ont des propriétés physiques très similaires, sauf que les couches de graphène pour chacune de graphite sont empilées de différentes manières [44].

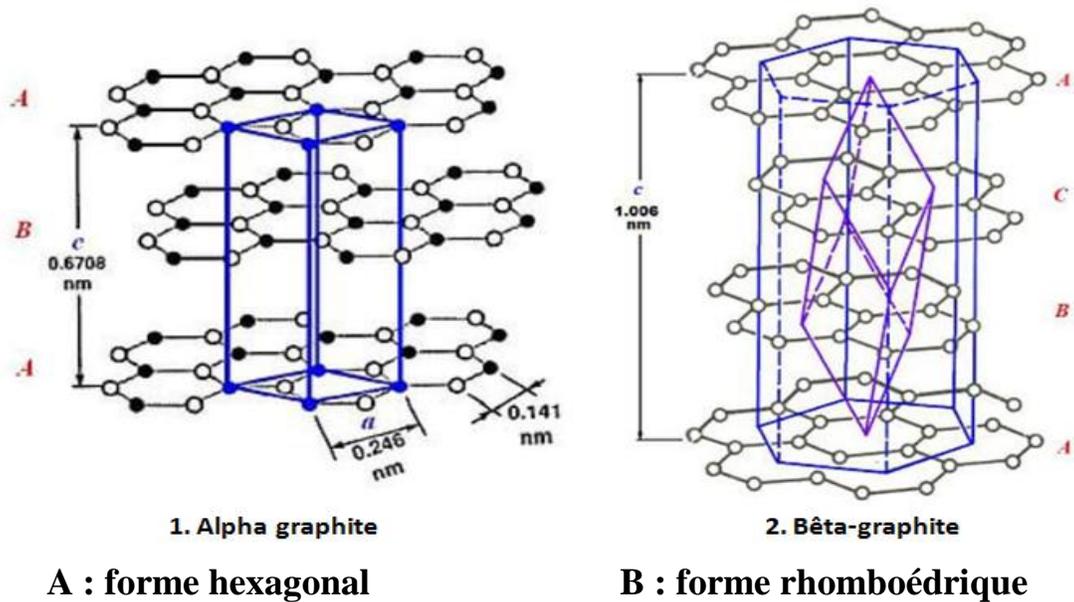


Figure II.2 : La structure cristallographique du graphite [45]

II.3 Types de graphite

a. Le graphite naturel

Le graphite naturel est composé de carbone pur à plus de 98%, avec des traces d'impuretés telles que le fer, le cuivre et le molybdène. Il se trouve dans la nature sous forme de cristaux ou de veines. Le graphite est largement utilisé dans l'industrie pour la production d'électrodes, de lubrifiants et de revêtements résistants à la chaleur. Sa structure en couches et son élasticité font également du graphite naturel un matériau intéressant pour les applications dans les batteries Lithium-ion et les super condensateurs. Le graphite naturel se forme à partir de matière organique qui subit des transformations chimiques profondes sous l'effet de températures et de pressions élevées dans les couches profondes de la croûte terrestre. Ce processus de formation s'étend sur des millions d'années et aboutit à la création de cristaux de graphite que l'on peut exploiter pour diverses applications industrielles [46]. Le graphite naturel peut être classé en deux types principaux en fonction de sa structure cristalline : le graphite en flocons et le graphite en cristal [47].

• Le graphite en flocons

Caractérisé par des cristaux de graphite fins et plats, qui se présentent sous forme de flocons et sont souvent associés à des roches métamorphiques telles que les schistes quartz-biotite et les gneiss. Le graphite en flocons est le type de graphite le plus couramment extrait [48].



Figure II.3: Le graphite en flocons [49].

• Le graphite en veine (ou graphite cristallin en bloc)

C'est une forme de graphite qui se présente sous la forme de grandes masses ou veines dans les roches. C'est comme si le graphite se trouvait à l'intérieur de la terre, dans de gros morceaux. Cette forme de graphite est généralement plus pure que d'autres types de graphite, ce qui signifie qu'elle contient moins d'impuretés. En raison de sa pureté, le graphite en veine est souvent utilisé dans des applications spéciales, comme la fabrication de certains types d'électrodes, de lubrifiants de haute qualité et de revêtements résistants à la chaleur. En résumé, le graphite en veine est une forme de graphite pure qui se trouve en gros morceaux dans les roches et qui est utilisée pour des usages particuliers en raison de sa qualité élevée [50].



