

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

Université : D^r. Tahar Moulay SAIDA

Faculté : Technologie

Département : Génie des Procédés



جامعة د الطاهر موالى سعيدة

كلية التكنولوجيا

قسم هندسة الطرائق

MEMOIRE DE FIN D'ETUDE

En vue de l'obtention du

Diplôme de Master en Génie De Procèdes

Spécialité : Génie des Procédés des Matériaux

Présenté par

- M^r. BENAHMED YACINE BORHAN EDDINE
- M^r. DABWAN SULIAMAN BAKIL

Thème

Synthèse d'un matériau mésoporeux type MCM-41 à base
de deux sources différentes déchets naturel

Devant le jury composé de :

Président	Adjdir Mehdi	MCA	Université de Saida
Encadrant	Boudinar Mohamed	MCB	Université de Saida
Examineur	Ghali Noureddine	MCA	Université de Saida

Année universitaire : 2019/2020

Remercîment

A travers ce modeste travail, d'abord nous tenons à remercier ALLAH pour la faveur de la santé et de l'Islam et pour l'aide qu'il nous a donné pour le réaliser.

Ce mémoire a été effectué au sein de laboratoire de la faculté de la technologie département génie des procédés de l'université Dr Moulay Tahar Saida Algérie sous la responsabilité de monsieur **Mohammed BOUDINAR** maitre de conférence B à l'université de Saida .

Qu'il me soit permis de lui exprimer mes sincères remerciements pour ses conseils et ses encouragements qu'il n'a cessé de me prodiguer tout au long de la préparation de ce travail.

Je suis très honoré de la présence de monsieur **ADJDIR MEHDI** maitre de conférences A à l'université de Saida, et je le remercie d'avoir bien voulu accepter de présider ce jury.

Je suis très heureux par la présence dans le jury de monsieur **GHALI NOUREDDINE** maitre de conférences A à l'université de Saida qui ma fait l'honneur d'accepter d'examiner et d'évaluer mon travail.

Nous remercions également monsieur le vice doyen et notre enseignant **Aimer El Hadj Ahmed pour** ses précieux conseils, ses encouragements et surtout ses efforts consacrés pour nous donner le meilleur encadrement.

Nous remercions profondément Mme N. Bouchikhi pour leur aide et leur conseillée

Nous remercions Mme S. Lakhache responsable du laboratoire génie des procédés pour sa disponibilité et son soutien permanent.

A tous nos collègues d'université et nos camarades du laboratoire, Nous leur sommes redevable des meilleurs moments qu'on a passés ensemble.

On terminera en pensant, sans les nommer, à tous ceux que nous avons croisés sur notre chemin et qui ont contribué à rendre possible notre parcours.

A tous et à toutes,

Nos vœux de bonne santé.

Dédicaces



*Avec joie, plaisir, fierté et gratitude, je dédie
ce mémoire :*

A mes parents : Grâce à leurs tendres encouragements et leurs grands sacrifices, ils ont pu créer le climat affectueux et propice à la poursuite de mes études. Aucune dédicace ne pourrait exprimer mon respect, ma considération et mes profonds sentiments envers eux surtout ma mère. Je prie Allah de les bénir, de veiller sur eux, en espérant qu'ils seront toujours fiers de moi.

A mon très chère petite sœur Sara et mes grands frères Housine et Abdelillah et mon petit frère Sohaib.

*A la famille **Benahmed** et **Azzaoui**. Ils vont trouver ici l'expression de mes sentiments de respect et de reconnaissance pour le soutien qu'ils n'ont cessé de me porter.*

A mon binôme et meilleur ami qui partagé avec moi ce travail (Dabwan Sulaiman bakil).

A mon encadreur (Boudinar Mohamed)

A tous mes professeurs : Leur générosité et leur soutien m'oblige à leurs témoigner mon profond respect et ma loyale considération.

A mes meilleurs amis et collègues : "Chentouf", "Aimen", "Lahcen", "Okhacha", "Merouane", "Yacine," "Oussama", "Mouhamed", "Houssam" et "Tkram", Ils vont trouver ici le témoignage d'une fidélité et d'une amitié infinie.

Yacine

Dédicaces



Elhamduulilah and all gratefulness to Allah for everything and for being able to finish this work :

*First of all I would like to thank **my supervisor***

*Mr : Boudinar Mohamed for his guidness through All this thesis and thank you with much respect to all **my teachers**.*

*This thesis is dedicated to **my beloved parents** for their tender encouragement and their great sacrifices, and for creating an affectionate climate so I can pursuit of my studies, as well is dedicated to my whole family above all **My sisters Sumaia and Sondos and my brothers Salman and Mohammed and my beloved brother Taher.***

*I would also love to share the gratitude with **my partner and best friend** in this work Benahmed yacine borhan eddine, and with **To my best friends and colleagues:** "Ahmed", "Mazen", "Aziz", "Ziyad", "Osama", and "Mokhtaria", They will find here the testimony of an infinite fidelity and friendship. With unlimited love and respect.*

