



GECAT 2013 – Cap d'Agde - 29/05/2013

Oxydation sélective des alcanes légers : catalyseurs et procédés

*S. Paul, E. Bordes-Richard, A. Löfberg, A. Essakhi,
F. Jing, B. Katryniok, F. Dumeignil*

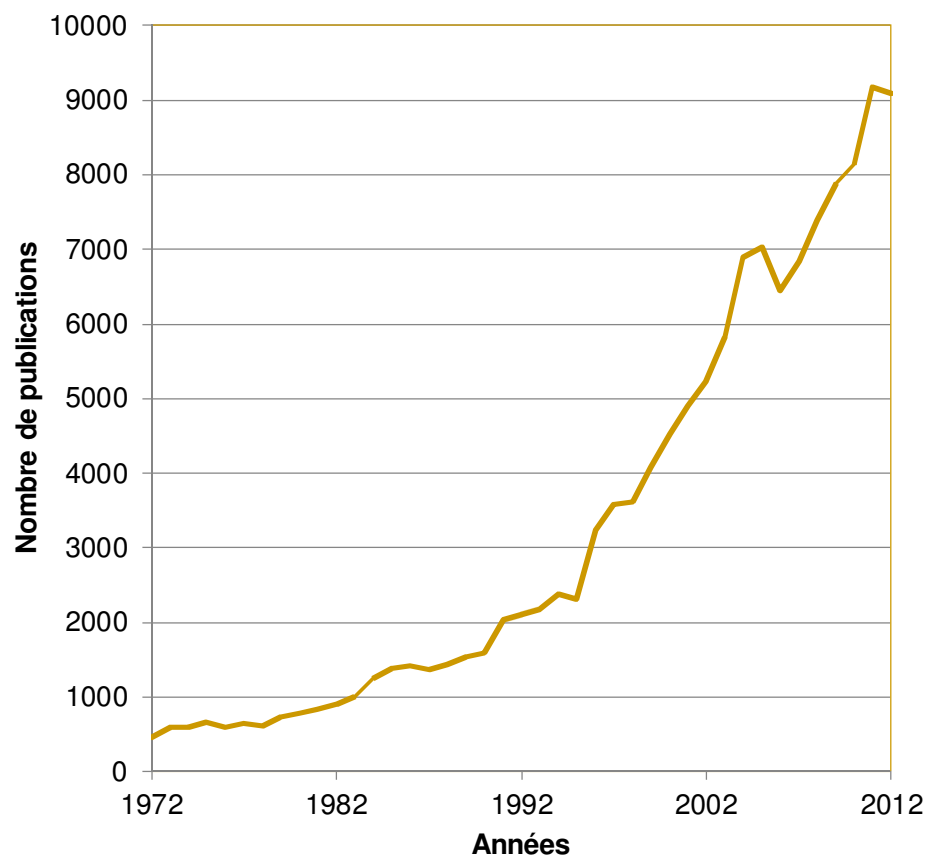
sebastien.paul@ec-lille.fr

Unité de Catalyse et de Chimie du Solide - UMR CNRS 8181
Université Lille Nord de France
59655 Villeneuve d'Ascq Cedex – France

<http://uccs.univ-lille1.fr>



Préambule: littérature sur l'oxydation catalytique



Source: www.scopus.com consulté le 16/05/2013

- Un sujet de plus en plus étudié au fil du temps
- Oxydation = rôle central dans l'industrie chimique

Plan de l'exposé

- 1. Oxydation sélective des alcanes légers: contexte et enjeux**
- 2. Exemple de l'oxydation sélective de l'isobutane**
- 3. Exemple de l'ODH du propane**
- 4. Un nouvel outil pour accélérer les découvertes: la plateforme REALCAT**
- 5. Conclusions**

1. Oxydation sélective des alcanes légers: contexte et enjeux

Cadre de l'exposé

- **Alcanes légers (C1 à C4)**
 - **Méthane**
 - **Ethane**
 - **Propane**
 - **Butanes**
- **Oxydations sélectives en phase gaz**
 - **Catalyse hétérogène**

Alcanes légers

- **Ressources encore très importantes**
 - Raffinage du pétrole brut
 - Gaz naturel
 - Gaz de schiste, de roche, hydrates de méthane...
- **Non renouvelables sauf biogaz**
- **Bas coût**
- **Majoritairement valorisés énergétiquement aujourd'hui**
- **Mais potentiellement intéressants pour la production de grands intermédiaires chimiques**



Procédé catalytique performant (catalyseur et procédé)

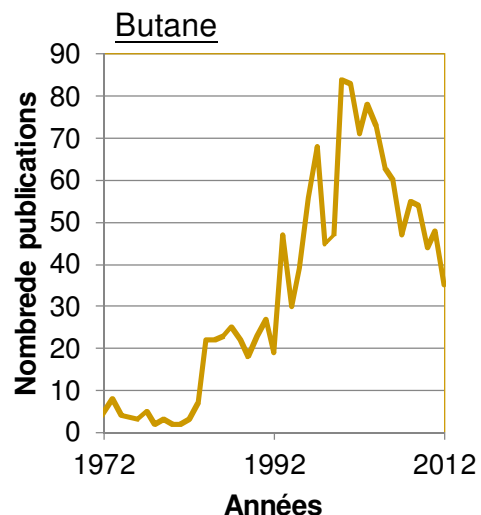
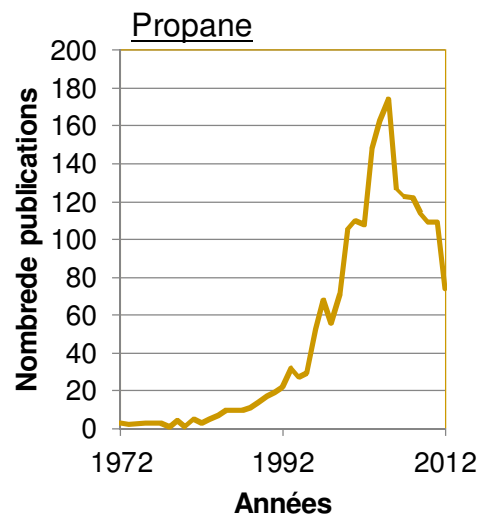
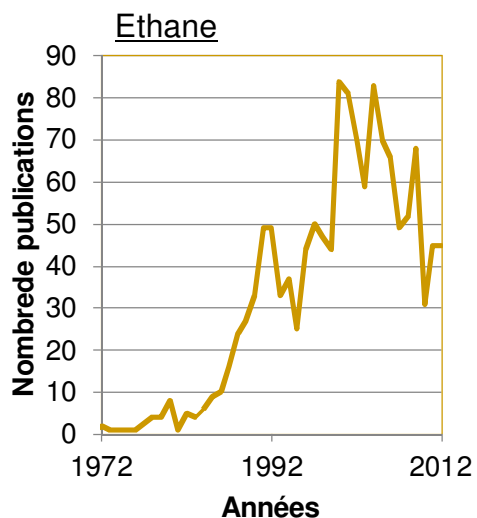
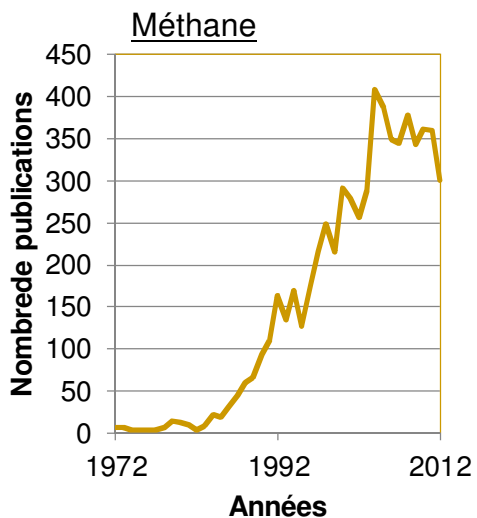
Quelques exemples de réactions (1/2)

- **Méthane**
 - **Ethylène (couplage oxydant)**
 - **Formaldéhyde**
 - **Gaz de synthèse (reformage oxydant)**
- **Ethane**
 - **Ethylène**
 - **Acide acétique**
- **Propane**
 - **Propylène**
 - **Acroléine, Acide Acrylique**
 - **Acrylonitrile**

Quelques exemples de réactions (2/2)

- **n-Butane**
 - **Anhydride Maléique**
- **i-Butane**
 - **i-Butène**
 - **Méthacroléine, Acide Méthacrylique**

Production scientifique

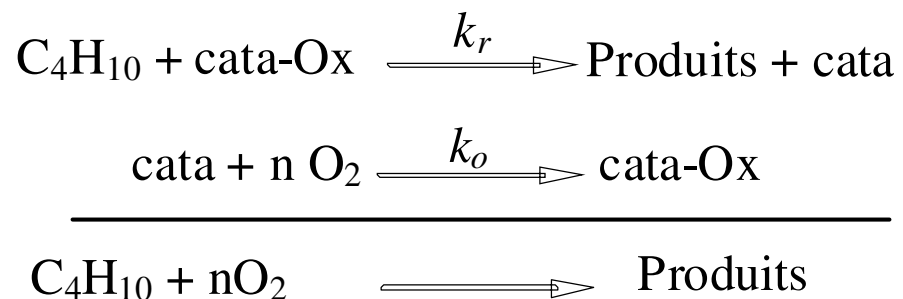


- **C1 et C3 les plus étudiés**
- **Forte croissance des recherches des 80s à début 2000s puis décroissance sauf C1**
 - **Effet de la valorisation de la biomasse?**
- **C1 reste un sujet d'intérêt majeur**
 - **Disponibilité importante en gaz naturel y compris non conventionnel**
 - **Biogaz**

Points-clés

- ❑ **Difficulté à activer la liaison C-H de l'alcane**
 - Conversion généralement faible
 - Température de réaction assez élevée
- ❑ **Des produits plus réactifs que l'alcane**
 - Sélectivité diminue avec la conversion
- ❑ **Importance du type d'oxygène disponible**
 - Sélectif ou non
 - Choix du catalyseur et du type d'agent oxydant
- ❑ **Gestion de l'enthalpie des réactions exothermiques**
 - Choix du réacteur
- ❑ **Mécanisme redox: Mars & Van Krevelen (MVK)**
 - Découplage redox

Modélisation cinétique MVK



1. Réduction des sites catalytiques par l'hydrocarbure
2. Réoxydation des sites par l'oxygène de la phase gazeuse

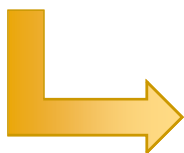
Vitesse de consommation de l'hydrocarbure

$$r = \frac{k_r k_o p_{i\text{Bu}} p_{\text{O}_2}}{k_r p_{i\text{Bu}} + k_o p_{\text{O}_2}} N_S$$

2 paramètres

Quel catalyseur pour ces réactions ?

- Propriétés acides et redox nécessaires
- Catalyseurs oxydes contenant des métaux de transition dont le degré d'oxydation change pendant la réaction (V, Mo...)
- Liaison Me-O plutôt ionocovalente pour oxydation sélective
- Contrôle des propriétés structurales
 - Certains plans cristallographiques plus « sélectifs »
- Isolation des sites parfois pluri-atomiques



Un catalyseur spécifique à chaque réaction

Quel procédé pour ces réactions ?