Figure II.4 : Le graphite en veine [51].

• **Le graphite amorphe (ou graphite microcristallin)**

Le graphite amorphe, également appelé graphite microcristallin, est une forme de graphite qui n'a pas de structure cristalline bien définie. Au lieu de cela, ses atomes de carbone sont disposés de manière plus désordonnée, ce qui lui donne une texture moins ordonnée que d'autres formes de graphite. En raison de cette structure moins organisée, le graphite amorphe est souvent plus mou que d'autres types de graphite, ce qui le rend utile comme lubrifiant sec ou comme matériau pour les noyaux de certains crayons. Il est également utilisé dans les piles alcalines. Donc, en résumé, le graphite amorphe est une forme de graphite avec une structure moins ordonnée, qui est souvent utilisée pour ses propriétés de lubrification et d'écriture [52].

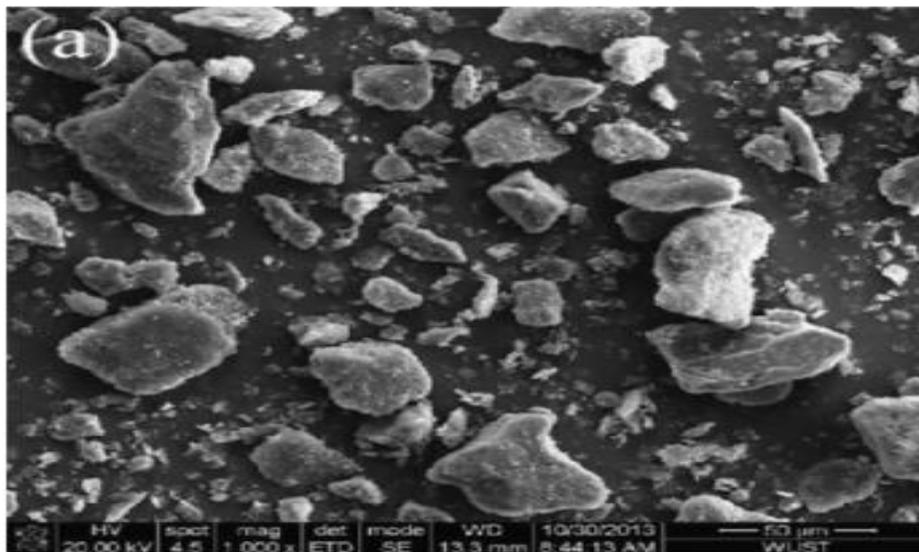


Figure II.5 : Graphite microcristallin [53].

b. Le graphite synthétique

Le graphite synthétique est produit à partir de coke de pétrole et de graphite naturel à haute température et haute pression, qui peuvent être énergivores et coûteux [54]. Il est principalement utilisé comme matériau de carbone pour les électrodes, les réfractaires et les lubrifiants. Le graphite synthétique possède des propriétés physiques et chimiques similaires à celles du graphite naturel, mais il est généralement plus pur et plus uniforme dans sa structure cristalline.

Il existe différents types de graphites synthétiques, chacun ayant des propriétés spécifiques en fonction des méthodes de fabrication utilisées. Les types les plus courants sont [55] :

- Graphite synthétique à partir de coke de pétrole
- Graphite synthétique à partir de carbone pyrolytique (CVD)
- Graphite synthétique à partir de carbone fritté

II.4 Propriétés du graphite

• **Dureté** : Le graphite est un matériau très doux, ayant une dureté de 1 à 2 sur l'échelle de dureté de Mohs [56].

• **Conductivité électrique** : le graphite est considéré comme un bon conducteur électrique en raison de la disponibilité d'électrons libres dans sa structure [57], or sa résistivité est supérieure à celle du cuivre, elle diminue avec la température entre 500 et 1 000°C, pour ensuite revenir à sa valeur à température ambiante entre 1 500 et 2 000°C.

• **Propriété lubrifiante** : Le graphite possède une excellente propriété lubrifiante. Cette propriété est due à deux facteurs principaux : la faible cohésion entre les feuillets de graphite, qui leur permet de glisser très facilement les uns par rapport aux autres, et la présence de gaz adsorbé à la surface des feuillets, cette qualité lubrifiante disparaît lorsque les gaz sont éliminés sous vide.