Sulaiman

Introduction Générale	01
Chapitre I : Généralité sur les verres et le brique	
I-1 Généralités sur les verres	3
I-1.1 Définition des verres	3
I-1.2 Composition des verres.....	3
I-1.3 Classification des verres.....	4
I-1.3.1 Verres naturels	4
I-1.3.2 Verres artificiels.....	4
I-1.4 Propriétés des verres	4
I-1.4.1 Propriétés rhéologiques	5
I-1.4.2 Propriétés mécaniques	5
I-1.4.3 Propriétés thermiques	5
I-1.4.4 Propriétés chimiques	5
I-1.5 Domaine d'application des verres	6
I-1.6 Le recyclage du verre	7
I-1.7 Domaines de recyclage des déchets de verre.....	8
I-2 Généralités sur la brique	8
I-2.1 Définition de brique	8
I-2.2 Classification des briques	9
I-2-3 : les étapes de fabrication des briques	10
1-L'extraction de l'argile.....	10
2-La préparation de la pâte.....	10
3-Le moulage des briques	11
4-Les briques moulées à la main.....	11
Erreur ! Signet non défini.	
5-Les briques mécaniques.....	11
6-Le séchage.....	11
7-La cuisson.....	11
I-2-4 : Domaines D'application	12
Chapitre II : Généralité sur les matériaux mésoporeux	
II-1 Introduction	14
II-2 Les matériaux poreux	14
II-3 Matériaux mésoporeux à base de silice	15
II-4 Généralité sur le MCM-41.....	16
II.4.1. Définition	16
II.4.2. Les différentes méthodes de la synthèse MCM-41	17
II.4.2. 1.Synthèse conventionnelle	17
II.4. 2. 2. Synthèse non conventionnelle.....	18
II. 4. 3. Les propriétés de MCM-41	19
II.4.3. 1. Propriétés de surface de silices	19
II.4.3. 2. Hydrophobie/ hydrophilie de la surface	21
II.4.3.3. Taille des pores.....	21
II. 4.3.4. Epaisseur de parois.....	21
II.4.3.5. Stabilité hydro thermique.....	22
II.4.4. Insertion d'hétéroatomes.....	22
II.5.Applications.....	23
II.5.1 Catalyseurs acides.....	23
II.5.2 Catalyseur basique.....	24
II.5.3 Catalyseurs basiques hétérogènes.....	24
II.6 Progrès récents du MCM-41.....	25

Chapitre III: Les techniques d'Analyses Utilisées	
III. 1. Introduction	28
III. 2. Diffraction des rayons-X.....	28
III-3 Dispersif fluorescence X (XRF)	29
Erreur ! Signet non défini.	
III-4 La spectroscopie Infrarouge (IR)	30
III-4-1-Principe.....	31
III-4-2-Appareillage.....	32
III-5-Spectroscopie par torche à plasma (ICP-AES atomic emission spectrometry)	33
III-5-1-Principe.....	33
III-5-2 : Avantages et Inconvénients.....	33
Chapitre IV: Etude expérimentale	
IV.1. Introduction.....	35
IV.2. Généralités sur les verres.....	35
IV.3. Fluorescence des rayons X (XFR) des deux échantillons.....	35
IV .4. Extraction de silice.....	36
IV-5 Synthèse de MCM-41.....	38
IV.5.1. Diffraction de rayons X (DRX) de verre usagé-MCM-41 et brique-MCM-41.....	39
IV.5.2. Analyse par spectroscopie Infrarouge par transformée de Fourier de verre usagé-MCM-41 et brique-MCM-41...	41
Conclusion Générale	43
Référence bibliographique	44

Abréviations

UIPAC : Union International de Chimie Pure et Appliquée

MCM: Mobil Composition of Matter

ZSM : Zéolithes

M41S: Famille des MCM

SBA: Santa Barbara Amorphous.

Fig: Figure

Tab: tableau

CTAB: CetylTrimethyl Ammonium Bromid

nm: Nanomètre

TEOS: Tétraéthylorthosilicate.

TMOS: Tétraméthylorthosilicate.

pH : Potentielhydrogène

DRX : *diffractogramme de rayons X*

IR : Infra Rouge

XRF : Fluorescence des rayons X

ATG : Analyse thermographémitrique

ICP : Spectrophotométrie de plasma à couplage inductif

FWHM: **F**ull **w**idth at **h**alf **m**aximum

(NC) : non calciné

λ : Longueur d'onde

% : Pourcentage

Liste des figures

Figure	Titer	Page
I-1	Recyclage du verre d'emballage (bouteilles).....	7
I-2	Forme de Brique.....	10
I.3	Les étapes de fabrication des briques	12
II-1	Distributions des pores des trois classes de matériaux selon l'IUPAC.	14
II. 2	Classement des matériaux microporeux, mésoporeux et macroporeux	15
II.3	famille de matériaux M41S : a : MCM-41 ; b : MCM-48 ; c : MCM-50	16
II. 4	Représentation schématique de MCM-41.....	17
II. 5	Formation d'un pont siloxane par condensation de deux groupements silanol.....	20
II. 6	Schématisation des principaux types des groupements silanols.....	20
II. 7	Epaisseur de parois du MCM-41.....	22
III. 1	Principe de la loi de Wulff-Bragg.....	29
III-2	Représentation schématique de l'arrangement hexagonal des canaux de MCM-41.....	29
III-3	Représentation schématique de principe de XRF.....	30
III.4	Appareil d'analyse XRF.....	30
III-5	Les modes de vibrations.....	31
III.6	Schéma général d'un spectromètre IR à transformée de Fourrie	32
III-7	Double visée (axiale et radiale) Kit d'introduction téflon pour l'analyse de solutions à base d'HF.....	33
IV.1	Représentation de La brique usé utilisé dans la synthèse du MCM-41.....	36
IV.2	Représentation de verre usé utilisé dans la synthèse du MCM-41.....	37
IV.3	Représentation des produits finaux de MCM-41.....	38
IV-4	Diagramme DRX de verre usagé	39
IV-5	Diagramme DRX de verre usagé fusionnée.....	39
IV.6	Spectre DRX de MCM-41 synthétisé par le verre rapport 1/6.....	40
IV.7	Spectre DRX de MCM-41 synthétisé par le brique, rapport 1/6.....	41
IV.8	Spectre IR du MCM-41 non-calciné synthétisé par verre usagé.....	41
IV.9	Spectre IR du nanomatériau MCM-41 non-calciné synthétisé par brique..	42

Liste des tableaux

Tableau	Titre	Page
IV.1	Composition chimique de verre usagé et de brique en poids %.....	36
IV.2	Composition chimique de surnageant de déchet de brique usé et verre usage Rapport 1/6.....	37



Introduction

Générale

INTRODUCTION GENERALE

Le recyclage des déchets a devenu aujourd'hui la bonne solution qui peut offrir de nouvelles ressources renouvelables et durables qui contribuent dans le processus de la construction dans le domaine de génie civil et ainsi pour protéger l'environnement [1].