- **Gestion de l'enthalpie des réactions**
 - **Lit fixe multitubulaire**
 - **Lit fluidisé**
 - **Réacteur structuré**
- **Gestion de la sélectivité**
 - **Lit circulant (découplage redox)**
- **T= 250-700°C**
- **P proche de P_{atm}**
- **Procédés continus**

Quelques exemples

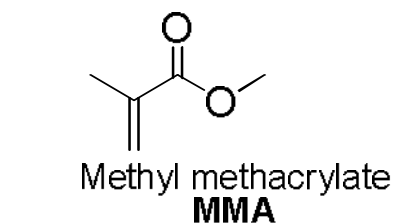
Type de réaction	Réactif(s) ^a	Produit(s)	Nb ^b d'e ⁻	Catalyseur(s) ^c	Y ^d mol %	N.B. ^e
Couplage oxydant	Méthane	Ethane + Ethylène	2 4	Li ₂ O/MgO	25	N.I.
Oxydation Déshydrogénante	Ethane	Ethylène	2	Pt, oxydes	60	N.I.
	Propane	Propène	2	Pt, oxydes	40	N.I.
	n-Butane	Butènes Butadiène	2 4	Molybdates métalliques	38	N.I.
Oxydation Ménagée	Méthane	CO + H ₂	2	Pt, Ni	90	R
		Formaldéhyde	4	MoSnPO	16	R
	Ethane	Ac. acétique	6	MoVNbO	10	P
	Propane	Ac. acrylique	6	MoV(Nb, Te,Sb)O	8	N.I.
	n-Butane	Anh. maléique	14	(VO) ₂ P ₂ O ₇	70	I
	i-Butane	Ac. méthacryl.	8	Oxydes, HPA ^f	11	R
Ammonoxydation	Propane, NH ₃	Acrylonitrile	8	VSbO, MoVO	30	I

Ac. : acide, Anh. : anhydride ; ^a Co-réactif air ou oxygène ; ^b Nombre d'électrons engagés ; ^c Exemple de catalyseur ; ^d Rendement (yield); ^e N.I. = non (encore) industrialisé, I = industrialisé ; P = pilote ; R = recherche ; ^f HPA = hétéropolyacides/sels.

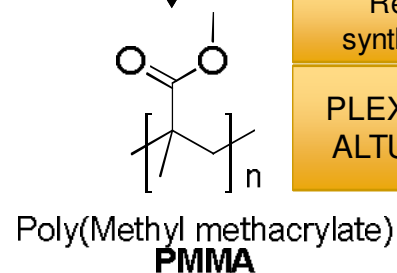
Source: tableau adapté des Techniques de l'Ingénieur – Fascicule J1215
E. Bordes-Richard et J. Védrine – A paraître

2. Exemple de l'oxydation sélective de l'isobutane en acide méthacrylique

- Objectif = Méthacrylate de Méthyle (MMA)



Polymerization



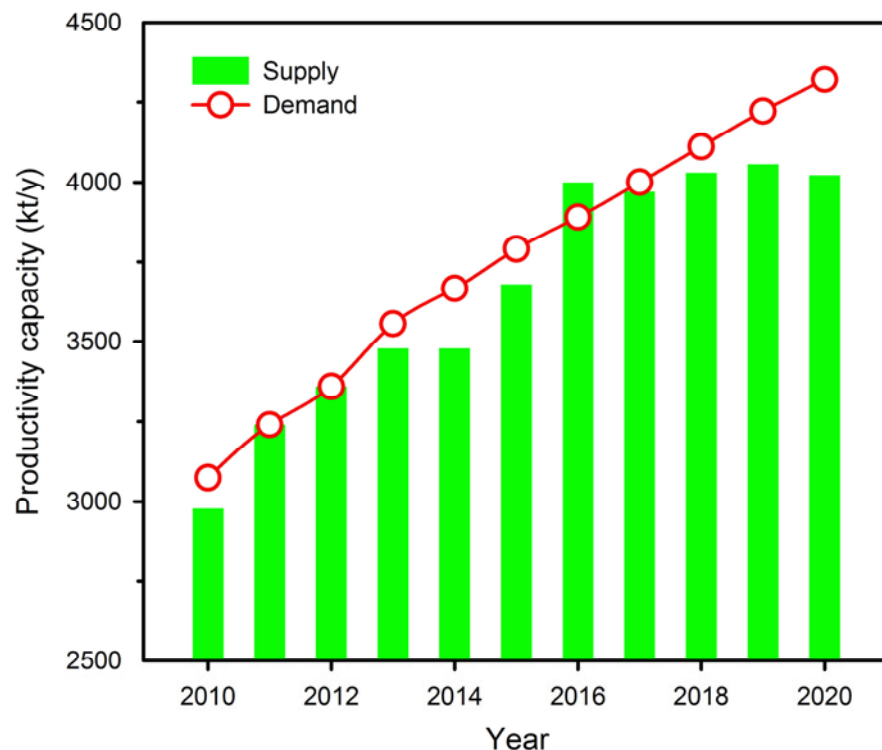
Résines
synthétiques

PLEXIGLAS®
ALTUGLAS®



Produits manufacturés

■ MMA = un marché très tendu



Données-clé

- Production: 3.5 Mt en 2011
- Croissance: + 4%/an (Asie)
- Rupture de disponibilité prévue à court terme

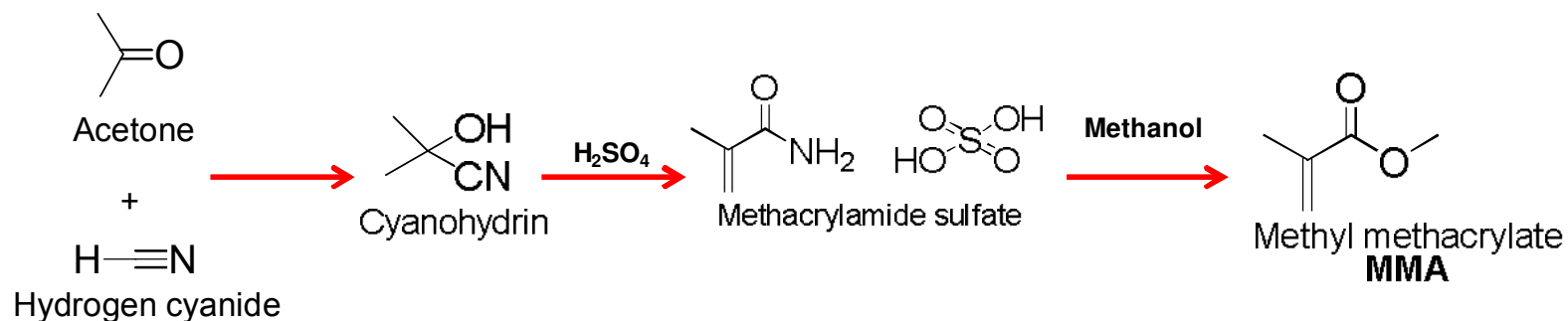


Besoin urgent d'une croissance des capacités de production

Source: www.mitsubishichem-hd.co.jp/english/ir/pdf/20110614-1.pdf

2. Exemple de l'oxydation sélective de l'isobutane

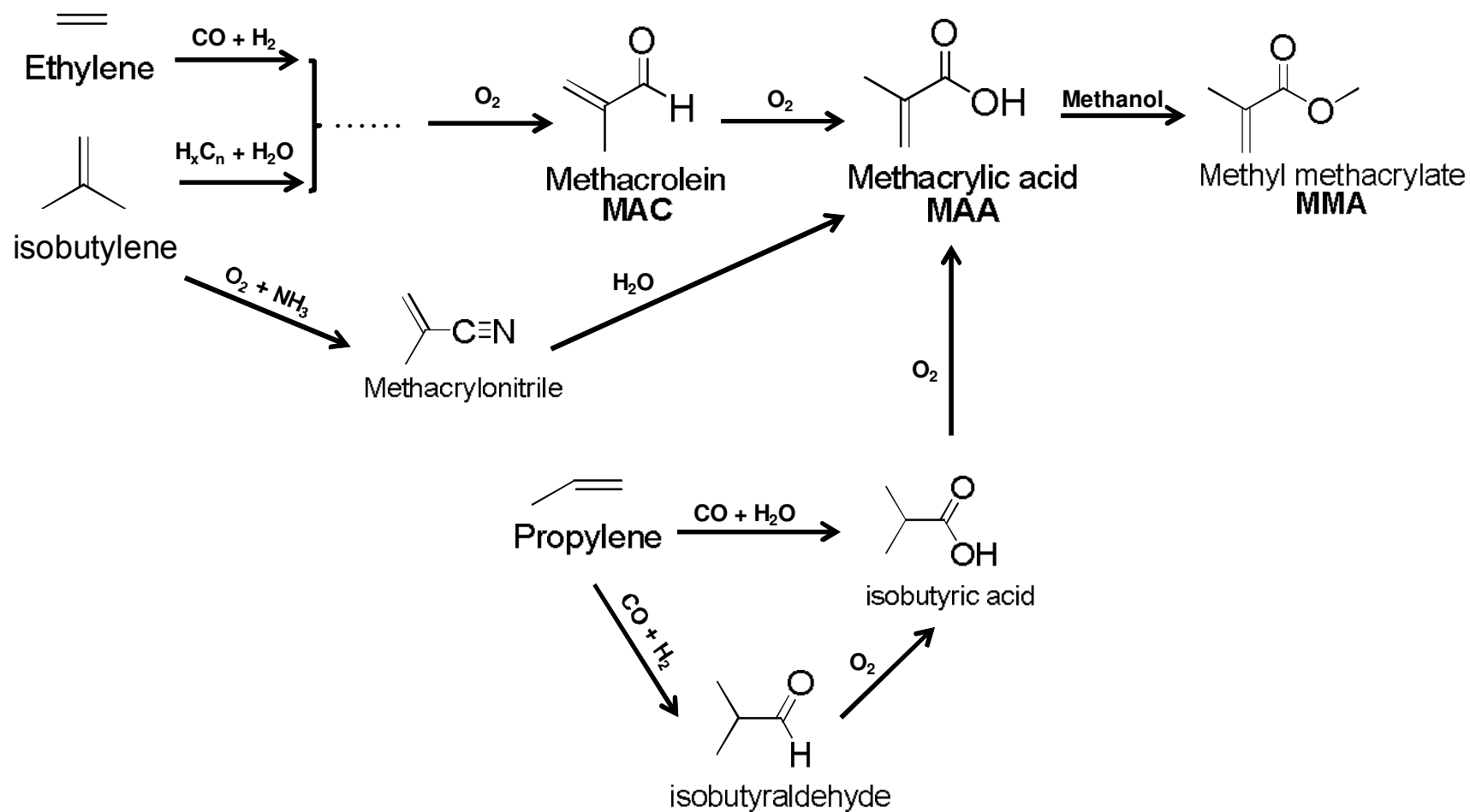
- **Procédé historique pour la production de MMA: procédé ACH**



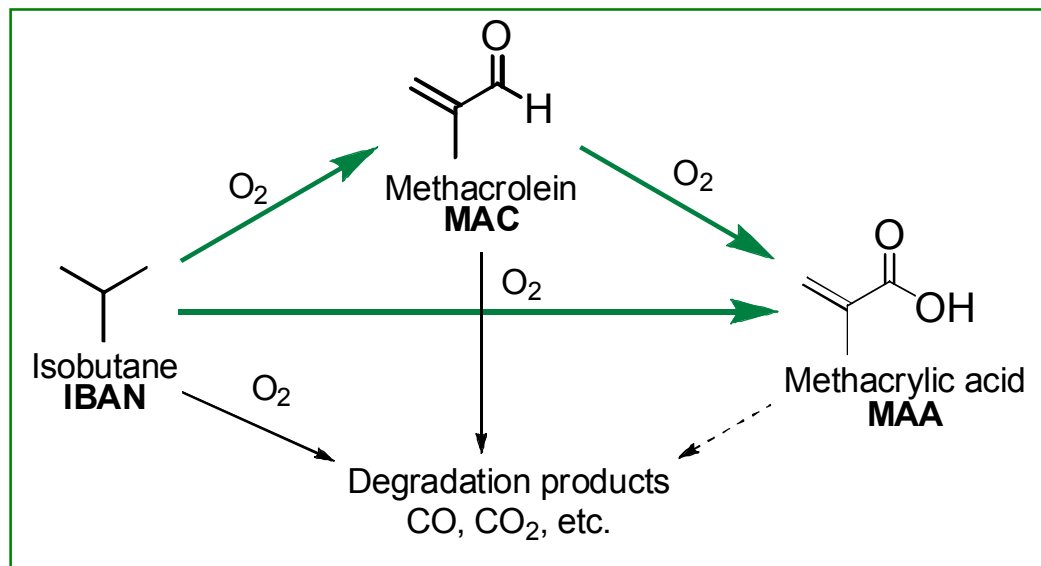
Procédé très efficace mais beaucoup de désavantages