• **Résistance à l'oxydation** : Le graphite présente une résistance à l'oxydation, mais le taux d'oxydation peut varier en fonction de la taille des particules et de la température. Certaines impuretés peuvent également augmenter ce taux en agissant comme catalyseurs [58].

La diminution de la taille des particules de graphite augmente le taux d'oxydation, car cela augmente les surfaces disponibles pour l'attaque par l'oxygène. En ce qui concerne la température,

l'oxydation du graphite est généralement imperceptible à 400 °C, mais devient très rapide à 850 °C [59].

- **La conductivité thermique** : La conductivité thermique élevée du graphite est due à sa structure cristalline en couches. Cette structure permet aux électrons de se déplacer facilement à travers les couches, conduisant ainsi la chaleur de manière efficace. La conductivité thermique du graphite varie en fonction de la direction dans laquelle elle est mesurée, étant plus élevée dans le plan des couches qu'entre les couches. En général, la conductivité thermique du graphite est extrêmement élevée, de l'ordre de 2000 à 3000 $\frac{W}{m \cdot K}$ à température ambiante.

- **Résistance à la chaleur** : Le graphite a une excellente résistance à la chaleur, avec un point de fusion d'environ 3650°C .

- **Faible coefficient de dilatation thermique** : Le graphite possède un faible coefficient de dilatation thermique, ce qui signifie qu'il se dilate très peu lorsqu'il est exposé à des températures élevées .

Le tableau ci-dessous, résume les propriétés physiques qu'à le graphite.

Tableau II.1 : Propriétés physiques du graphite [60]

Nom du paramètre:	Valeur:
La longueur de liaison C – C, nm	0,142
La distance entre les couches, nm	0,335
Densité, g / cm ²	à partir de 2.08 à 2.23
Point de fusion, °C	3845-3890
Point d'ébullition, °C	4200
Conductivité thermique, W /(m·K)	de 100 à 354,1

II .5 La différence entre le diamant et le graphite

Le graphite et le diamant sont deux formes naturelles du carbone du carbone avec des propriétés physiques et chimiques très différentes malgré leur similitude structurelle.

Le diamant est une substance cristalline très dure et transparente, formée de carbone pur avec une structure en treillis cubique. Les liaisons covalentes entre les atomes de carbone dans cette structure sont très fortes et se prolongent uniformément dans toutes les directions, ce qui donne au diamant ses propriétés physiques uniques telles que sa dureté élevée, son point de fusion élevé et son excellente conductivité thermique, généralement il est utilisé comme matériau dans la fabrication des bijoux et le forage.

Le graphite, quant à lui, est une substance cristalline plus douce, opaque et noire, également constituée de carbone pur, mais avec une structure en couches de feuilles de graphène empilées. Ces couches de feuilles de graphène sont reliées entre elles par des forces de Van der Waals, qui sont plus faibles que les liaisons covalentes du diamant. Cette différence structurelle donne au graphite des propriétés physiques différentes, notamment une conductivité électrique et thermique élevée et une résistance à la corrosion [61]. Le graphite est utilisé comme piles sèches, arc électrique, lubrifiant et mines de crayon.

Le graphite se transforme en diamant lorsque des conditions de température et de pression extrêmement élevées sont réunies. Cette transformation ne se produit pas naturellement à la surface de la Terre en raison des conditions de température et de pression ambiantes. Pour que cette transformation se produise, il faut atteindre des températures d'environ 1 500 degrés Celsius (2 732 degrés Fahrenheit) ou plus, ainsi que des pressions extrêmement élevées, généralement supérieures à environ 725 000 livres par pouce carré (5 *GPa*).

Ces conditions se trouvent naturellement dans le manteau terrestre, à des profondeurs considérables sous la surface de la Terre. C'est là que la transformation du graphite en diamant se produit naturellement au fil de millions d'années sous l'effet de la chaleur et de la pression. Les diamants extraits à la surface de la Terre sont le résultat de ces transformations profondes.

En résumé, la principale différence entre le graphite et le diamant réside dans leur structure cristalline et dans les types de liaisons entre les atomes de carbone.

