

ETUDE D'UN COKE DE SACCHAROSE TRAITÉ A DES TEMPERATURES CROISSANTES

(étude en microscopie électronique, microdiffraction électronique (SAD) et fond noir).

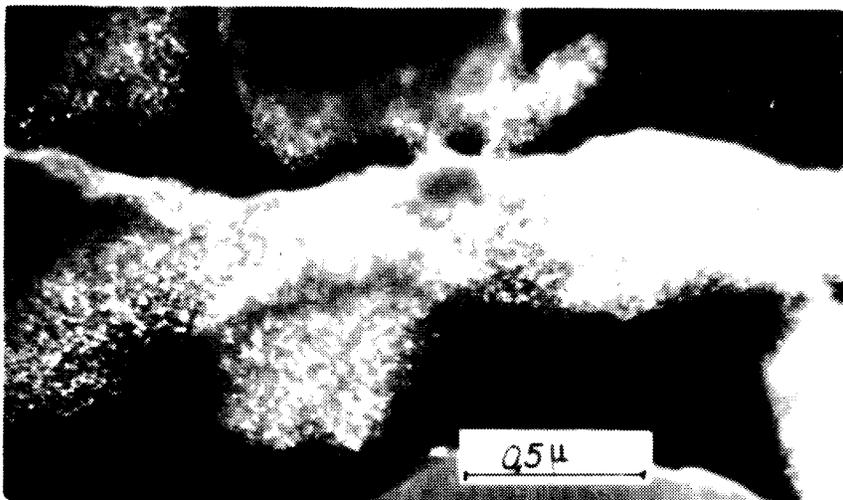
A. OBERLIN, Laboratoire de Minéralogie-Cristallographie  
associé au C.N.R.S. - 1 rue Victor-Cousin - Paris Vème -  
FRANCE.

On sait par les études aux rayons X de R. Franklin, que certains carbones durs, soumis à des températures de traitement croissantes, contiennent (à partir d'environ 2000°) quelques pour cent de graphite ou de phase graphitable, bien que la majeure partie de leur masse ne soit pas graphitable.

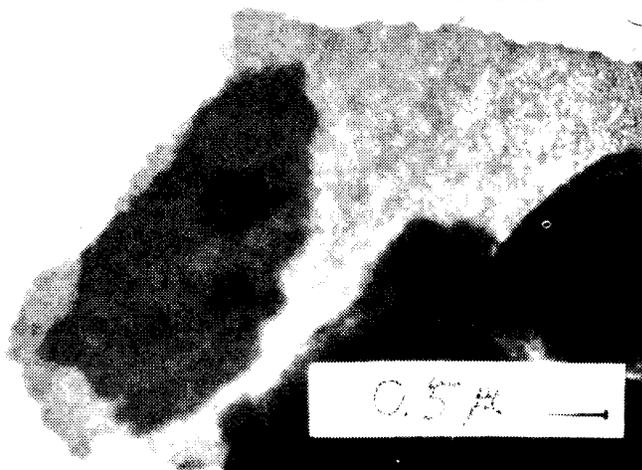
Nous avons étudié à l'aide de la microscopie électronique, de la microdiffraction électronique (SAD) et du fond noir, un coke de saccharose chauffé à 400°, 600°, 1000°, 1500°, 2000°, 2200°, 2300°, 2500°, 2700° et 3000°. Ceci représente le début d'une étude du comportement des carbones durs lorsque HTT croît.

L'échantillon traité à 400° est très désorganisé et les diagrammes SAD sont analogues à ceux de la membrane support. Lorsque HTT croît, les anneaux s'affinent et dès 1000° (00.2) apparaît. La modification des diagrammes cesse à 2000° et on observe alors, outre les réflexions (00.2) et (00.4), des bandes (10) et (11). De ces diagrammes on peut déduire que les particules sont formées de domaines élémentaires bipériodiques, orientés au hasard. A l'aide du fond noir (10) ou (11), on peut mettre ces domaines en évidence et constater que leur diamètre est très inférieur à 100° Å. Corrélativement, des pores se développent dans les particules : décelables à partir de 600°, leur taille et leur nombre augmente jusqu'à 2000°. Entre 2000° et 3000°, la majeure partie du coke demeure apparemment sans changements.