Les quantités énormes des déchets qui sont générées sans cesse immobilisent de plus en plus de grandes surfaces pour le stockage et réduisent ainsi les disponibilités des terrains sans compter la pollution de l'environnement avec toutes ses conséquences. La protection de l'environnement est une préoccupation majeure qui se traduit, Parmi ces derniers, la brique rouge qui peut être broyée et utilisés comme une source de synthèse des matériaux. , Le recyclage de brique dans le domaine des matériaux de construction apparait être une nouvelle alternative comme réutilisation de brique

Les considérations économiques et environnementales affectent de plus en plus l'approvisionnement des déchets. Il y a des grands défis à la réalisation et au sens opposé des grandes objections à l'ouverture de nouveaux bancs de carrières. En même temps, on se heurte, des difficultés pour déposer à la décharge et de sous-produits inertes de l'industrie et, à l'existence des décharges sauvages qui affectent l'environnement [2].

Dans cette contribution le choix été l'utilisation de deux sources naturelles en tant que précurseur pour la synthèse de nanomatériaux soit mésoporeux ou microporeux ces nouvelles sources sont la brique et le verre locale abondante à faible coût et qui seront utiliser comme source à la fois de Si, d'Al dans la synthèse des nanomatériaux, .

Dans les chapitres qui suivent, une description des parties de ce travail sera donnée.

Dans le premier chapitre, Une étude chronologique complète sur l'utilisation des sources naturelles comme précurseur de silicium et d'aluminium tels que le verre et la brique, ainsi que différentes applications a été présenté.

Dans le deuxième chapitre une description détaillée des matériaux MCM-41 et ses différentes méthodes de synthèse a été réalisée.

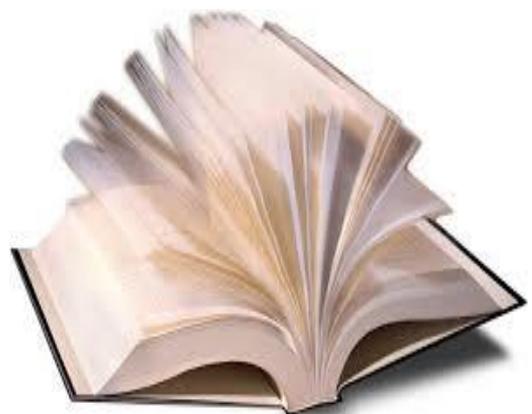
Le troisième chapitre a été consacré sur une description détaillée sur les techniques de caractérisations utilisées pour l'identification des réactifs et produit synthétisés ont été examinés.

Dans la quatrième chapitre, tous les résultats obtenus par différentes techniques de caractérisations ont été présentés suivi d'une discussion.

INTRODUCTION GENERALE

À la fin de ce travail une conclusion générale est donnée, où les réponses et les résultats les plus importants sont soulignés.

Chapitre I
Généralité sur les
verres et le brique



I-1 Généralités sur les verres :

Le verre possède des propriétés intéressantes et des applications dans des domaines de grande diffusion (vitrage...) jusqu'à des applications à très forte valeur ajoutée (bijouterie, optique de précision).

Le verre est utilisé essentiellement en optique pour ses propriétés réfringentes tels que les lentilles, les vitres, les verres de lunettes...etc.

Il est également utilisé en chimie et dans l'industrie agroalimentaire : il réagit très peu avec la plupart des composés utilisés dans ces domaines, c'est donc un matériau idéal pour les contenants (bouteilles, pots de yaourt, béciers, colonne de distillation, éprouvettes, tubes à essai...). Un des seuls liquides ayant le pouvoir de dissoudre le verre est l'acide fluorhydrique (HF).

Le verre est aussi un matériau de construction très important dans l'architecture moderne et dans l'industrie automobile. Il est notamment présent sous forme de laine de verre, isolant léger, imputrescible et ininflammable.

Les verres d'oxydes classiques sont transparents dans l'IR jusqu'à 3-4 μm , mais il y a des verres d'oxydes à base d'éléments lourds comme l'antimoine qui transmettent plus loin, jusqu'à 6-7 μm , ce qui donne un plus large domaine d'utilisation ; nos travaux porteront essentiellement sur ce type de matériaux.

I-1.1 Définition des verres :

Plusieurs définitions ont été proposées pour un verre. On peut le considérer comme un solide non cristallin obtenu par figeage d'un liquide surfondu. Lors de ce refroidissement, il acquiert les propriétés d'un solide sans pour autant présenter un ordre cristallin à longue distance et sans périodicité dans l'arrangement des atomes. Cette définition n'est pas générale car il existe des solides qui ne sont pas des verres comme par exemple les gels et répondent à cette définition. Ce qui a permis à Tammann (1939) [3] de postuler l'existence d'un état vitreux, et on peut définir le verre comme un solide non cristallin présentant le phénomène de transition vitreuse.

I-1.2 Composition des verres :

Le verre est un matériau inorganique, composé de nombreux oxydes, mais le plus souvent élaboré à partir de 3 constituants de base [4-5] :

- l'oxyde de silicium (SiO_2) ou silice, élément majoritaire, et véritable formateur du réseau vitreux.
- l'oxyde de sodium (Na_2O), appelé fondant, provenant de la décomposition de carbonates synthétiques et qui va transformer la silice en silicate par attaque chimique.
- l'oxyde de calcium (CaO), appelé stabilisant, issu de la décomposition de CaCO_3 .