Réactif très toxique (HCN)
 Beaucoup de sous-produits (NH_4HSO_4)
 Nombreuses étapes

■ Autres voies d'accès au MAA et MMA



■ Acide méthacrylique à partir d'isobutane



Avantages

1. Bas coût de la matière première
2. Faible impact sur l'environnement
3. Simplicité d'un procédé en une étape
4. Peu de sous-produits

ACH route

1. Matière première toxique: HCN
2. Sous-produit: NH_4HSO_4

Isobutane oxidation

1. Matière première: IBAN+O₂

■ Caractéristiques de la réaction

□ En surface



Surface
spécifique

□ Activation d'une liaison
C-H pour former une
double liaison



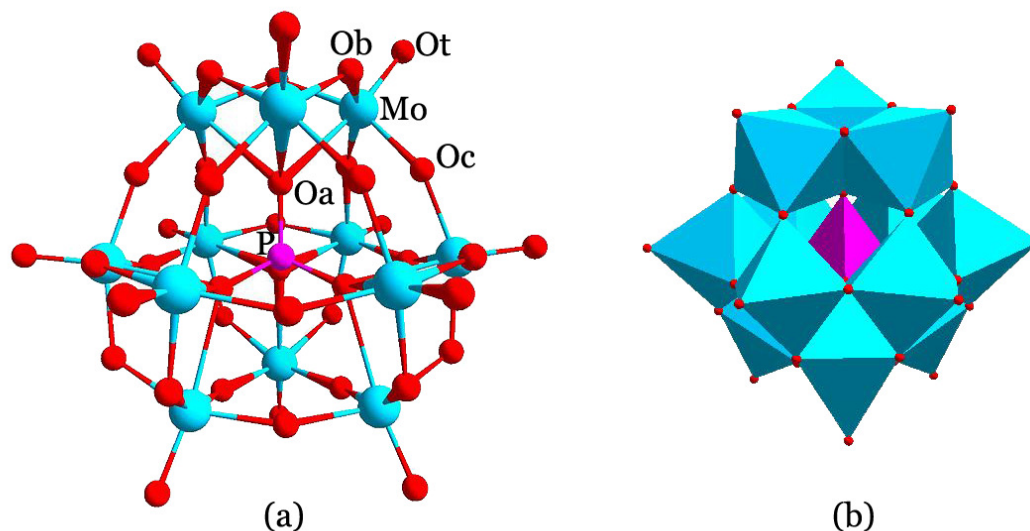
Acidité

□ Insertion d'un atome d'O pour
former un acide carboxylique



Redox

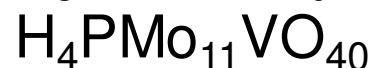
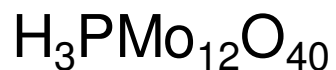
- Les hétéropolycomposés de type Keggin rassemblent ces caractéristiques !



Exemple d'hétéropolyanion de type Keggin: $\text{PMo}_{12}\text{O}_{40}^{3-}$

■ Dans la littérature

1. *Heteropolyacides (HPA) massiques*



2. *Sels d'HPA*



Propriétés ajustables

- ✓ Acidité en changeant le nombre de H⁺;
- ✓ Redox en changeant le type de métal dans l'unité de Keggin;

Inconvénients

- ✓ Faible surface
- ✓ Faible stabilité

Meilleur résultat publié dans un article: $C_{\text{IBAN}}=19\%$, $Y_{\text{MACO+MAA}}=10.8\%$

Catalyseur: $\text{Cs}_x\text{Te}_y\text{H}_z\text{PMo}_{11}\text{VO}_{40}$

Q. Huynh, Y. Schuurman, R. Delichere, S. Loridant, J. M. M. Millet, J. Catal. 261 (2009) 166.

■ Etude cinétique

- Catalyseur: $\text{Cs}_{1,13}(\text{NH}_4)_{1,87}\text{HPMo}_{11}\text{VO}_{40}$ obtenu par co-précipitation
- Inspiré par le catalyseur industriel utilisé pour l'oxydation de la méthacroléine en acide méthacrylique
- 30 tests dans des conditions opératoires différentes



Adéquation du modèle MVK

$$r = \frac{k_r k_o p_{i\text{Bu}} p_{\text{O}_2}}{k_r p_{i\text{Bu}} + k_o p_{\text{O}_2}} N_s$$

S. Paul, V. Le Courtois, D. Vanhove, Ind. Eng. Chem. Res. 36 (1997) 3391.

Méthodologie

Utilisation des constantes cinétiques pour tenter de déterminer le rôle de chaque élément présent dans le catalyseur



Conclusions

- Difficulté d'activation de l'iBAN: faible k_r comparé à k_o
- Aucun rôle du V dans l'activation de l'iBAN mais très important pour oxyder la méthacroléine intermédiaire en MAA
- Ions ammonium importants pour la sélectivité
- Les cations Cs (entre 1 to 2 Cs/unité de Keggin unit) augmentent proportionnellement les 2 constantes cinétiques

M. Sultan, S. Paul, M. Fournier, D. Vanhove, *Appl. Catal. A: Gen* 259 (2004) 141.

2. Exemple de l'oxydation sélective de l'isobutane

Influence de la méthode de préparation

Catalysts	Ref.	$k_o N_S \cdot 10^3$ (mol/atm/g _{cata} /h)	$k_r N_S \cdot 10^3$ (mol/atm/g _{cata} /h)	k_r/k_o
$(NH_4)_3HPMo_{11}VO_{40}$	$(NH_4)_3H$	5,1±1,5	1,3±0,2	0,25
$Cs_{1,15}(NH_4)_{1,85}HPMo_{11}VO_{40}$	M ₁	16,5±5,9	3,4±0,5	0,21
$Cs_{1,13}(NH_4)_{1,87}HPMo_{11}VO_{40}$	iBu29	10,7	2,35	0,22

- Même rapport k_r/k_o = même phase active
- Préparation = influence la dispersion de la phase active sur le support
- Mélange mécanique (M₁) > co-précipitation (iBu29) > catalyseur massique $(NH_4)_3H$
- Formation d'un sel de Cs qui joue le rôle de support et de stabilisateur de la phase active

Méthodologie

- Utiliser $Cs_3PMo_{12}O_{40}$ comme support
- Imprégnation par la phase active $H_4PMo_{11}VO_{40}$ (soluble dans l'eau)

M. Sultan, S. Paul, M. Fournier, D. Vanhove, *Appl. Catal. A: Gen* 259 (2004) 141.

2. Exemple de l'oxydation sélective de l'isobutane

Catalyseur supporté (S1)

Catalyst	Ref.	$k_o N_S \cdot 10^3$ (mol/atm/g _{cata} /h)	$k_r N_S \cdot 10^3$ (mol/atm/g _{cata} /h)	k_r/k_o
H ₄ PMo ₁₁ VO ₄₀	H ₄	3,3±0,5	2,6±0,4	0,79
Cs _{1,78} H _{2,22} PMo ₁₁ VO ₄₀ (H ₄ supporté sur Cs ₃ H)	S ₁	19,9±3,6	14,5±3,6	0,72

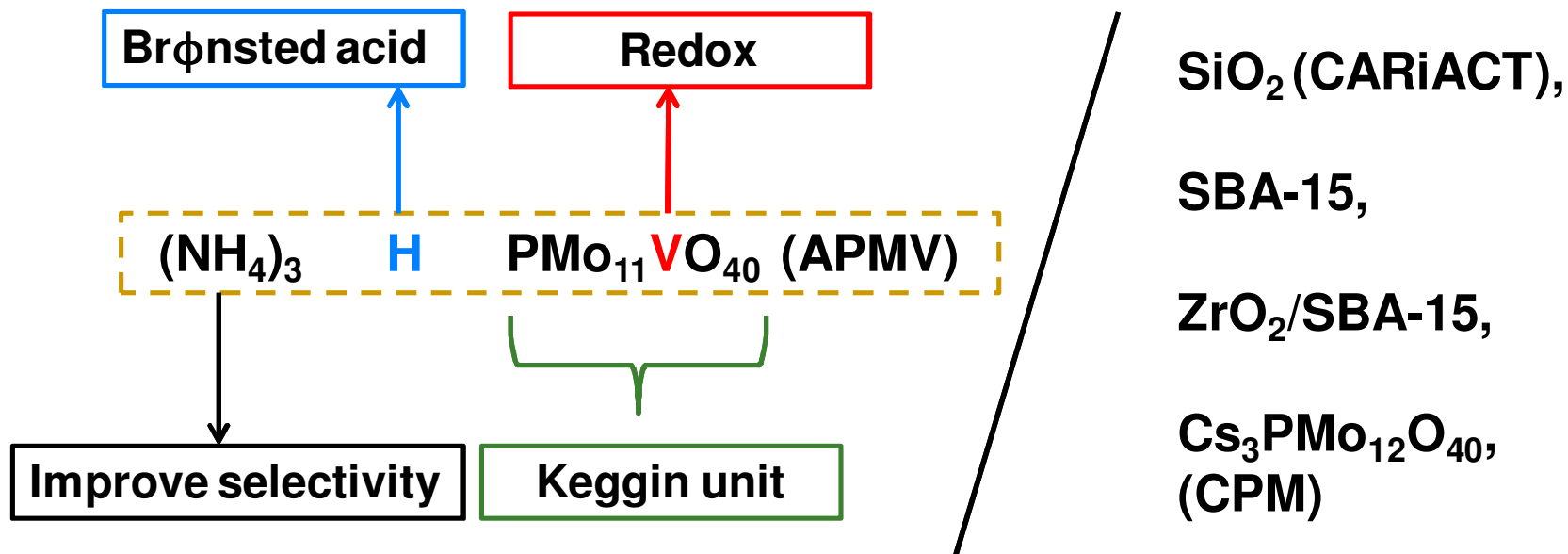
- Dispersion de H₄ sur le sel de Cs de l'HPA = multiplication par 15 de son activité
- Meilleure stabilité sous flux (interactions phase active-support)