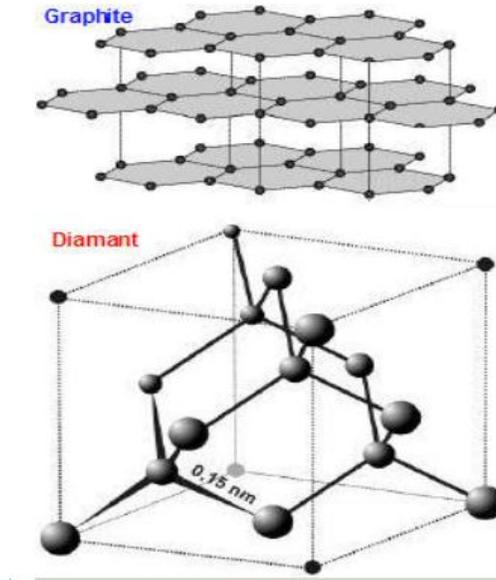


Figure II.6 : Structure en feuillets du graphite et structure cubique du diamant [62]

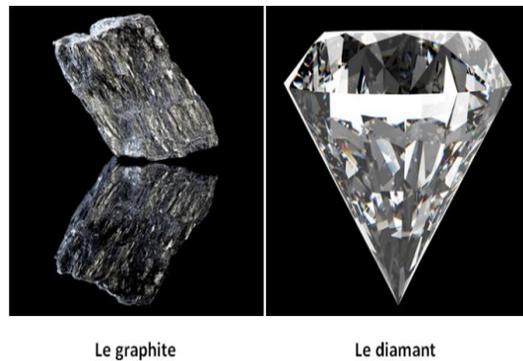


Figure II.7 : Le graphite et le diamant [63]

II.6 Les applications du graphite

En plus que le graphite entre dans la fabrication des mines des crayons, il a d'autres applications en raison de ses propriétés uniques, en voici quelques-unes [64]:

- Applications dans les batteries : le graphite est utilisé comme matériau d'anode dans les batteries au lithium-ion en raison de sa capacité à stocker de l'énergie électrique.
- Applications dans l'industrie nucléaire : le graphite est utilisé comme modérateur de neutrons dans les réacteurs nucléaires en raison de sa capacité à ralentir les neutrons et à les maintenir en mouvement.

- Applications dans la métallurgie : le graphite est utilisé comme agent réducteur dans la production d'acier et d'autres métaux.
- Applications dans l'industrie électronique : le graphite est utilisé pour la fabrication des composants électroniques tels que les brosses de contact et les joints de fuite.
- Applications dans l'industrie automobile : le graphite est utilisé pour la production de joints d'étanchéité pour les moteurs et les transmissions.
- Applications dans l'industrie du sport : le graphite est utilisé pour la fabrication de raquettes de tennis, de clubs de golf et de bâtons de hockey en raison de sa légèreté et de sa rigidité.
- Applications dans l'industrie des composites : le graphite est utilisé pour la fabrication de matériaux composites tels que les matériaux renforcés de fibres de carbone.

II.7. Procédé expérimental pour l'étude des mines de crayons graphites 1H-6H

II.7.1 Préparations des pastilles

La préparation des pastilles de graphite est une étape cruciale dans de nombreuses expériences scientifiques, notamment dans la fabrication de crayon. Dans cette partie expérimentale, nous allons explorer les différentes étapes de leur préparation, également examiner la dureté des pastilles de graphite afin de déterminer leur qualité et étudier les facteurs qui influent sur la dureté des mines.

1) Extraction des mines :

Nous avons acheté un nombre important des crayons de la marque TECHNO des modèles 1H, 2H, 3H, 4H, 5H, 6H disponible sur le marché. Le noyau en graphite des crayons a été soigneusement retiré manuellement de son enveloppe en bois à l'aide d'un cutter en acier inoxydable ; préalablement nettoyer par l'Alcool.

2) Broyage et Tamissage:

Pour chaque type, les mines de crayon ainsi récupéré ont été moulu manuellement et transformé en poudre fine par l'utilisation d'un mortier en porcelaine avec pilon. Par la suite, les poudres des crayons assemblées sont tamisée avec un tamiseur jusqu'à ce quelle atteinte une taille des grains 400µm



Figure II.8 : Poudre de la mine de crayon graphite

3) Réduction de la poudre en pastilles

Pour la réduction de la poudre en échantillon solide et façonné des pastilles, nous avons utilisé La pastilleuse de laboratoire MP150. Son principe de fonctionnement est basé sur la compression hydraulique des échantillons en poudre permettant une pression constante et précise.