A partir de 2200° apparaît très brusquement un petit nombre de particules de morphologie particulière (rondelles) plus ou moins plissées. Les diagrammes SAD des rondelles plissées sont polycristallins et montrent des réflexions (00.2) pour lesquelles  $d_{00,2} = 3,42 \text{ \AA}$ . Les punctuations ou les arcs de cercle (10) et (11) se prolongent vers les grands angles en traînées continues indiquant l'existence de domaines élémentaires bipériodiques. L'analyse de ces rondelles à l'aide du fond noir (00.2), (10) et (11), montre qu'elles sont composées de couches carbonées élémentaires en empilement turbostratique de rotation. Entre 2200° et 3000°, le nombre des rondelles ne varie pas, mais chacune d'elle se graphite individuellement. Leur graphitisation a été suivie à l'aide de la microdiffraction électronique et du fond noir. A 3000°, toutes les rondelles sont transformées en graphite.



Fond noir (I0) de particules de coke (HTT: 2000°)



Particule de coke poreuse (fond clair)

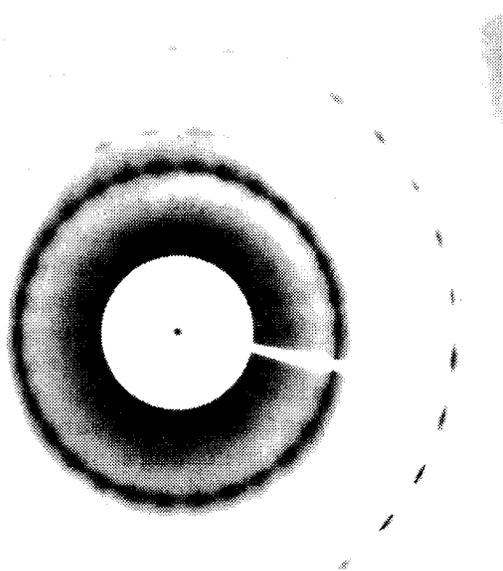
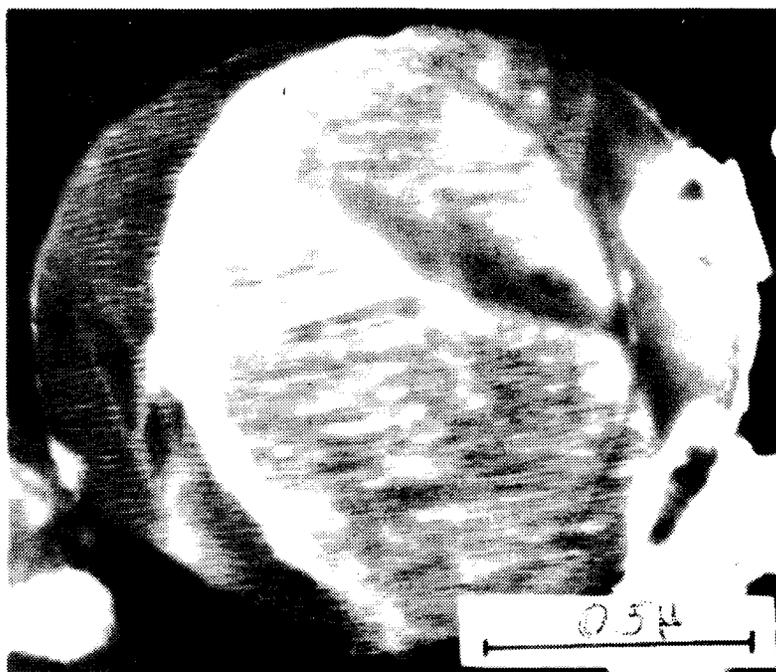


Diagramme SAD d'une rondelle (HTT: 2200°)



Fond noir (I0) de rondelles (HTT: 2200°)