Propriétés du support cruciales pour les performances catalytiques

M. Sultan, S. Paul, M. Fournier, D. Vanhove, *Appl. Catal. A: Gen* 259 (2004) 141.

■ Catalyseurs APMV/support

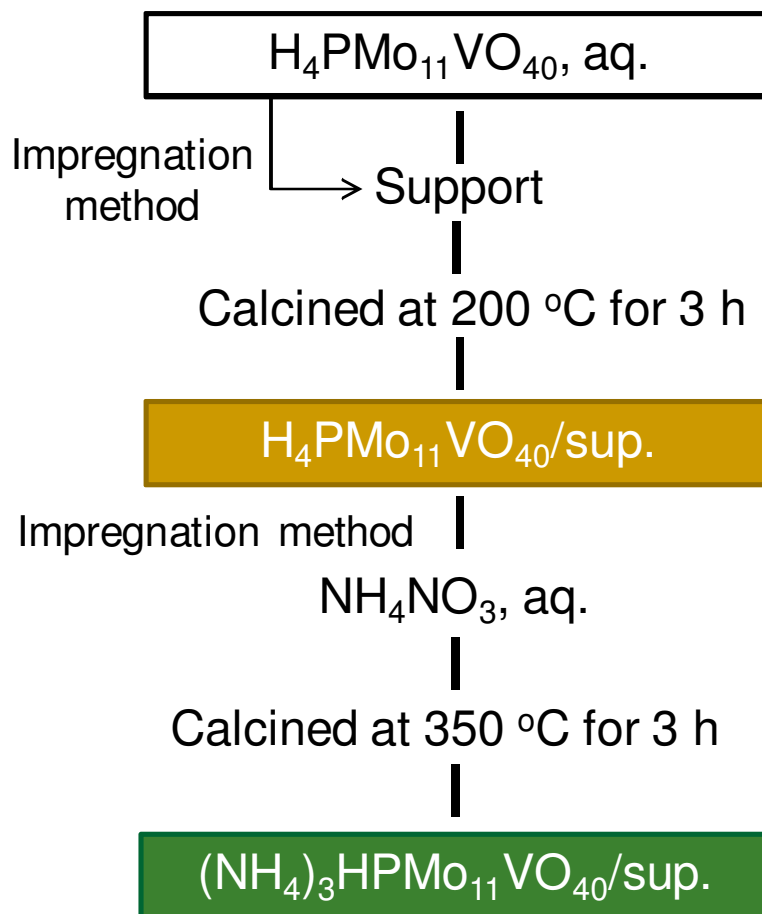


- Préparation des catalyseurs

Imprégnation en 2 étapes

**APMV/SiO₂,
APMV/SBA-15,
APMV/ZrO₂/SBA-15**

Phase active: 40 wt. %



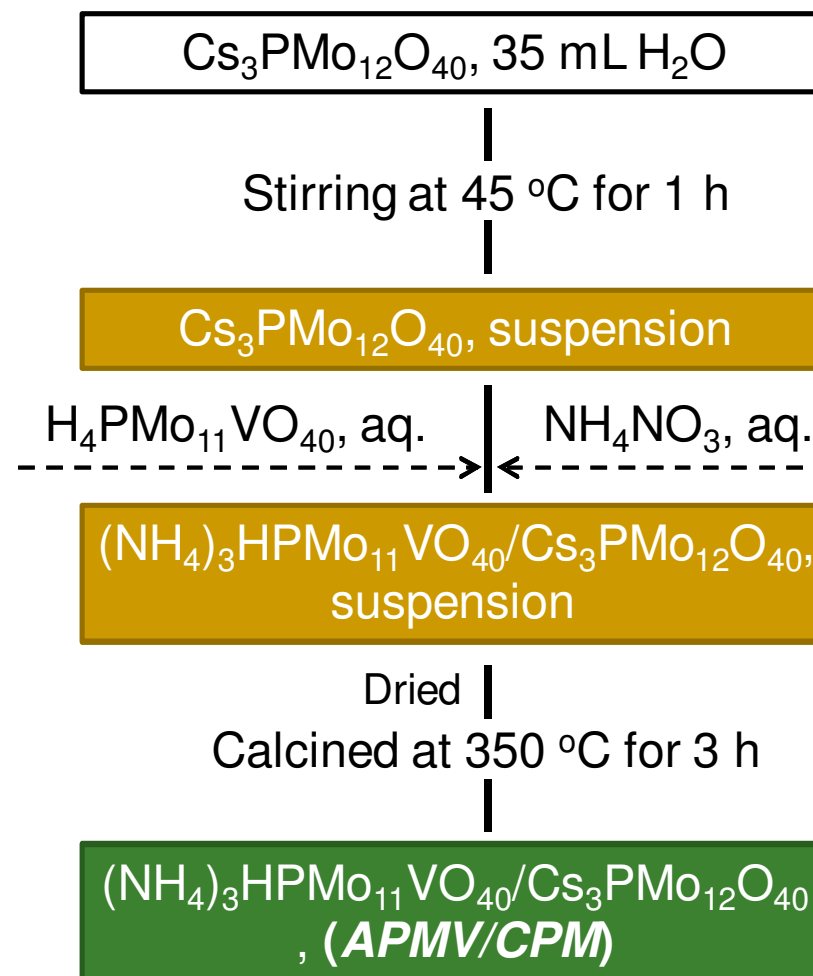
- Préparation des catalyseurs

Déposition-précipitation

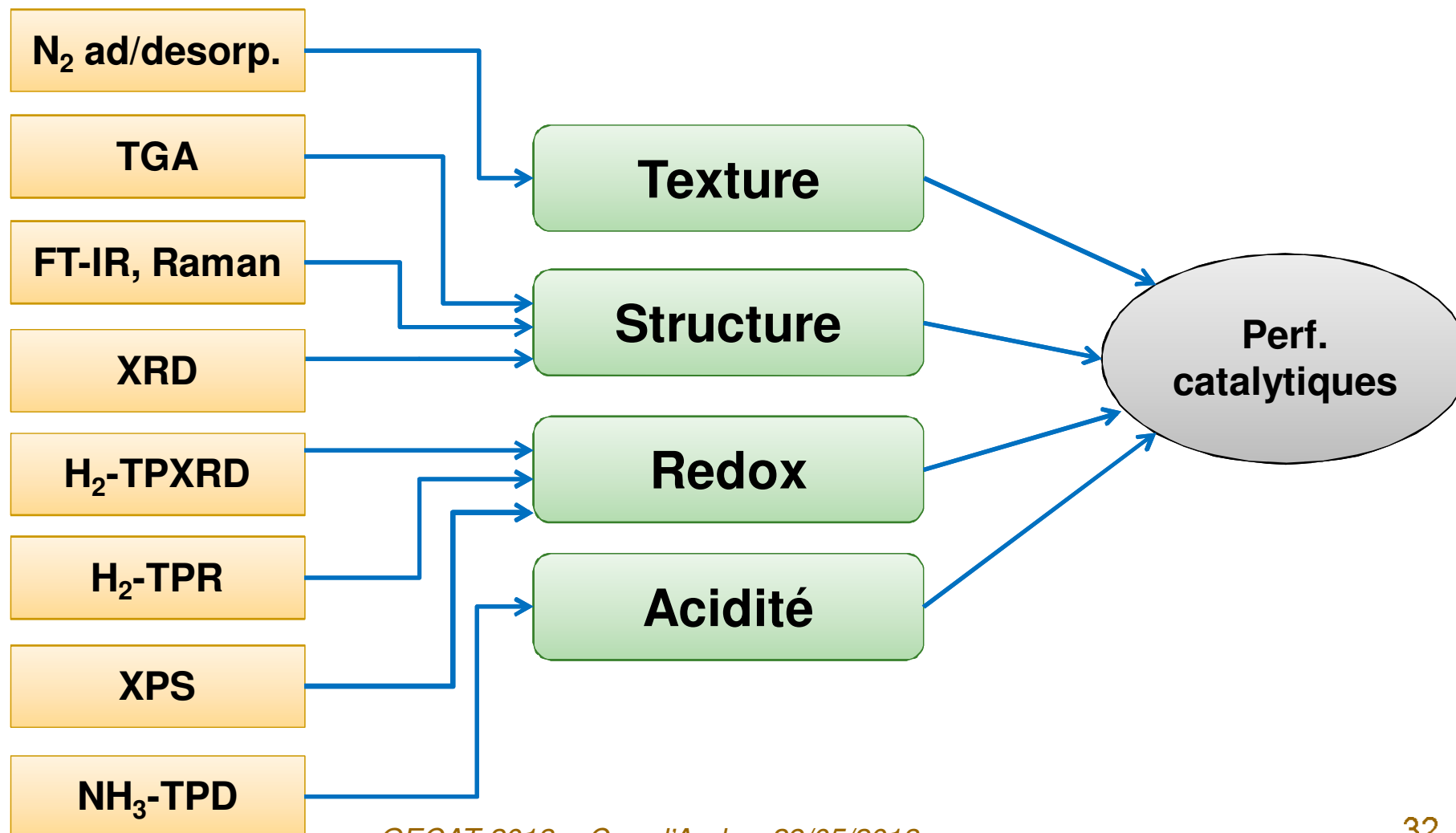
APMV/CPM

Phase active: 40 wt. %

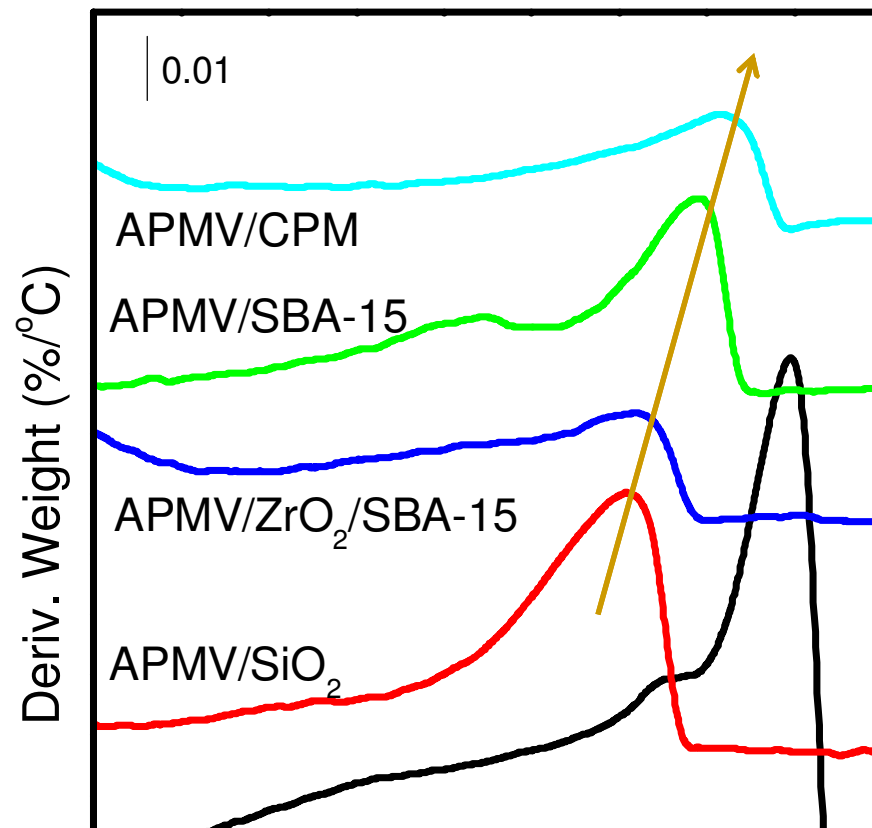
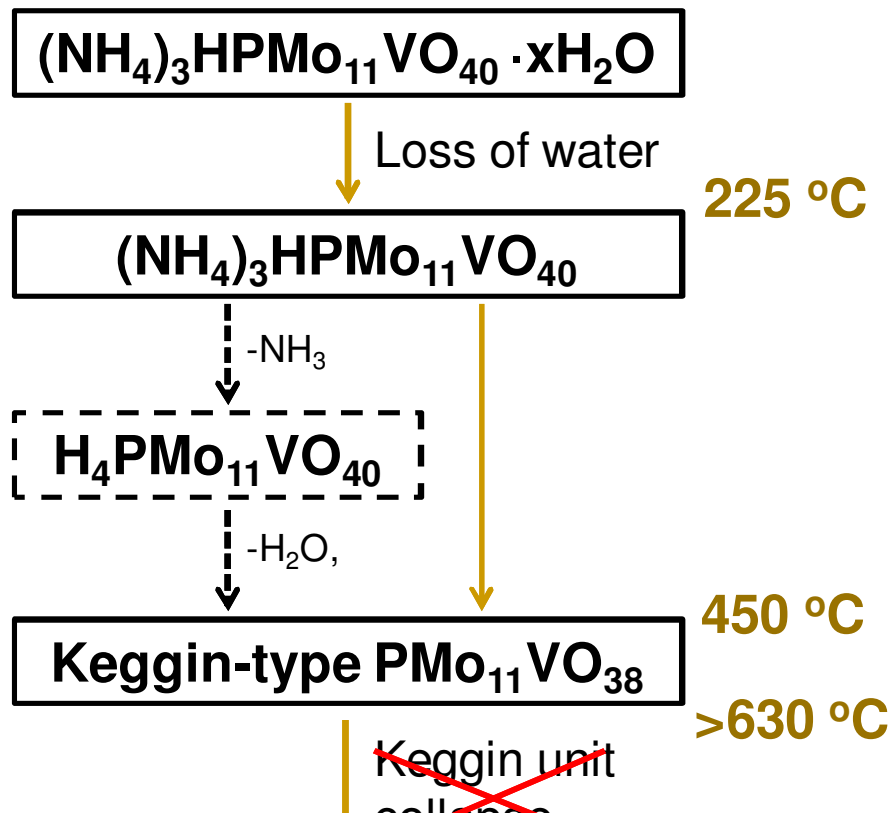
APMV préparé par co-précipitation