Pour de nombreux verres industriels (verre d'emballage et verre plat) ces 3 éléments représentent environ 95 % de leur composition pondérale, ce qui permet de définir le verre sur un plan chimique comme un silicate de sodium et de calcium.

I-1.3 Classification des verres :

On distingue deux groupes fondamentaux :

I-1.3.1 Verres naturels :

Ce sont des substances à l'état vitreux existant rarement dans la nature, la vitrification survient en général seulement lorsque la lave fondue arrive à la surface de la croûte terrestre et y subit un brusque refroidissement [6].

On peut citer plus particulièrement les obsidiennes roche éruptives, qui sont des verres naturels ayant une composition voisine de celle des verres industriels.

La formation des verres dans la nature peut être aussi provoquée par des processus engendrant une élévation brusque de la température à la suite des ondes de choc puissantes, par exemple les impacts de météorites.

I-1.3.2 Verres artificiels :

Ce sont en majorité des verres inorganiques produits industriellement, on distingue :

- Les verres d'oxydes.
- Verre d'halogénures.
- Les verres métalliques.

I-1.4 Propriétés des verres :

Le verre est un matériau que l'on rencontre de plus en plus dans la vie courante. Il convient donc de connaître ces propriétés afin de pouvoir l'utiliser de manière ingénieuse [7].

I-1.4.1 Propriétés rhéologiques :

La rhéologie est une science qui étudie les phénomènes de déformation et d'écoulement des solides et des fluides sous l'action des forces extérieures (mécaniques). Les verres par leur structure possèdent un comportement rhéologique très complexe. En effet aux températures très élevées les verres ont les propriétés de liquide visqueux et à des températures inférieures à T_g , la cohésion est grande, ils ont l'apparence d'un solide élastique.

- La viscosité du verre.
- La tension superficielle.

I-1.4.2 Propriétés mécaniques :

Elle dépend de :

- La dureté.
- La résistance mécanique.

I-1.4.3 Propriétés thermiques :

La fabrication du verre est un processus mettant en jeu des températures très élevées, si bien que les propriétés thermiques jouent un rôle important. En outre la connaissance de la chaleur massique est particulièrement importante pour l'étude de la nature du verre. Il existe :

- Chaleur spécifique.
- Conductibilité thermique.
- Dilatation thermique.

I-1.4.4 Propriétés chimiques :

- L'action de l'eau : l'eau agit sur les silicates qui, en se décomposant, forment un dépôt en surface qui devient peu à peu opaque ; le verre perd de sa transparence.
- L'action de l'air : les silicates alcalins se combinent avec l'acide carbonique contenu dans l'air ce qui donne un dépôt blanchâtre à la surface du verre.
- L'action de la lumière : exposés aux ultraviolets, certains verres se colorent ou se décolorent.

• L'action des acides : ils décomposent la silice, le plus rapide est l'acide fluorhydrique qui permet de graver en profondeur le verre plaqué. Le verre peut donc être dissout [8].

I-1.5 Domaine d'application des verres :

➤ Applications industrielles :

Dans les applications industrielles, nous classons l'isolation des réservoirs et tuyauteries a haute et a base températures, y compris les températures cryogéniques « inférieur a $-150C^0$ », l'isolation des tuyauteries enterrés, celle des cheminées industrielles et les isolations effectuées à bord des navires [9].

➤ Bâtiments :

Dans le domaine, nous exigeons essentiellement les bâtiments importants tels que les centres administratifs, centres d'achats, écoles, hôpitaux...etc.

Les principales applications sont :

- Sous forme des panneaux : utilisé pour les toitures plates et inclinées.
- Sous forme des blocs : ils sont placés sous la maçonnerie et préviennent ainsi les ponts thermiques.
- Les parkings terrasses et terrasses accessibles.
- Les doubles murs.
- Les revêtements muraux.
- Les panneaux d'allégés.
- L'isolation des plafonds.
- L'isolation péri métrique : horizontale et verticale.
- Les cheminées. [9].

I-1.6 Le recyclage du verre :

Le verre constitue une composante importante des ménages et des déchets industriels en raison de son poids et de sa densité.

La composante de verre dans les déchets municipaux est généralement constituée de bouteilles cassées, verrerie, des ampoules et autres articles. Aussi de nombreuses méthodes manuelles de création d'objets en verre ont un taux de défektivité de l'ordre de quarante pour cent.

Le recyclage du verre est le processus de transformation de déchets de verre en produits utilisables (**fig.I.1**). Pour ce faire, les déchets de verre doivent être séparés par leur composition chimique (séparés en différentes couleurs) car le verre conserve sa couleur après le recyclage, et ensuite, en fonction de l'utilisation finale et les capacités locales de transformation.

Cette procédure permet d'utiliser moins d'énergie que la fabrication du verre à partir de sable, de chaux et de soude.

Chaque tonne de déchets de verre recyclé dans les nouveaux éléments permet d'économiser 315 kg de dioxyde de carbone d'être relâchés dans l'atmosphère lors de la création du nouveau verre.

