

Microscopie électronique « operando » pour le suivi in-situ de l'activation des catalyseurs et des réactions catalytiques

Simona Moldovan¹, Ovidiu Ersen¹, Sophie Carencu², David Porthault², Clément Sanchez², Jean-Jacques Gallet^{3,4}, Fabrice Bournel^{3,4}, Giorgia Olivieri⁴

¹*Institut de Physique et Chimie des Matériaux de Strasbourg (IPCMS), 23 rue du Loess, 67034 Strasbourg*

²*Laboratoire de Chimie de la Matière Condensée de Paris, Sorbonne Universités – UPMC Univ Paris 06 – CNRS – Collège de France, 11 Place Berthelot, 75005 Paris.*

³*Laboratoire de Chimie Physique-Matière et Rayonnement, Sorbonne Universités – UPMC Univ Paris 06 – CNRS, 11 rue Pierre et Marie Curie, 75005 Paris, France*

⁴*Synchrotron-Soleil, L'orme des Merisiers, 91190 Saint Aubin, France*

Afin de comprendre le comportement dynamique des nanomatériaux dans des conditions proches de celles utilisées dans les applications, des nouveaux porte-objets environnementaux ont été développés permettant de travailler dans des conditions extrêmes de température et avec des pressions allant jusqu'à une atmosphère. Le but de ce travail a été de suivre les transformations des systèmes à base de nanoparticules de CoB soumis à des conditions environnementales représentatives de leur utilisation pour des réactions de méthanation. Les études en mode opérando ont été réalisées avec un porte-objet « Atmosphere » (PROTOCHIPS). Les échantillons ont été soumis successivement à un traitement thermique de décontamination (Ar à 150°C), de réduction (H₂ à 400°C) et à un environnement réactionnel (CO₂ à 400°C) à des pressions de 1 atm. Des nanoparticules de CoB et des clusters métalliques sont observés initialement dans une matrice de bore. Le traitement en atmosphère réductrice de H₂ conduit à une transformation du cobalt dans sa phase métallique et à une migration vers l'extérieur des agrégats. L'exposition du même agrégat à une atmosphère de CO₂ ne permet pas de reformer la structure initiale. Ces observations sont en accord avec celles obtenues par XPS sur la ligne TEMPO du SOLEIL qui ont montré que les nanoparticules de CoB exposées à un gaz réducteur se décomposent en cobalt métallique et oxyde de bore. D'autres systèmes similaires (borures et nitrures métalliques) sont en cours d'étude pour déterminer leur évolution à travers les différentes phases métastables lorsqu'ils sont soumis à des conditions réactionnelles réelles.