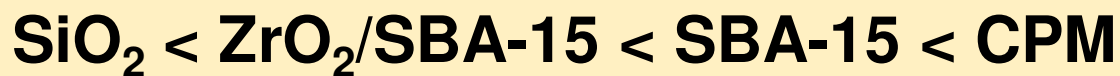
■ Caractérisation



2. Exemple de l'oxydation sélective de l'isobutane

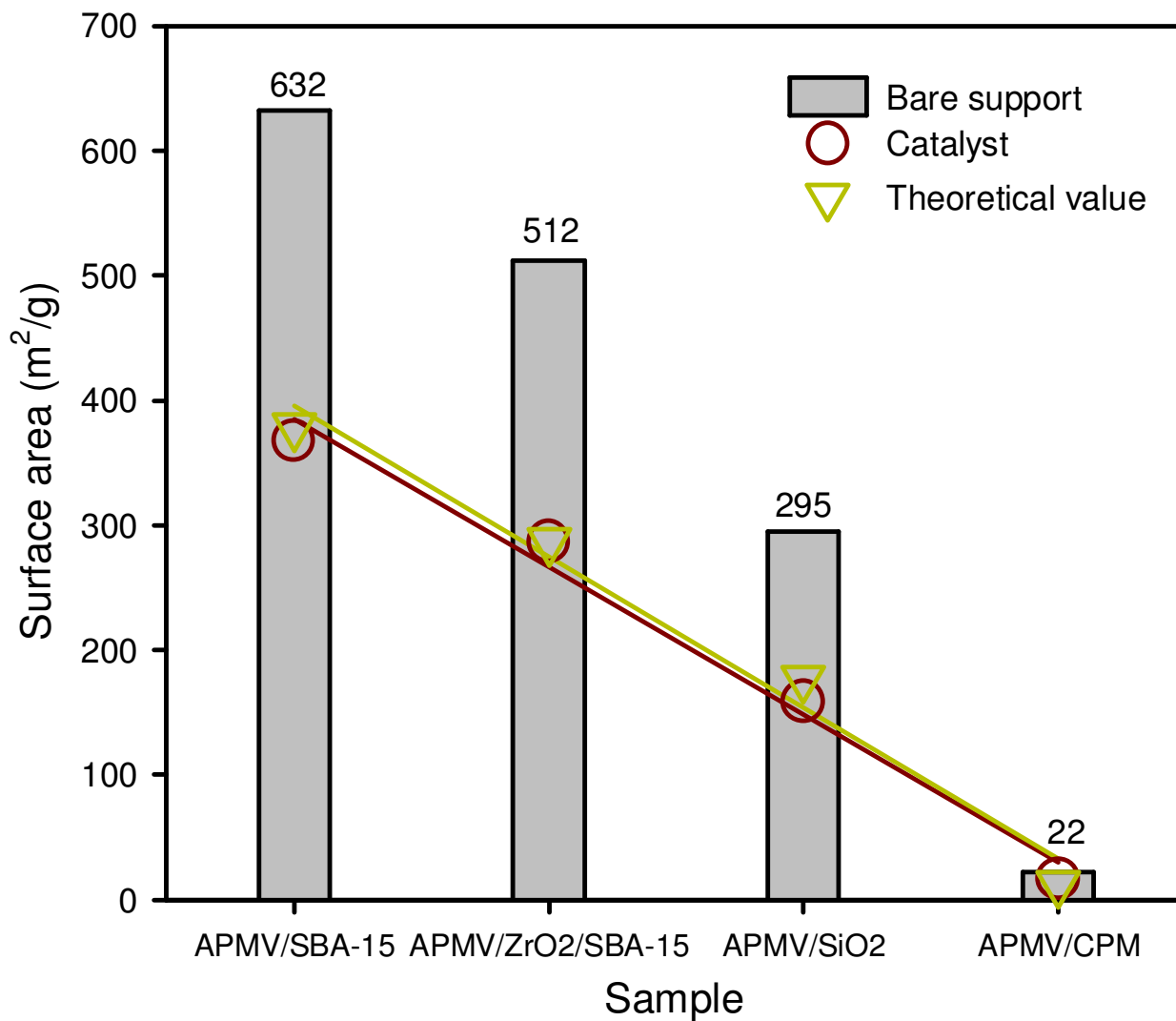


Stabilité de la phase active augmente selon:



2. Exemple de l'oxydation sélective de l'isobutane

• Surface



□ $S_{APMV} = 4 \text{ m}^2/\text{g}$

□ La surface provient du support

□ Dispersion uniforme de APMV

• Spectroscopie FT-IR

Band	Wavenumber, cm ⁻¹	
	APMV	APMV/Support
ν_{as} P-O	1062	1062
ν_{as} M-O _t (Shoulder)	963 (1035)	969 (1036)
ν_{as} M-O _b -M	865	868
ν_{as} M-O _c -M	788	798
ν_{as} N-H	1414	1416

} Keggin anion

- ❑ Bandes caractéristiques de la structure de Keggin
- ❑ Bande caractéristique de la substitution d'un Mo par un V (~1080 cm⁻¹) non observée
- ❑ Epaulement à ~1036 cm⁻¹ attribué à des espèces VO_x

Ref: M. Sultan, S. Paul, M. Fournier, D. Vanhove, *Appl. Catal. A: Gen* 259 (2004) 141.

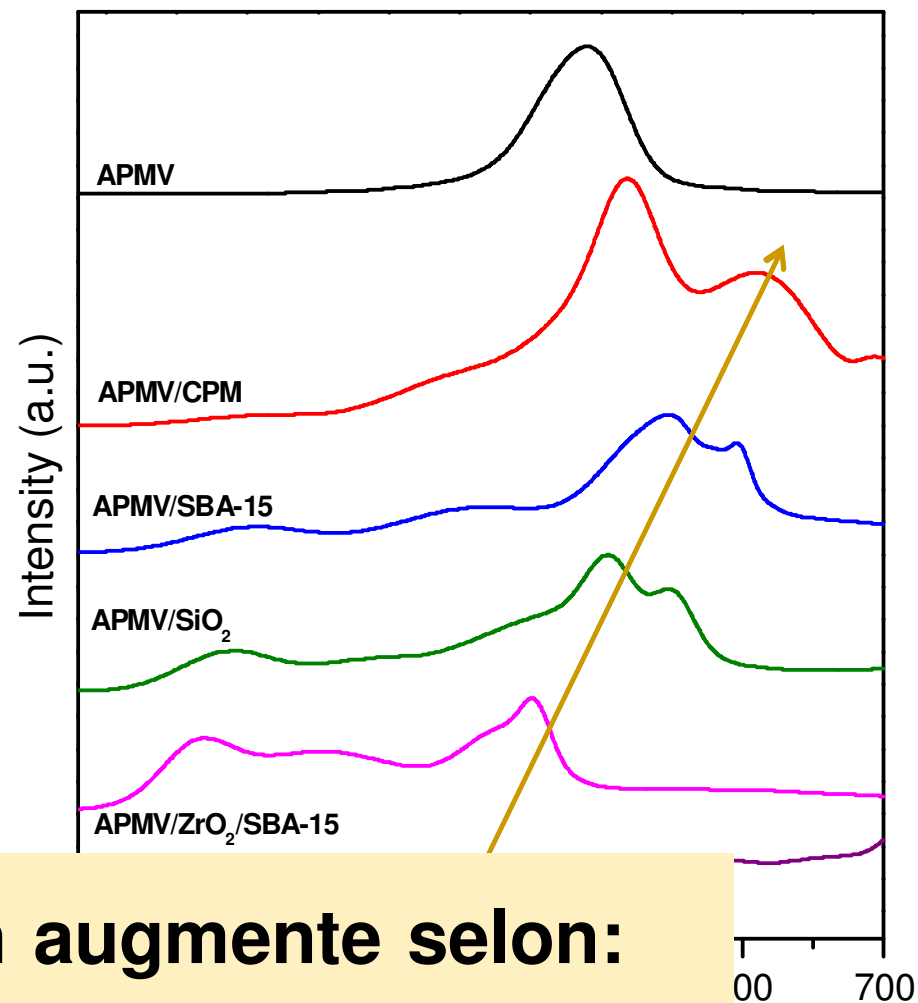
C. Rocchiccioli-Deltcheff, M. Fournier, R. Franck, R. Thouvenot, *Inorg. Chem.* 22 (1983) 207.

A. Brückner, G. Scholz, D. Heidemann, M. Schneider, D. Herein, *J. Catal.* 245 (2007) 369.

2. Exemple de l'oxydation sélective de l'isobutane

• NH₃-TPD

- CPM: Pas de site acide
- Force des sites acides dépend du support
- Site les plus forts pour APMV/CPM