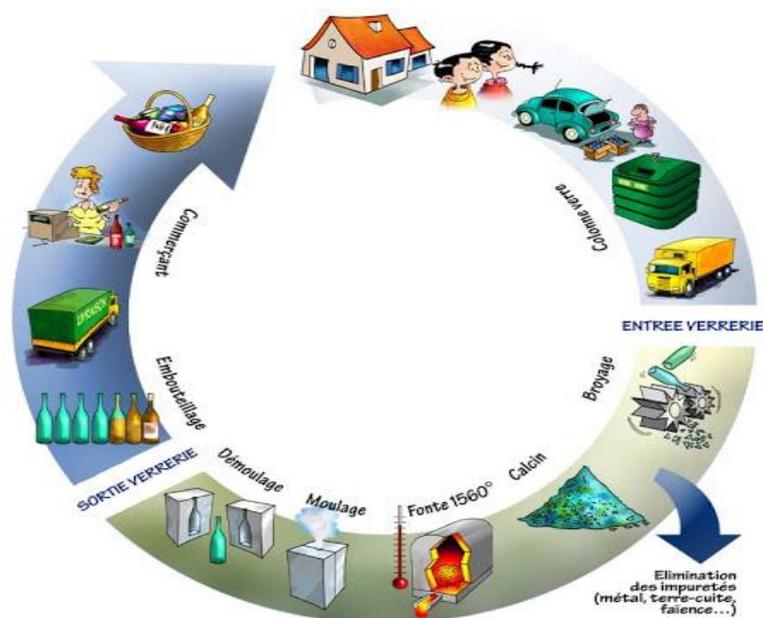


Fig. I-1 : recyclage du verre d'emballage (bouteilles).

I-1.7 Domaines de recyclage des déchets de verre :

Le recyclage du verre d'emballage possède de nombreux avantages, et celui notamment d'être utilisé à l'infini. Le verre après broyage peut être réutilisé sous plusieurs formes dans plusieurs secteurs d'activité :

- La construction : il remplace les gravillons qu'on peut trouver dans les parpaings, et possède des qualités d'acoustique et de légèreté.
- L'abrasion : les microbilles de verre pour traiter des surfaces sans les endommager ou la poudre de verre afin de préparer des surfaces à travailler, et les billes de verre pour le broyage
- Les pigments pour la peinture : dans les enduits pour un effet esthétique particulier ou dans la peinture pour la signalisation routière
- Les matériaux de décoration : dans les roches décoratives pour la mosaïque par exemple
- Le nettoyage : par la libération de soude et de potasse, ainsi que grâce à ses microparticules, qui possèdent des qualités de détergents.

I-2 Généralités sur la brique :

Tout le monde connaît ce magnifique produit. Dans le passé, la couleur rouge était la plus répandue, on dispose aujourd'hui d'innombrables couleurs. On l'observe partout autour de nous. Les briques sont Aujourd'hui, Des produits très diversifiés : blocs pour murs intérieurs briques de parement, briques de pavage, mais restent tous des produits en terre cuite et sont considérées parmi les éléments les plus importants dans le domaine de la construction [10].

I-2.1 Définition de brique :

La brique est un matériau de construction qui est fabriqué en portant une petite quantité d'argile, préalablement mise en forme, à une température appropriée de frittage. Les particules d'argile commencent alors à fondre et s'agglomèrent pour former une masse à caractère pierreux. Après la cuisson, la brique conserve une certaine porosité, qui lui confère d'ailleurs des propriétés spécifiques et la distingue des autres matériaux de construction.

Pour faire une brique, aucun liant ni produit chimique n'est utilisé. Chaque brique est constituée à 100% d'argile et de rien d'autre. Pour augmenter la porosité, on mélangera éventuellement à l'argile avant la cuisson de la matière organique. Cette matière organique

seconsume cependant complètement lors du processus de cuisson et ne laisse aucun résidu dans la brique.

Au fil des siècles, les techniques d'extraction de l'argile, de mélange, de moulage, de séchage et de cuisson ont évolué, mais les principes de base sont restés les mêmes. Le procédé de moulage a lui une certaine importance : les briques faites main ont une surface rugueuse, les briques étirées sont lisses. Lors de la cuisson, le briquetier peut faire varier l'atmosphère du four.

La brique appartient à la famille des céramiques. Pour fabriquer une brique, la terre est pressée dans un moule. Il existe plusieurs formes de moules. La forme la plus connue est la brique pleine.

I-2.2 Classification des briques :

Il existe 04 types de brique :

- **Brique Rouge** : La brique, également appelée brique pleine, est très utilisée pour la construction de maison.
- **Brique creuse** : La brique creuse est sans conteste la plus répandue en France, elle tient son nom du fait des perforations horizontales, voire verticales dans certains cas.
- **Brique de parement** : La brique de parement, communément appelée brique de façade, est davantage utilisée en extérieur pour sa touche décorative. Fabriquée en terre cuite ou en matériaux reconstitués, la brique de parement est assez épaisse. Il est possible de distinguer deux grandes catégories pour ce type de brique : moulé ou pressée.
- **Brique réfractaire** : Autre type, la brique réfractaire qui est davantage utilisée dans la construction de fours ou de cheminées en raison de sa résistance aux fortes températures (jusqu'à 1 700 degrés).

Alors notre travail est basé sur ces matières des constructions qui est le brique et le verre spécialement les déchets de deux matières afin de le valorisés et pour la synthèse d'un nouveau matériau mésoporeux comme MCM-41.

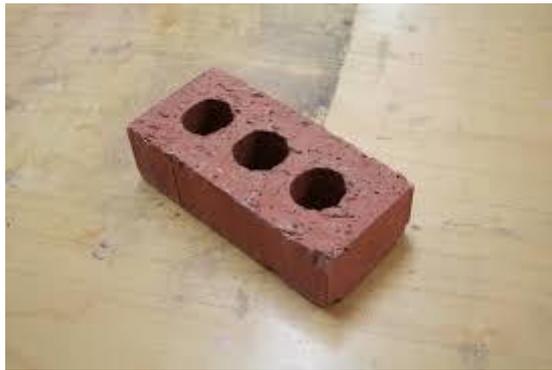


Fig. I-2 : Forme de Brique.