Pour chaque type de mine de crayon, nous avons pris une quantité de masse d'environ 2g. pour faciliter le compactage des pastilles et d'améliorer la plasticité de la poudre lors du pressage en favorisant l'agglomération des grains et ainsi limiter les problèmes d'adhérence sur les parois du moule, ensuite un liant « Alcool polyvinyle (APV) » a été mélangé avec la poudre. La poudre est placée entre les deux disques contenus dans un moule de compression. Par la suite, une pression de 7 tonnes a été appliquée. Une fois que l'échantillon est formé en disque solide, celui-ci est retiré du moule.

Nous avons préparé des pastilles en double de chaque modèle (12 échantillon au totale), dont l'une destinée pour subir un traitement thermique, l'autre pastille est conservée comme référence pour la comparaison des résultats. La pastilleuse est nettoyée après chaque utilisation pour assurer des performances optimales.



Figure II.9 : Pastilleuse MP150



Figure II.10: pastilles avant traitement thermique

L'opération de polissage afin d'éliminer les aspérités et les imperfections de la surface de la pastille de graphite, le polissage des pastilles a été effectuée avec du papier abrasif 1200, 1500 et 2000. Ensuite, les échantillons ont été finit avec un papier feutre pour avoir un état miroir des surfaces.



Figure II.11 : Polisseuse

4) Traitement thermique

Pour le chauffage des pastilles on a utilisé un four de type Nabertherm (figure ci-dessous) qui permet d'obtenir une température uniforme.

Les six pastilles ont été placées dans un creuset en porcelaine approprié pour les supporter pendant le processus de traitement thermique, elles sont introduites dans le four on s'assure que les creusets sont bien positionnés et qu'il n'entrave pas la circulation de l'air dans le four.

Le four a été programmé de la température ambiante ; avec une vitesse de montée faible environ $\frac{20^{\circ}c}{min}$ afin d'éviter le choc thermique des pastilles jusqu'à la température requise de $950^{\circ}c$ à cette température dite de maintien où on réalise un maintien qui dure 3 heures. Une fois que la période de 3 heures s'écoulée, les pastilles ont été refroidi lentement à l'intérieur du four jusqu'à atteindre la température ambiante. Par la suite elles sont retirées du four en toute sécurité pour éviter tout dommage.



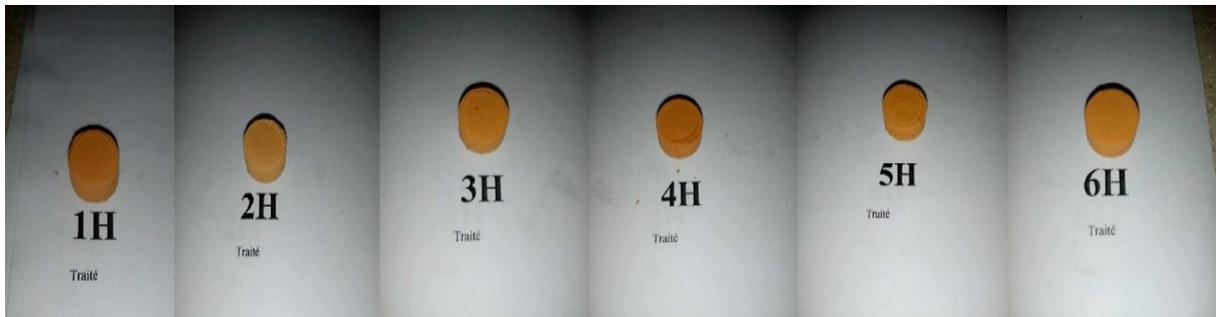
Figure II.12: Le four

II.8 Résultats et discussions

a) Résultats du traitement thermique

Comme le montre la figure ci-dessous, les pastilles ont changé de couleur à la température de 950 °C cela s'explique par le changement chimique du graphite de couleur noir. On a aussi pu vérifier que la masse de la pastille a diminué, cela revient à la combustion du graphite à cette température et d'argile ; ce résultat est conforme à celui de la référence [1]. Cette combustion permet des interactions possibles, conduisant à la formation d'autre phase.