T de désorption augmente selon:
ZrO₂/SBA-15 < SiO₂ < SBA-15 < CPM

2. Exemple de l'oxydation sélective de l'isobutane

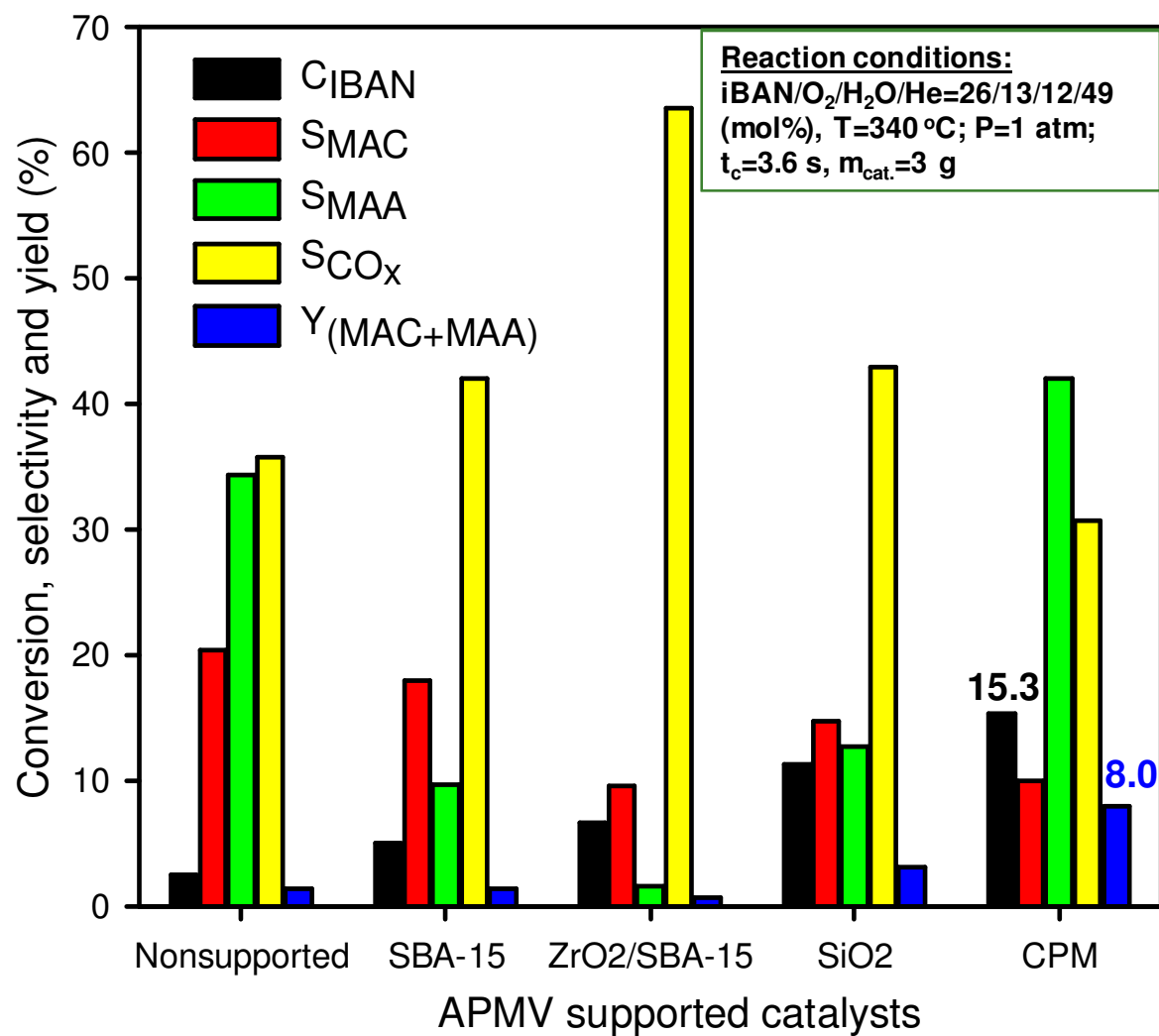
Densité de site acide en surface

Catalyst	NH ₃ uptake, mmol/g*	Surface acid density, μmol/m ²
APMV	2.20	550
APMV/CPM	1.80	105.9
APMV/SiO ₂	1.54	9.7
APMV/ZrO ₂ /SBA-15	1.22	4.3
APMV/SBA-15	0.87	2.4
CPM	trace	trace

* Valeurs corrigées en déduisant la quantité d'ammoniac libérée par la décomposition des ions ammoniums présents dans le catalyseur initialement.

- Pas de site acide pour CPM
- APMV/CPM = la plus grande densité de site acide en surface

• Test catalytique



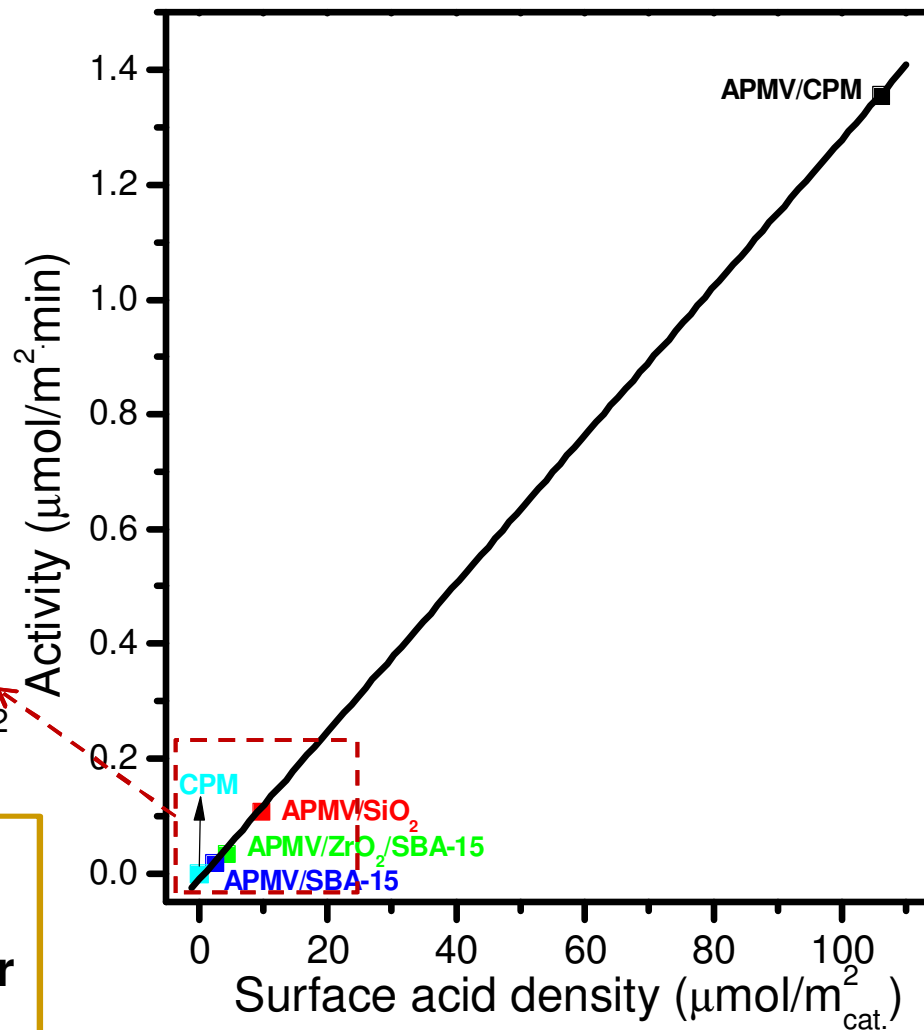
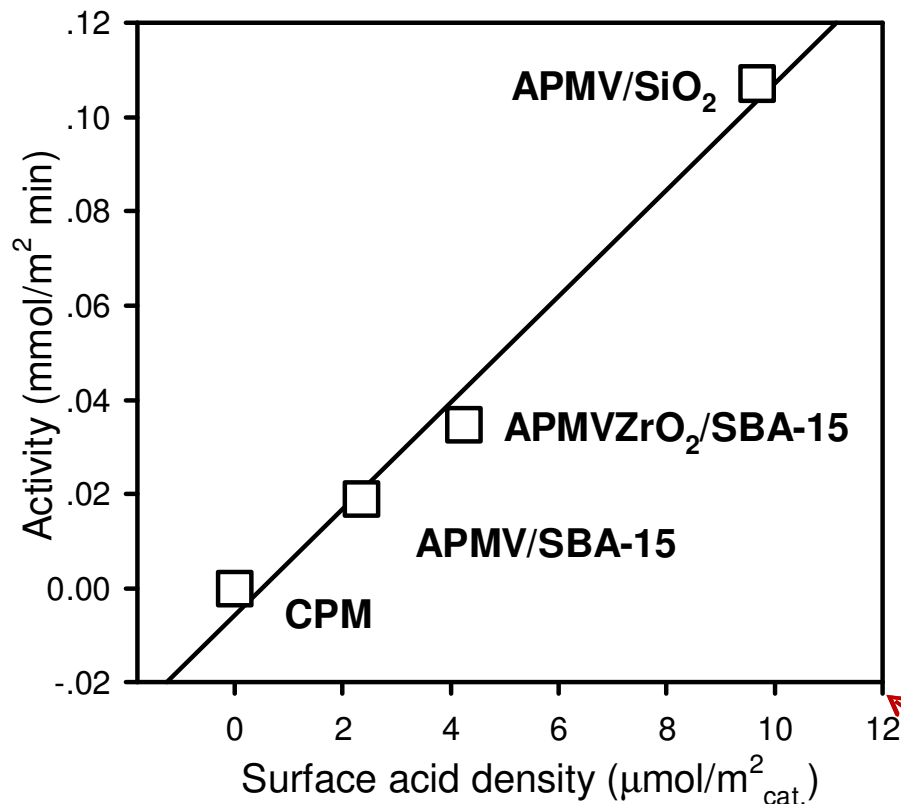
□ Influence très nette du support

□ Activités et distributions des produits très variables

□ APMV/CPM: le + actif et le + sélectif

2. Exemple de l'oxydation sélective de l'isobutane

Relation entre activité et densité de site acide en surface



- Relation linéaire
- Rôle crucial des sites acides
- Meilleures performances pour APMV/CPM

2. Exemple de l'oxydation sélective de l'isobutane

- Une surface spécifique très élevée n'est pas nécessaire
- Le support peut aider à stabiliser la phase active (interactions)
- La force et la quantité de sites acides dépend fortement de la nature du support
- La densité de sites acides en surface joue un rôle-clé pour l'activité

➤ **APMV/CPM = meilleures performances**

($C_{IBAN} = 15.3\%$, $Y_{(MAC+MAA)} = 8.0\%$)

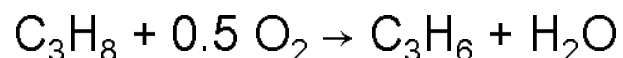
Conclusions

- Les HPC de type Keggin sont des catalyseurs prometteurs pour l'oxydation sélective de l'isobutane en acide méthacrylique
- Cs, V et NH_4^+ jouent des rôles spécifiques déterminés par une étude cinétique
- L'utilisation d'un support est indispensable
- Les propriétés de ce support influent très fortement les performances catalytiques
- Le catalyseur APMV/CPM conduit à des performances parmi les meilleures publiées à ce jour
- Cette étude ouvre la porte au développement de catalyseurs possédant une phase active plus complexe dispersée sur un support sel de Cs dont les propriétés texturales seront bien maîtrisées.

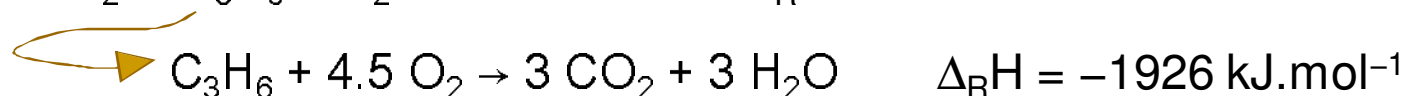
3. Exemple de l'ODH du propane

Une réaction d'intérêt mais sensible à la chaleur

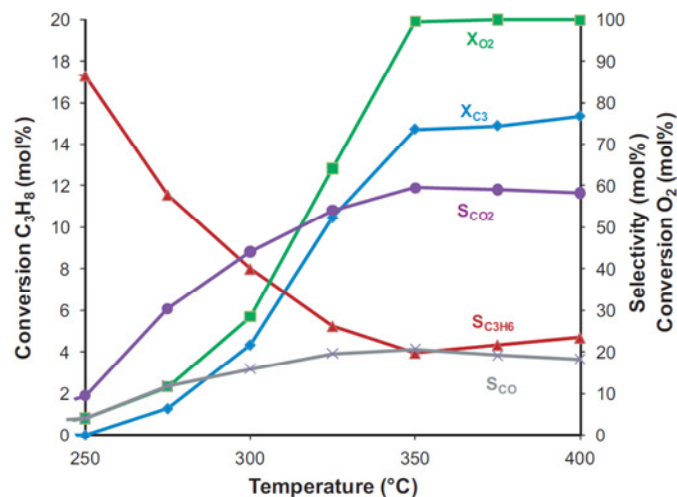
- Oxydation DésHydrogénante du propane (ODH) sur VO_x/TiO_2



$$\Delta_R H = -118 \text{ kJ.mol}^{-1}$$



Mécanisme de réaction « simple », sélectivité décroît avec l'augmentation de la conversion, points chauds → faible sélectivité et vieillissement prématuré du catalyseur



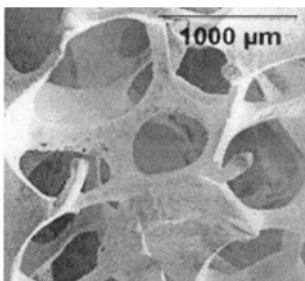
ODH du propane sur catalyseur VO_x/TiO_2