I-2-3 : les étapes de fabrication des briques :

Les briques sont des matériaux de construction à base d'argile largement utilisés dans le domaine du bâtiment. Les briques sont employées pour la réalisation de murs en raison de leur résistance mécanique et de leur porosité favorisant les échanges thermiques. Longtemps moulées à la main, les briques ont laissé place à une fabrication industrialisée grâce à la mise au point de nouveaux procédés. Aujourd'hui, il existe différentes fabrications de brique.

1-L'extraction de l'argile :

Les briques sont fabriquées à partir d'argile et d'autres matières minérales similaires dans leur composition telles que le limon et le schiste. L'argile est extraite d'argilières, de préférence locales. Le choix des terres argileuses est essentiel en raison de la spécificité de la granulométrie de chaque sol. En effet, la granulométrie de l'argile extraite influe sur les propriétés mécaniques des futures briques (résistance à la compression etc.).

2-La préparation de la pâte :

La préparation de l'argile se réalise en 3 étapes. La première étape consiste à fabriquer une pâte d'argile élastique. Pour ce faire, les matières extraites telles que l'argile, le limon ou le schiste sont concassées puis broyées au moyen de cylindres verticaux ou de broyeurs mécaniques.

La poudre obtenue est mélangée à l'eau pour obtenir une pâte plus ou moins élastique afin de faciliter les opérations de moulage à venir et d'augmenter sa plasticité. Cette opération est mécanisée grâce à l'utilisation de mélangeurs-doseurs qui font également office de malaxeurs.

3-Le moulage des briques :

Le moulage des briques, appelé également façonnage des briques, peut se réaliser de deux manières différentes en fonction de la forme de brique attendue. On distingue deux techniques de moulage.

4-Les briques moulées à la main :

Le moulage à la main est le procédé traditionnel, longtemps utilisé. Il consiste à déposer une quantité de pâte d'argile dans un moule en bois déjà sablé afin d'éviter que l'argile n'adhère aux parois du moule. Les briques moulées à la main ont un aspect irrégulier avec des plissures, mais offrent des propriétés mécaniques élevées, notamment en termes de résistance thermique. Aujourd'hui, ce procédé est mécanisé pour un rendu similaire à celui de la main de l'homme.

5-Les briques mécaniques :

Les briques mécaniques sont soit pressées soit étirées. Le moulage à la presse consiste à exercer une forte pression sur l'argile préalablement déposée dans un moule. Quant aux briques étirées, elles sont fabriquées à partir d'un boudin d'argile extrait de la masse découpé en plusieurs sections. Chaque section est étirée pour former une brique. L'étireuse est préconisée pour la fabrication de briques perforées. De plus, cette technique de fabrication est privilégiée en raison de sa rapidité d'exécution.

6-Le séchage :

Les briques crues chargées en eau doivent être séchées pendant deux à quatre jours dans des séchoirs artificiels. Le séchage permet à l'eau contenue dans la brique de s'évaporer ; à défaut la rétraction de l'eau contenue dans la brique lors de la cuisson risquerait de provoquer un éclatement de la brique.

7-La cuisson :

La cuisson est la dernière étape de fabrication. Cette opération est essentielle car elle permet d'influer sur les propriétés mécaniques de la brique. La cuisson est réalisée dans des fours continus ou discontinus à une température comprise entre 850 °C et 1 200 °C. La température de cuisson est progressive et dépend du type d'argile.

De plus, il est possible de modifier la couleur voulue de la brique grâce à un apport ou à une réduction d'oxygène lors de la cuisson. Ainsi, la réduction d'oxygène va avoir pour effet de donner une couleur plus foncée à la brique



Fig. I.3 : Les étapes de fabrication des briques

I-2-4 : Domaines D'application :

Comme la plupart des processus industriels, la production de briques à un impact environnemental. Le secteur céramique accorde une très grande attention à cette problématique et met tout en œuvre pour limiter au maximum les émissions dans l'air, le sol et l'eau. La gestion rationnelle de l'énergie n'est pas en reste.

Par le passé, les entreprises ont déjà pris bon nombre de mesures pour limiter l'impact environnemental. Ceci de leur propre initiative ou sur base de réglementations environnementales spécifiques.

La brique a commencé sa mue. Ce bloc de pierre artificielle, fabriqué avec de la terre argileuse pétrie, moulée, séchée, cuite et utilisé comme matériau de construction, apporte également sa contribution au mieux-être écologique.[11]

En effet, même si réalisé à partir de matériaux naturels, la conception de nos bonnes vieilles briques de béton entraîne une consommation d'énergie non négligeable et peut nécessiter l'utilisation d'additifs nocifs pour l'environnement. Près de 80 % des émissions de CO2 d'un bâtiment proviennent de l'exploitation du béton !

Autre donnée significative, la fabrication de ciment est une importante source de gaz à effet de serre : elle est à l'origine d'environ 7 à 8 % des émissions totales de CO2 à l'échelle planétaire.

En Palestine, c'est une jeune ingénieure MajdMashhrawi qui s'est mise à la brique. Face à une pénurie de ciment, Elle a développé depuis 2014, le Green Cake, une brique écologique créée à partir de cendres de charbon. L'idée donc, récupérer les cendres issues de la combustion du charbon et du bois utilisés pour la production d'énergie. Chaque semaine, près de six tonnes partent à la décharge, elle a donc décidé de réutiliser ces déchets et de les utiliser comme matériau pour parpaings.d'environ 7 à 8 % des émissions totales de CO2 à l'échelle planétaire.[11]

Et bien sûr nouvelle technologie oblige, nous voici à présent avec la brique intelligente, une brique en argile crue. Pour Géry Despret, architecte de formation, son objectif : évoluer de la production de briques en terre crue vers un hub créatif de matériaux de construction dédié à l'argile.[11]. Sa particularité : elle est améliorée pour réguler naturellement la température d'un bâtiment. Ainsi, elle absorbe la chaleur en été et le froid en hiver. Elle permet une température plus stable quel que soit le temps à l'extérieur et donc d'augmenter son confort sans augmenter la facture énergétique. Petits plus non négligeables, elle est hypoallergénique, offre une bonne isolation phonique et diminue les effets de la radio-sensibilité.[11]

Ainsi, le monde de la brique change à l'ère de l'écologie et de l'innovation.