Figure II.13 : pastilles après traitement thermique



b) Résultats de la dureté

Pour mesurer la dureté des pastilles par le microduromètre Vickers sous faible charge, chaque pastille est placée sur le support de mesure et on s'assure que la surface est propre. Ensuite, une charge de 100 g est appliquée sur la pointe du microduromètre, qui pénètre légèrement dans la pastille.

La force de pénétration est maintenue pendant 10 s afin de permettre la mesure précise de l'empreinte laissée par la pointe sur la surface de la pastille. Après, le maintien de la charge, la pointe est retirée et l'empreinte est mesurée à l'aide d'un microscope. Ce processus de mesure a été répété 3 fois pour chaque pastille, en notant à chaque fois la valeur de la dureté affichée sur le microduromètre. Nous avons calculé la moyenne de dureté Vickers obtenue pour chaque modèle de mine de crayon graphique réalisé sur les pastilles références qui n'ont pas subi le traitement thermique, et les rapportés dans le tableaux ci-dessous résume.

Tableaux II.2 : la dureté des mines de crayons

Mine des crayons	La dureté (HV)	La dureté (MPa)
1H	90,66	889,10
2H	105,33	1032,97
3H	96,93	950,59
4H	101,13	991,78
5H	95,36	935,19
6H	71,6	702,18

Notons que les mines des crayons graphites présentent des duretés différentes. Cette différence revient à la quantité de graphite et d'argile présente dans chaque type de mine H. étant donnée, le numéro de la mine H augmente, la proportion de graphite diminue et celle de l'argile céramique augmente (on peut se référer au tableau de la référence [68]). On peut prédire que la microdureté de la mine est croissante, car elle est liée à la quantité d'argile céramique y contenu. On conclut que plus la proportion d'argile céramique est importante, plus la mine est dure. On obtient alors un crayon au tracé très fin et à la tonalité claire. En revanche, moins la mine contient d'argile céramique, plus elle est tendre. Le crayon est au un tracé plus épais et plus foncé. Alors que c'est n'est pas notre cas, où nous remarquons des ambiguïtés des valeurs de microduretés. Et ce qui nous conduit à faire une analyse de la composition chimique de ces mines. D'un autre côté, la pastille est un peu fragile et présente une surface rugueuse même avec polissage, cela est due à la taille des grains, elle est grande.

Concernant les pastilles qui ont subi un traitement thermique, la détermination de leur microdureté a échoué, elles nécessitent une pression élevée qui dépasse 300 g (la valeur limite de l'appareil qu'on peut pas dépasser. Et pour ce faire il faut faire subir aux pastilles un traitement thermique élevé qui dépasse la température de combustion de graphite mentionnée précédemment.

Conclusion générale

Conclusion générale

Au terme de cette étude qui représente désormais une contribution significative à la physique des matériaux et à la compréhension de la dureté des mines de crayons graphite, nous avons réussi à explorer et à comprendre les aspects fondamentaux de ce sujet captivant et découvrir l'effet de quelques facteurs physiques qui régissent cette propriété si cruciale dans l'utilisation des crayons tel que le traitement thermique, la taille des grains, la pression. En revanche, grâce à notre étude bibliographique, nous avons acquis une connaissance approfondie du graphite, sa structure, ses applications.

En effet, la réalisation expérimentale est effectuée avec vigilance, les pastilles sont soigneusement élaborées. Les résultats de la dureté des mines de crayons graphites que nous avons obtenus sont intéressants. Toutefois, ces résultats peuvent être améliorés et donnent l'accès à d'autres analyses physiques à titre d'exemples ; par microscopie, diffraction des RX, également la fluorescence X, afin de trouver une interprétation meilleure aux résultats ainsi obtenus.

Par ailleurs, ces découvertes enrichissent notre compréhension du graphite en tant que matériau de base des crayons et ouvrent la voie à de futures recherches dans le domaine de la physique des matériaux.