Löfberg A., Giornelli T., Paul S. et Bordes-Richard E.,
Appl. Catal. A: Gen. 391 (2011) 43

3. Exemple de l'ODH du propane

- **Objectif**: optimiser les performances catalytiques par un meilleur contrôle des flux hydrodynamiques et des échanges thermiques
 - Eviter les points chauds conduisant à des baisses de sélectivité ou à la désactivation du catalyseur

- **Méthodologie**: dépôt de catalyseur sur un support à haute conductivité thermique (métallique) sous forme de mousse
 - Réacteur ou catalyseurs structurés



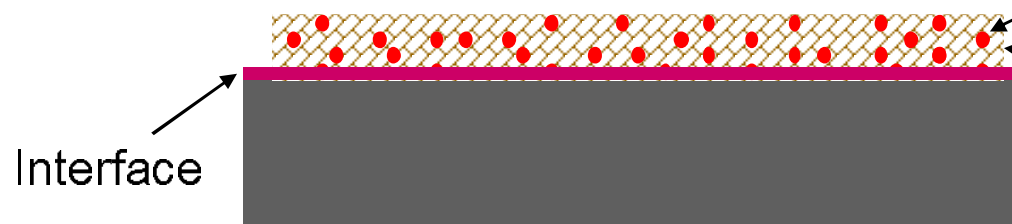
Introduction

- Afin d'évaluer le bénéfice de la structuration, **les espèces actives du catalyseur doivent être identiques** mais:
 - Les systèmes structurés nécessitent des méthodes de préparation spécifiques
 - les méthodes de préparation affectent les propriétés catalytiques

	Céramique	Métal
Conductivité thermique	faible	élevée
Accrochage mécanique du Catalyseur (oxyde)	oui	non
Coefficients de dilatation	≈	≠
Compatibilité chimique	oui	non

Préparation du catalyseur

VO_x / TiO₂ / mousse inox



2 monocouches de VO_x
déposé par greffage de
VO(OiPr)₃

IV Phase active (nm)

Support poreux (1-100 μm)

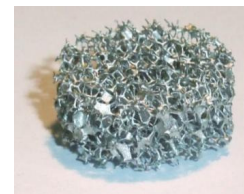
III
Couche de 25-50 μm
déposé par « dip-coating »
dans une suspension de
TiO₂ (10m²/gr)



I Substrat métallique

II
Couche de SiO_x obtenue
par RPECVD (TMDSO)
suivie de minéralisation

Mousse Porvair ®
Inox 316 L, 40 ppi

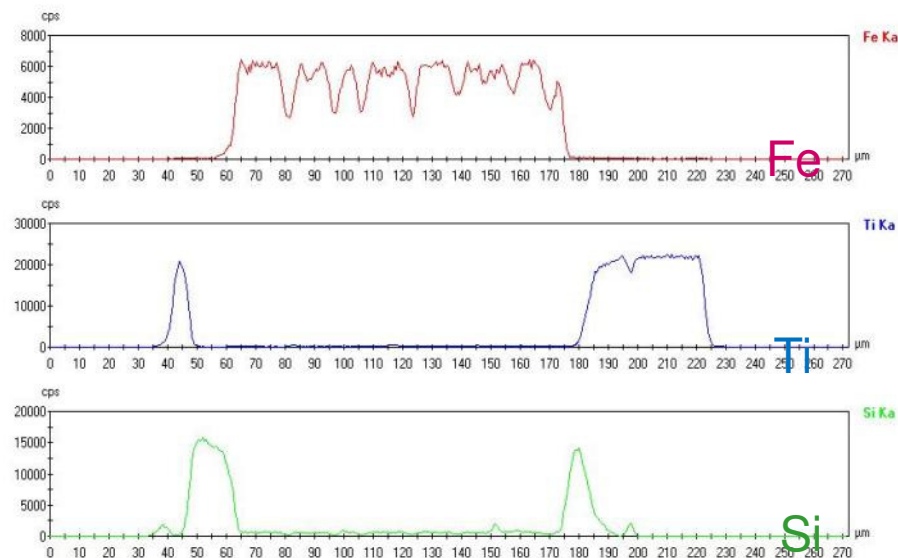
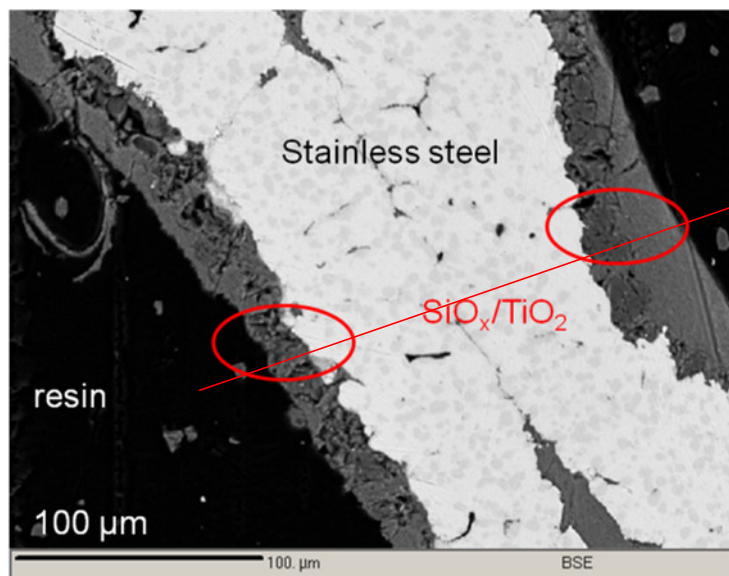


A. Essakhi, A. Löfberg, P. Supiot, B. Mutel, S. Paul, V. Le Courtois, E. Bordes-Richard, *Studies in Surface Sciences and Catalysis*, Vol. 175 (E. Gaigneaux and P. Ruiz, Eds) Elsevier 2010 p.17

3. Exemple de l'ODH du propane

TiO₂ sur mousse protégée par SiO₂

- TiO₂ (Sigma-Aldrich) sur acier inox avec couche de protection SiO_x



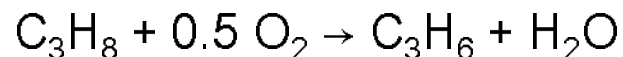
- bon recouvrement :
 - SiO_x: 5-15 µm
 - TiO₂: 10 to 50 µm

~50 mg TiO₂ /mL mousse



3. Exemple de l'ODH du propane

Catalyse: ODH du propane



100 Ncm³.min⁻¹ (C₃H₈/O₂/He/Ar = 5/2.5/67.5/25, C₃H₈/O₂ = 2/1)

T : 250 – 550 °C

Comparaison Mousse/Poudre

2 monocouches de VO_x (ca. 7 wt%/TiO₂)

- Poudre
2MC-VO_x/TiO₂
- Mousses sans protection
2MC-VO_x/TiO₂/SS
- Mousses avec protection SiO₂
2MC-VO_x/TiO₂/SiO₂/SS

Catalyse: ODH du propane

2 réacteurs:

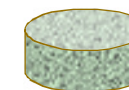
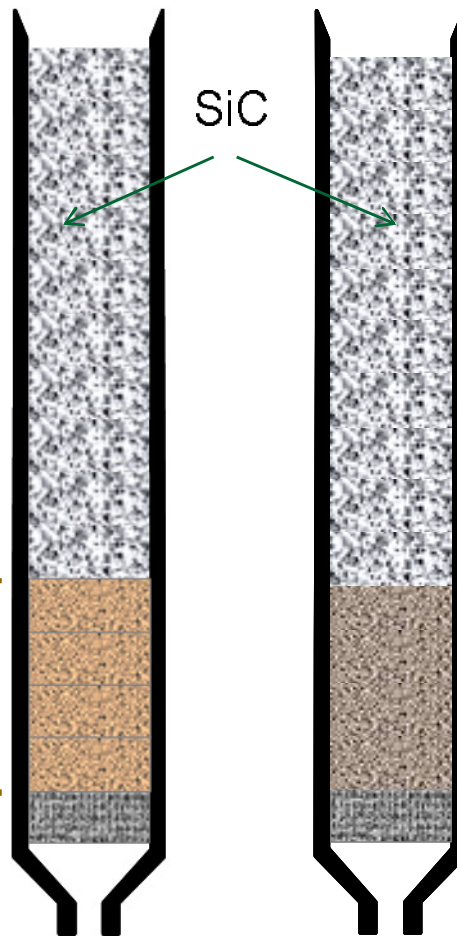
Réacteur lit fixe: **RLF**



$\varnothing = 12 \text{ mm}$
 $0.2 \text{ g VO}_x/\text{TiO}_2$
 $(\approx 200 \mu\text{m}) + \text{SiC}$
 $(250 \mu\text{m})$
 1 cm^3

4 éléments
 $\approx 0.2 \text{ g VO}_x/\text{TiO}_2$
 5.6 cm^3

Réacteur mousse: **RM**



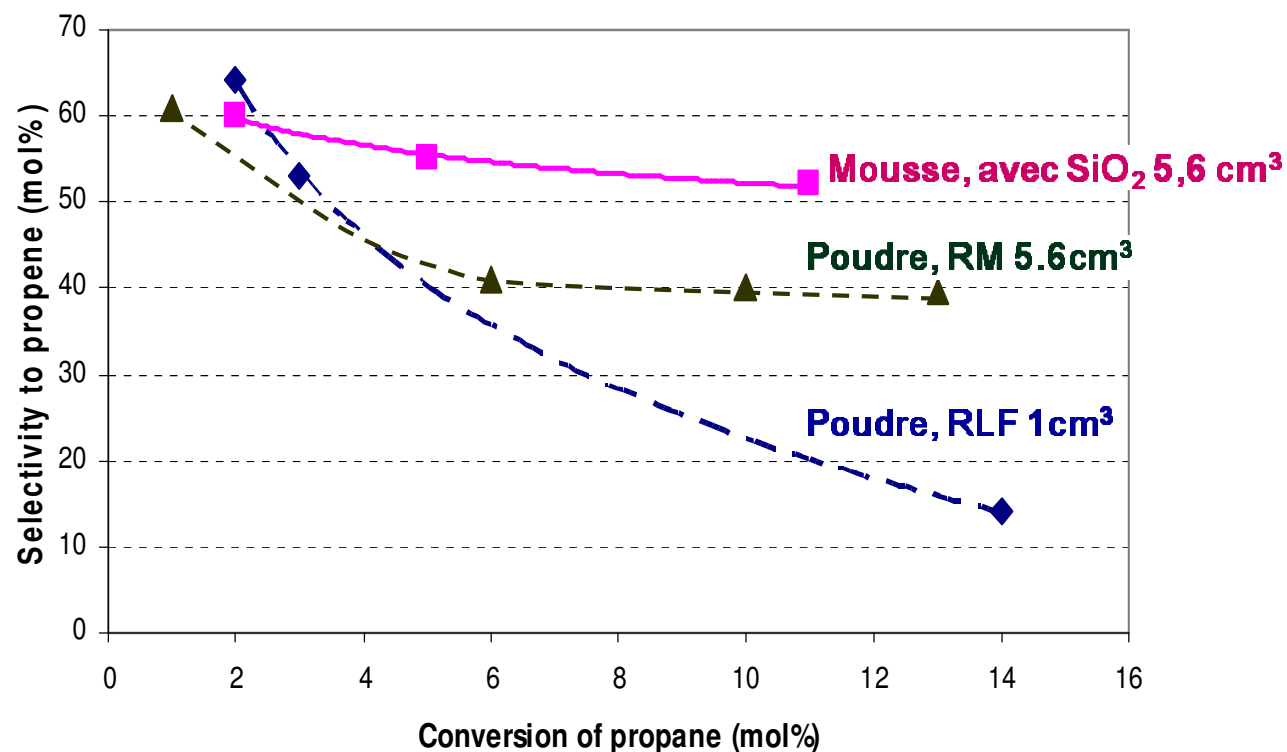
$\varnothing = 16 \text{ mm}$
 $H = 7 \text{ mm}$
 50 mg cat.