Chapitre II

Généralité sur les

matériaux méso-poreux

II-1 Introduction :

Les matériaux poreux sont une classe de matériaux qui sont définis par leur taille de pores selon la classification de l'union internationale de chimie pure et appliquée (IUPAC) [12] qui a défini trois types de matériaux selon le diamètre de leurs pores (Figure. I. 1) :

- Les microporeux : $\Phi \leq 20$ (Å) zéolite : JDF-20, ZSM-48, SAPO-34.
- Les mésoporeux : 20 (Å) $< \Phi < 500$ (Å) MCM-41, SBA-15.
- Les macroporeux : $\Phi > 500$ (Å) céramique, gel de silice, résine.

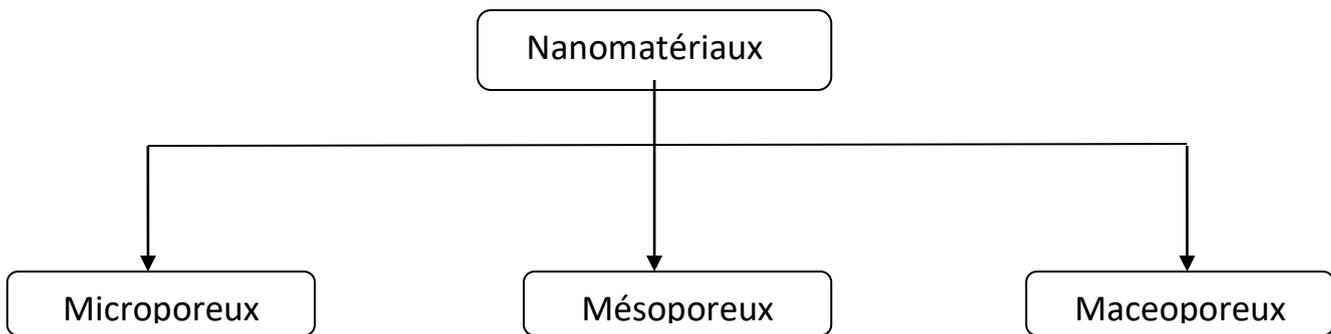


Fig. II-1 Distributions des pores des trois classes de matériaux selon l'IUPAC.

II-2 Les matériaux poreux :

Les matériaux poreux sont une classe de matériaux qui sont définis par leur taille de pores. L'union internationale de chimie pure et appliquée (IUPAC) [13] a défini trois types de matériaux selon le diamètre de leurs pores. Les matériaux sont classés uniquement par leur taille de pore, leur composition n'influe pas sur leur appellation. Tout d'abord les matériaux microporeux sont constitués des matériaux ayant des diamètres de pores de moins de 2 nm. Pour donner quelques exemples, les principaux représentants des

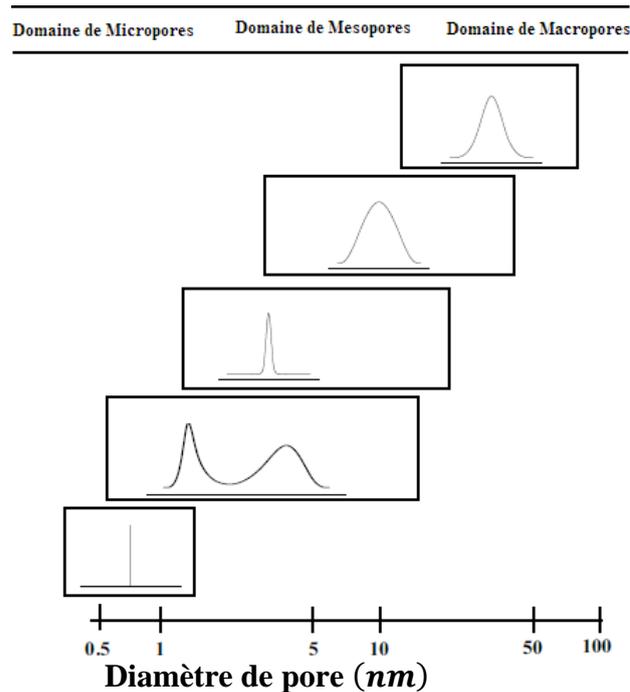


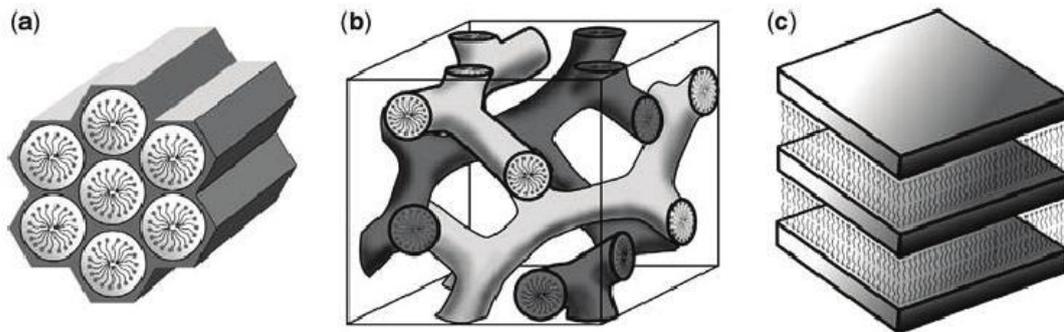
Fig. II.2: Classement des matériaux microporeux, mésoporeux et macroporeux [14]

Microporeux sont les zéolithes à base de silice et d'aluminium, et les aluminophosphates, À l'opposé, les matériaux macroporeux ont des diamètres de pore supérieurs à 50 nm. Cette classe inclue notamment des silices poreuses, des verres, des gels, etc. Entre ces deux classes, les matériaux mésoporeux ont des diamètres des pores situés entre 2 et 50 nm. Il existe des matériaux mésoporeux à base d'oxydes métalliques, des métaux nobles, des alumines, des carbones, des polymères, et bien entendu, des silices amorphes.