Bibliographies

Bibliographie

- [1] : 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*, 115(8), 443–448 , 2016.
- [2] : C. Solomon, A.Nwigbo, C.Paul, A.Okolie, E.Jude , A.Dara , Clement, U. Atuanya, Optimization of extrusion process parameter in manufacture of ilmenite TiO₂ reinforced pencil lead, *Heliyon* 7 , 2021.
- [3] : C. Inyeo, P. Wattanakasiwich, Pencil on paper as low coast alternative resistors, *J. Phy. : Conf. Ser.* 1144, 012165, 2018.
- [4] : N. Bensaada, Synthèse, caractérisation et applications des nanotubes de carbone et des nanocomposites polymères/nanotubes de carbone, Thèse de doctorat de ,Université de Constantine 1, 2012.
- [5] : A. K. Geim and K. S. Novoselov, The rise of graphene, *Nature Materials*, vol. 6, pp. 183-191, 2007.
- [6] : W. D .Callister Jr, D. G. Rethwisch, *Materials Science and Engineering: An Introduction*. (10th ed.). Wiley. 2018.
- [7] : Material Properties Database , <https://www.makeitfrom.com/>
- [8] : Polymer Science Learning Center, University of Southern Mississippi
- [9] : American Ceramic Society, <https://ceramics.org/>
- [10] : G. Ceder et K. Persson, *Materials informatics*, revue *Nature Materials*, 2018.
- [11] : Zpag.net. “Matériaux : Généralité
http://www.zpag.net/Tecnologies_Industrielles/Materiaux_Generalite.html
- [12] : Blétry, M. *Méthodes de caractérisation mécanique des matériaux*, 2006-2007.
- [13] : ASTM E8/E8M-21a, *Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials*, ASTM International,2021.
- [14] : E. Norman, *Dowling Mechanical Behavior of Materials*, 4^{ième} Edition, P 17-19, 2012.
- [15] : <https://fr.quora.com/Quentend-on-par-exigences-en-mati%C3%A8re-dacier-de-traction>
- [16] : G. Dieter, *Mechanical Metallurgy*, pas d’edition, p 23- 31, 2018.
- [17] : R.G. Budyans , J. K. Nisbet, *Shigley Mechanical Engineering Design*, 10^{ième} Edition, P 12-18, 2016.

- [18] : <https://www.rocdacier.com/forum/threads/torsion-d%C3%A9finition-et-essai-de-torsion-simple.1049/>
- [19] : <http://cvm-france.com/ressources-techniques/essai-de-fatigue/>
- [20] : R. C. Hibbeler , T. K .Hwee , Structural Analysis, 8^{ème} , Edition, p 84, 2012.
- [21] : F. Michael , D. Ashby, R. H. Jones, , 4^{ème} Edition Engineering Materials 1,2012.
- [22] : G. Dieter, Mechanical Metallurgy, pas d'edition, p 23- 31, 2018.
- [23] : https://fr.m.wikiversity.org/wiki/Fichier:Durete_vickers.png
- [24] : S. Kalpakjian, Manufacturing Engineering and Technology. P 41-49. (2018).
- [25] : J. Shackelford. Introduction to Materials Science for Engineers, edition 8^{ème} ,2012.
- [26] : <https://www.zwickroell.com/industries/metals/metals-standards/rockwell-test-iso-6508/>
- [27] : ASTM E8/E8M-21a, Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials, 2021.
- [28] : <https://souslemicroscope.com/mesure-de-la-durete-methode-de-brinell/>
- [29] : N.E. Dowling , Mechanical Behavior of Materials, 4^{ème} Edition, P 17-19, 2012.
- [30] : <https://materiales.phemtycs.com/ensayo-de-dureza-knoop/>
- [31] : V. Shah ,Handbook of Plastics Testing and Failure Analysis , No edition, P 66-69 , 2006.
- [32] : R.V.Kamble, V.R. Nagargoje, , Mechanical and Physical Testing of Pencil Lead for Quality Evaluation. Materials Today: Proceedings, 4(2), 1558-1563, 2017.
- [33] : M. P. Groover, Fundamentals of Modern Manufacturing: Materials, Processes, and Systems, 2010.
- [34] : <https://materiales.phemtycs.com/ensayo-de-dureza-knoop/>
- [35] : G. Dieter, Mechanical Metallurgy, pas d'edition, p 23- 31, 2018.
- [36] : R. E. Reed-Hill, Physical Metallurgy Principles, 1972.
- [37] : ISO 9177-2, (fr) Porte-mine Partie 2: Mines graphite Classification et dimensions , 1989
- [38] : K. Boubaker, A. Benhassine, Bennabi, Etude de la texture et des propriétés physiques des mines de crayons graphite en fonction de leur dureté, Matériaux & Techniques, 102(3), 308, 2014.
- [39] : V. Winters , Graphite and Colored Pencil Techniques , 2013.
- [40] : S. D. Wu, Mechanical testing and evaluation, "Handbook of Materials Selection" (2nd Edition) .
- [41] : <https://grandirpresduchataignier.com/2016/03/07/lecon-de-choses-le-crayon/>
- [42] : Polymer Science Learning Center, University of Southern Mississippi