$0.2 \text{ g VO}_x/\text{TiO}_2$
 $(\approx 200 \mu\text{m}) + \text{SiC}$
 $(250 \mu\text{m})$
 5.6 cm^3

3. Exemple de l'ODH du propane

ODH du propane sur mousses – poudres

Même masse de phase active (0,2g), même VVH ($30 \text{ NL.h}^{-1} \cdot \text{g}_{\text{cat}}^{-1}$)

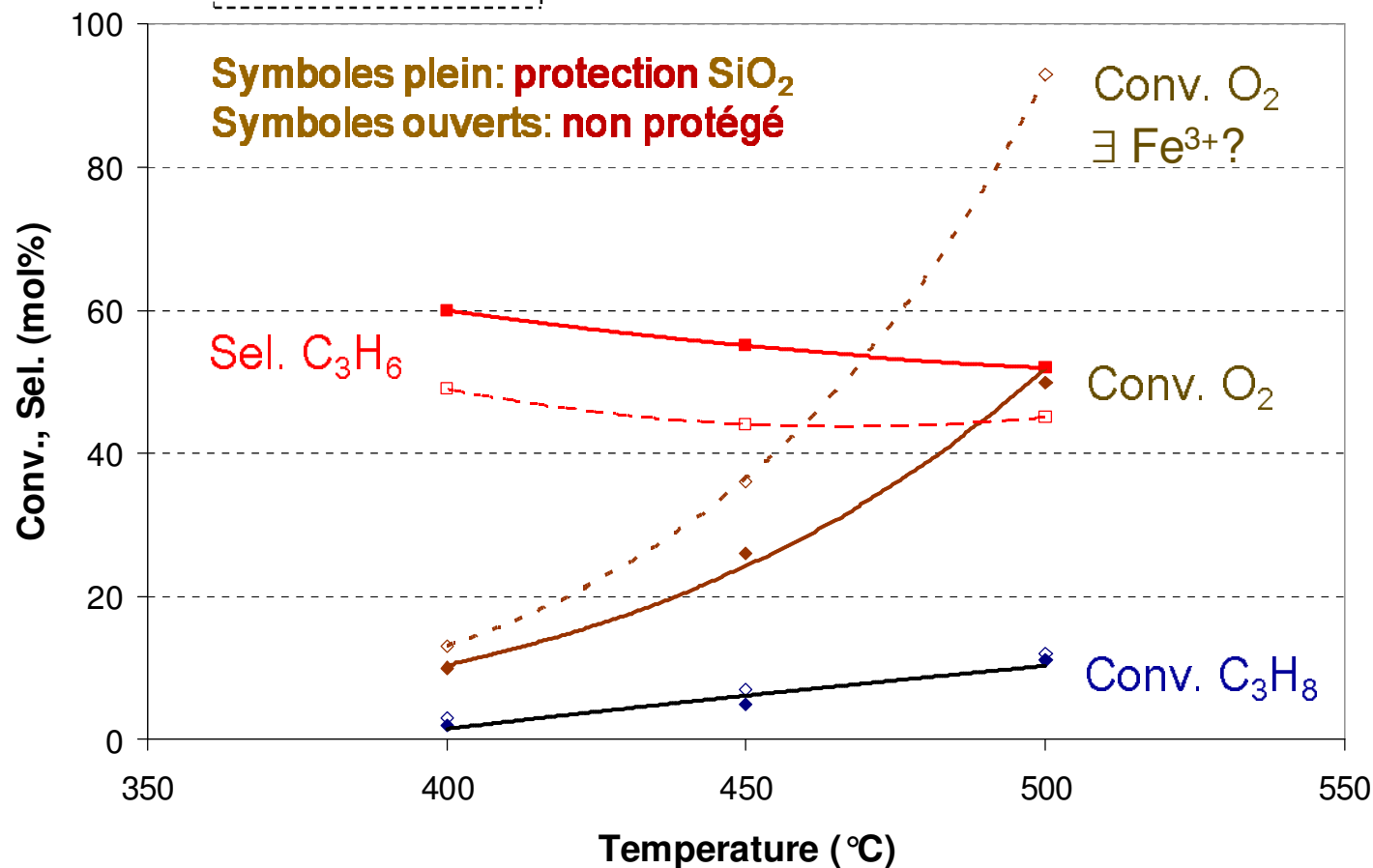
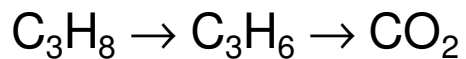


Poudres: la sélectivité dans le RLF est moins bonne que dans le RM (faible dilution du catalyseur -> points chauds)

RM : la sélectivité est meilleure sur mousses (effet thermique)

3. Exemple de l'ODH du propane

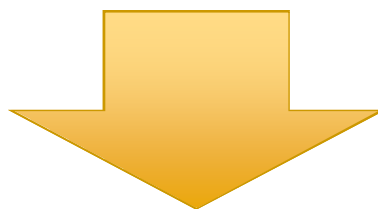
ODH du propane sur mousses



Mousses protégées par SiO₂ → activité ≈, mais sélectivité ↑
protection efficace contre l'empoisonnement par Fe

Conclusions

- La mousse métallique protégée offre les meilleures performances
- La dilution du catalyseur en poudre dans un inerte de bonne conductivité thermique (SiC) améliore la sélectivité à iso-conversion.
- Une couche de 1-5 μm de SiO_x déposée par RPECVD protège efficacement le catalyseur du risque d'empoisonnement par le substrat métallique.



La structuration du catalyseur au moyen de mousses métalliques recouvertes constitue donc un moyen d'améliorer la sélectivité en oxydation sélective en évitant les points chauds

4. Un nouvel outil pour accélérer les découvertes: la plateforme REALCAT



Qu'est-ce que REALCAT ?

- Une plateforme de criblage catalytique haut débit unique dédiée au développement de nouveaux catalyseurs
 - Synthèse
 - Caractérisation
 - Test

 - Catalyse homogène
 - Catalyse hétérogène
 - Catalyse enzymatique
- } Catalyse hybride
- Le but
 - Accélérer les découvertes de nouveaux catalyseurs



4. Un nouvel outil pour accélérer les découvertes: la plateforme REALCAT

REALCAT: un projet collaboratif

- Une collaboration entre 4 laboratoires:
 - Unité de Catalyse et de Chimie du Solide (UCSS)
 - Laboratoire des Procédés Biologiques et de Génie Enzymatique et Microbien (ProBioGEM)
 - Laboratoire d'Informatique Fondamental de Lille (LIFL)
 - Laboratoire d'Automatique, de Génie Informatique et du Signal (LAGIS)

- Financé dans le cadre du PIA "Plan d'Investissements d'Avenir" – EQUIPEX
 - Budget global: 8.7 M€ sur 10 ans
 - Equipement: 6.5 M€

- Localisation: Ecole Centrale de Lille, Villeneuve d'Ascq, France

L'équipe REALCAT

- Coordinateur : Pr. Franck DUMEIGNIL (UCCS)
- Responsable scientifique : Pr. Sébastien PAUL (UCCS)
- Ingénieure de recherche : Dr. Svetlana HEYTE (UCCS)
- Experts en biocatalyse (ProBioGEM)
 - Pr. Pascal DHULSTER
 - Pr. Philippe JACQUES
 - Dr. Renato FROIDEVAUX

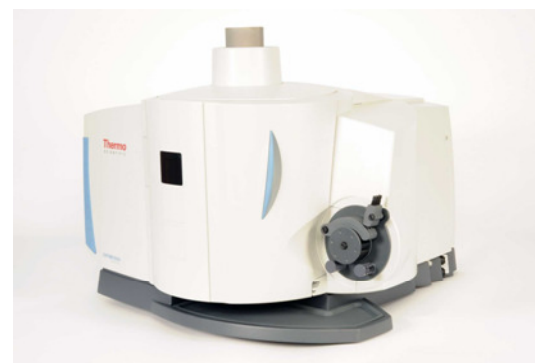
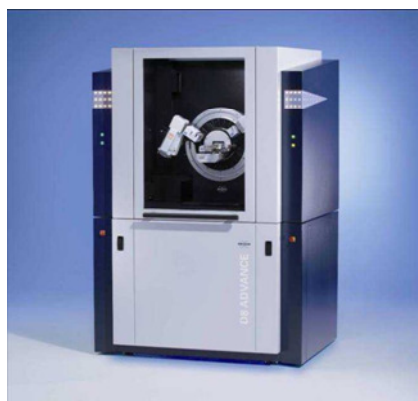
Outils HT pour la synthèse

- 2 plateformes Chemspeed totalement automatisées pour les synthèses par co-précipitation, les imprégnations et les synthèses hydrothermales
- Une boîte à gants
- Robot pour la synthèse HT de biocatalyseurs par culture cellulaire
- Robot pour la synthèse HT de biocatalyseurs par la technologie d'évolution dirigée des protéines



Outils HT pour la caractérisation

- XRD
- IR spectro
- Raman spectro
- ICP
- Fluo-X



- Outils HT pour garder la rapidité de toute la chaine de traitement

Outils HT pour les tests catalytiques

- 3 unités Flowrence (Avantium) pour les tests en phase gaz
 - 16 réacteurs par unité avec analyse GC en ligne
 - 2 unités équipées de pièges froids robotisés
- Plateforme Chemspeed équipée de 8 réacteurs (autoclaves) totalement instrumentés pour tests en phase liquide à haute pression (100 bars)
- Plateforme Chemspeed équipée de 36 réacteurs pour tests en phase liquide à pression ambiante
- Fermenteurs en plaque multi-puits avec suivi en ligne du pH et de la DBO
- Robot pour le criblage HT des propriétés biocatalytiques

Outils HT pour l'analyse hors-ligne

- 1 Fast-GC (2 voies: FID/FID)
- 1 Fast-GC (2 voies: FID/MS)
- 1 LC-MS simple quad pour les molécules légères
- 1 LC-MS triple quad pour les molécules lourdes
- 1 MALDI-TOF
- 1 GPC pour les polymères

Modalités d'utilisation de REALCAT

- REALCAT est une plateforme ouverte à l'utilisation par des usagers externes (académiques et industriels).
 - Projets collaboratifs
 - Prestations de service
- Proposition de projets étudiés par un comité d'utilisateurs
 - Démarrage premier semestre 2014
 - Appel à projet fin 2013
- Contact: sebastien.paul@ec-lille.fr

5. Conclusions

- Oxydation sélective des alcanes légers reste un sujet d'actualité (surtout pour C1 et C3)
- Design d'un catalyseur spécifique à chaque réaction
 - Exemple pour IBAN: les HPC de type Keggin
- Relation catalyseur-procédé très important, il faut penser "procédé catalytique" et non pas catalyseur seulement
 - Réacteur structuré: une voie d'avenir pour les réactions d'oxydation très exothermiques et pas trop sujettes à la désactivation rapide
- Plateforme de criblage catalytique REALCAT = un outil d'accélération des découvertes ouvert à la communauté

Mes collègues

- Dr. Fangli Jing
- Dr. Manzoor Sultan
- Dr. Benjamin Katryniok
- Pr. Elisabeth Bordes-Richard
- Dr. Axel Löfberg
- Dr. Adil Essakhi
- Dr. Véronique Le Courtois
- Pr. Philippe Supiot
- Pr. Brigitte Mutel
- Dr. Svetlana Heyte
- Pr. Franck Dumeignil
- Pr. Dominique Vanhove⁺

Financeurs

- ANR
- Arkema
- China Scholarship Council

Merci de votre attention !