

Compte-rendu de réunion

Projet CYCLOMAT

Date : 6 février 2012

Lieu : UCCS – UMR CNRS 8181
Univ. Artois
Faculté des Sciences Jean Perrin
Centre de recherche
Rue Jean Souvraz, SP 18, 62307 Lens Cedex, France

Début : 14h00

Fin 17h00

Participants:

Michèle BESSON (IRCELYON)
Julien HACCOUN (ANR)
Bastien LÉGER (UCCS Artois)
Gregory PÉRU (UCCS Artois)
Catherine PINEL, (IRECELYON)
Anne PONCHEL (UCCS Artois - coordinatrice)

Excusé(s)

Christine LANCELOT (UCCS Lille)
Eric MONFLIER (UCCS Artois)

- Tour de table
- Présentation du projet dans son ensemble (coordinatrice) : contexte, objectifs, tâches, participants et planning des tâches.
- Anne Ponchel précise que la tâche N°3 du projet CYCLOMAT a été démarrée de manière anticipée par rapport au planning initial (tâche initialement prévue à T_0+12). Les raisons sont liées à une panne de l'appareil de mesure de porosité de l'UCCS survenue au mois de décembre 2011. Cet appareil est particulièrement important pour la synthèse des matériaux mésoporeux (Tache 2). L'acquisition d'un nouvel appareil à l'UCCS Artois est programmée dans les deux prochains mois.
- Modalités de suivi de projet par l'ANR (Julien Haccoun, Chargé de mission scientifique, P2N).
- Des compléments de financement sont obtenus pour les deux partenaires universitaires en vertu de la labellisation par les pôles de compétitivité MAUD et AXELERA. Les sommes doivent être utilisées à des fins de communication, frais de recherches partenariales, valorisation et transfert technologique vers le monde industriel. De plus, Monsieur Haccoun

précise qu'il est nécessaire d'associer les pôles aux modalités de suivi de l'avancement du projet *via* leurs correspondants :

Eric Staniek pour MAUD

Eric.STANIEK@polemaud.com

Philippe Le Thuaut

philippe.lethuaut@axelera.org

- Planning des rapports d'avancement : (1) T₀+6 (rapport technique) (2) T₀+18 (rapport technique + scientifique) et (3) T₀+36 (rapport final). Les rapports d'avancement devront être envoyés en copie aux deux pôles.
- Réunion à mi-parcours : cette réunion sera programmée en 2013 (certainement printemps 2013).
- Participation au J3N (décembre 2012, Marseille) : Les travaux du Projet CYCLOMAT seront présentés sous forme d'une communication par affiche.
- Accord de consortium : Monsieur Haccoun précise qu'il n'y a pas d'obligation d'initier un accord de consortium dans le cadre du projet CYCLOMAT puisque les partenaires du projet sont des laboratoires publics sans partenaire industriel.
- La mise en place d'un site web s'appuyant sur le résumé public est demandée par l'ANR. L'UCCS propose que la page web soit hébergée sur le serveur de l'Université d'Artois (site UCCS Artois) avec un lien vers le site du partenaire lyonnais. La référence ANR du projet (ANR-11-NANO-005) devra apparaître sur la page d'accueil.

Discussion scientifique :

- Les premiers résultats de Grégory Péru (Doctorant ANR) sont discutés.

Tâche 2 : La synthèse de différentes silices mésoporeuses SBA-15 a été réalisée par voie hydrothermale et micro-ondes. La voie micro-ondes permet des gains de temps significatifs pour l'étape de condensation (1 à 4 heures contre 48 heures).

Des premières synthèses de carbones nano-répliqués ont été effectuées en partant de saccharose et de cyclodextrines méthylées comme sources de carbone.

Les matériaux ont été partiellement caractérisés par TEM et adsorption/désorption de N₂. Il a été montré que la porosité du solide après carbonisation et lavage à l'HF restait organisée. L'incorporation de métal (Pt et Au) dans la matrice carbone sera prochainement réalisée. Toutefois, l'avancement des travaux est actuellement gêné par la panne de l'appareil de mesure de porosité. Ce problème devrait être résolu grâce à l'acquisition d'un nouvel appareil dans les prochaines semaines (1 à 2 mois).

Tâche 3 : Cette tâche vise à synthétiser des catalyseurs contrôlés par dépôt de nanoparticules métalliques pré-stabilisées en phase aqueuse par des cyclodextrines sur des matériaux carbonés.

En amont de ce travail, la synthèse de nanoparticules d'or et de platine a été examinée par différentes voies :

- Le protocole de réduction par NaBH₄ a permis de synthétiser des nanoparticules de platine stables en partant de K₂PtCl₄ en utilisant des cyclodextrines méthylées. La stabilité est vérifiée par un suivi cinétique par spectroscopie UV-Vis. Le dépôt des nanoparticules de Pt a été réalisé par adsorption. Après 24 heures d'adsorption, un

filtrat incolore est récupéré. Des analyses élémentaires sont en cours pour doser la quantité de métal déposé.

- Ce protocole ne fonctionne pas dans le cas de l'or (précurseur HAuCl_4). Une autre voie de synthèse (basée sur des travaux de la littérature) en présence de cyclodextrines natives (α et γ) en milieu alcalin à 60°C a été envisagée. Des nanoparticules stables sont obtenues (≈ 6 nm). Toutefois, leurs tailles semblent pouvoir être modulées selon la quantité de cyclodextrine introduite (Spectroscopie UV-Vis).
 - Au niveau stabilité, il pourrait être intéressant d'étudier la stabilité des NPs en solution sur de longues périodes (plusieurs mois) ; *la stabilité des nanoparticules d'or en particulier étant reconnue pour être très sensible aux conditions environnantes.*
- Un état de l'art sur les travaux d'oxydation du HMF en phase aqueuse a été présenté par Michèle Besson (catalyseurs Pt, Pd, Au et $\text{Ru}(\text{OH})_x$). Il en ressort que la bibliographie sur cette réaction s'est largement accélérée depuis 2008. La possibilité d'étudier des catalyseurs à base de ruthénium est évoquée (en référence aux travaux de Gorbanev et al. 2011).

La réaction d'oxydation du HMF par l'air sera étudiée à l'IRCELYON dans des configurations différentes de réacteurs : SPR 16 (16 réacteurs Hastelloy C22 15 mL) ou 250 mL Hastelloy (Recrutement d'un chercheur post-doctoral, septembre 2011). L'analyse par HPLC de l'HMF et de ses produits d'oxydation est déjà au point.

Prochaine réunion

Pour conclure, une prochaine réunion (téléphonique ou vidéo-conférence) est programmée au cours du mois de mai 2012 afin de faire le point sur l'avancement des travaux.