- [44] : <https://arhub.ru/ar/health/iz-chego-delayut-grafit-osnovnye-svoistva-prirodnogo-grafita-perevod-na.html>
- [45] : M. Otero et al., Graphite Deposits , in Mineral Deposits of North Africa, Springer International Publishing, pp. 111-129, 2016.
- [46] : K.W. Boër. Semiconductor Physics. 2eme edition. 2008.
- [47] : R. B. Heimann, Synthetic Graphite, in Encyclopedia of Materials: Science and Technology, Pages 8841-8847 , 2001.
- [48] : <https://fr.lzcarbon.com/graphite-powder/natural-flake-graphite-powder.html>
- [49] : Géologie Québec- Graphite <https://gq.mines.gouv.qc.ca/portail-substances-minerales/graphite/>
- [50] : <https://gq.mines.gouv.qc.ca/portail-substances-minerales/graphite/>
- [51] : L'Encyclopédie Canadienne, Les trois principaux types de graphite, 07/02/ 2006.
- [52] : https://www.researchgate.net/figure/SEM-images-of-natural-microcrystalline-graphite-a-b-and-graphite-flake-c-d_fig1_278190447
- [53] : R. B. Heimann, Synthetic Graphite, in Encyclopedia of Materials: Science and Technology, , Pages 8841-8847 , 2001.
- [54] : <https://fr.lzcarbon.com/graphite-powder/natural-flake-graphite-powder.html>
- [55] : Material Properties Database, <https://www.makeitfrom.com/>
- [56] : V.N. Mochalin, , Y.Gogotsi, Handbook of graphene, graphene oxide, and reduced graphene oxide: properties and applications, 2015
- [57] : A. A. Balandin, H. Peng, Graphene and graphene-like materials: From fundamentals to applications, 2020.
- [58] : Synthetic Graphite: Properties and Applications" de Rudolf Hermann et Thomas Meek.
- [59] : H. K. Shah , A. J. Shah, Pencil Lead Manufacturing Process, International Journal of engineering Research & Technology (IJERT), Vol. 3, Issue 3, Mars 2014.
- [60] : https://www.pdfprof.com/PDF_Image.php?id=50492&t=18
- [61] : <https://www.simplyscience.ch/fr/jeunes/decouvre/element-carbone-c>
- [62] : J. Kim et al., Study on the mechanical and physical properties of pencil lead, Journal of Mechanical Science and Technology , 2010.
- [63] : <http://fr.tjaciddyes.com/acid-dyes/23428066.html>
- [64] :M. C. Sousa, J.W. Buchanan, Observational Models of Graphite Pencil Materials, Computer Graphics Forum, 19 (1), pp.27–49, 2000.

Résumé

Cette étude vise à présenter une étude approfondie de la dureté des mines de crayons graphite de type 1H-6H et de l'influence significative des traitements thermiques sur cette propriété essentielle. Les résultats obtenus montrent que les mines des crayons graphites ont une dureté différente. Sous l'effet du traitement thermique effectué à la température de 950⁰C, pendant 3 heures, le graphite se combiste totalement à cette température.

ملخص البحث

تهدف هذه الدراسة إلى تقديم دراسة معمقة لصلابة أقلام الجرافيت من نوع H6-H1 والتأثير الكبير للمعالجات الحرارية على هذه الخاصية الأساسية. أظهرت النتائج المتحصل عليها أن أقلام الجرافيت لها صلابة مختلفة. وتحت تأثير المعالجة الحرارية التي أجريت عند درجة حرارة 950 درجة مئوية لمدة 3 ساعات، لاحظنا احتراق كلي للجرافيت.

Abstract

This investigation aims to present an in-depth study of the hardness of graphite pencil leads type 1H-6H and the significant influence of heat treatments on this essential property. The results obtained show that the leads of graphite pencils have different hardness. The effect of the heat treatment carried out at a temperature of 950⁰C for 3 hours, the graphite burns totally at this temperature.