Les silices mésoporeuses sont synthétisées en laboratoire depuis plusieurs années, mais leur expansion a réellement débuté avec la découverte du matériau nommé MCM-41 dans les laboratoires de Mobil en 1992 [15,16]. Cette silice préparée à partir d'un agent tensioactif ionique est devenue une véritable référence. Ce matériau possède une structure 2D- hexagonale semblable à des nids d'abeilles. Depuis, une seconde avancée majeure dans le monde des matériaux mésostructurés a été la découverte de la SBA-15 en 1998 par Zhao et Stucky [17] à Santa-Barbara. La SBA-15, tout comme la MCM-41, possède une symétrie 2D-hexagonale.

II-3. Matériaux mésoporeux à base de silice :

En 1992, des chercheurs de Mobil Research et Development Corporation [15,16] parviennent à synthétiser des silicates ordonnés avec des diamètres de pores compris entre 1,5 nm et 50 nm. La famille M41S vient alors de naître, avec ses membres les plus connus:



MCM-41, MCM-48 et MCM-50. La structure de ces matériaux pourrait être schématisée dans la **Figure II.3** ci-dessous.

Fig. II.3 : famille de matériaux M41S : a : MCM-41 ; b : MCM-48 ; c : MCM-50 [18]

- MCM-41 : structure hexagonale avec des pores unidimensionnels.
- MCM-48 : structure cubique avec un système de pores tridimensionnel.
- MCM-50 : structure lamellaire.

II-4. Généralité sur le MCM-41 :

II.4.1. Définition :

Le MCM est un système idéal pour étudier les fluides confinés, et est ainsi largement utilisé pour des études fondamentales [19] (Lin and Mou 1996) Un des membres de cette série et qui est le plus étudié, est le MCM-41. Cet énorme intérêt pour le MCM-41 est basé sur sa structure simple, régulière et modulable. Ce silicate présente un arrangement unidirectionnel hexagonal de pores cylindriques. Le diamètre des pores cylindriques peut être ajusté dans une gamme de 2 à 10 nm. Ce matériau mésopores est en effet obtenu par condensation de silice amorphe (SiO_2) dans l'eau assistée par l'auto assemblage de micelles d'un tensioactif [20].

La géométrie de la porosité obtenue résulte alors de l'empreinte de la phase hexagonale cristal-liquide du surfactant qui joue le rôle de structurant.

Les MCM-41 qui présentent un réseau hexagonal régulier de pores avec une taille de pores bien définie et une surface spécifique très élevée excèdent souvent 1000 m²/g et une haute stabilité chimique et thermique, ont été les plus étudiés et utilisés.

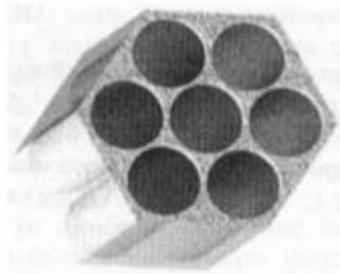


Fig. II. 4 : Représentation schématique de MCM-41

II.4.2. Les différentes méthodes de la synthèse MCM-41 :

Depuis la découverte des matériaux de la famille M41S, de nombreuses recherches ont été consacrées à la compréhension du mécanisme de leur formation. L'obtention de ces matériaux est décrite selon plusieurs méthodes conventionnelles (basé sur l'utilisation des produits chimiques dans la synthèse des MCM41 et une méthode non conventionnelle (basé sur l'utilisation des sources naturelles de silice comme l'argile, les déchets etc.... dans la synthèse de notre matériau)

II.4.2. 1.Synthèse conventionnelle :

En 1971, [21] Décrivaient dans un brevet la synthèse de silice à faible densité réalisé par hydrolyse et condensation du tetraethylorthosilicate (TEOS) en présence d'un tensioactif cationique [22]. Ils ont établi en 1997 que ce travail constituait la première synthèse d'un matériau silicique mésoporeux.

Les silices mésoporeuses de type MCM-41 sont très bien structurées avec un réseau hexagonal de mésopores et présentent un volume poreux important. Cependant le contrôle de la taille des grains et de [23] la polydispersité à l'échelle nanométrique n'est pas aisé. Il aura fallu attendre les premiers travaux de pour obtenir les nanoparticules de silice mésoporeuses (NSM) monodisperses de type MCM-41. Ces nanoparticules ont été préparées par neutralisation rapide au niveau de sol, de l'hydrolyse-polycondensation du TEOS effectuée en milieu basique NaOH, en présence du tensioactif CTAB.

Dans la synthèse des MCM-41 il existe quatre éléments nécessaires qui sont utilisées [15] :

- Une molécule tensioactive (agent structurant) anionique, cationique, non-ionique ou neutre

Pour diriger la structure finale du matériau (hexagonale, cubique, lamellaire).

- Une source de silice (silice fumée, silicate de sodium, TEOS, TMOS...).
- Un solvant (eau, éthanol...).
- Un acide selon la synthèse désirée.

II.4. 2. 2. Synthèse non conventionnelle :

La silice est un matériau naturellement présent dans les minéraux, tels que le quartz et le silex roche sédimentaire, dans les plantes telles que le bambou, le riz et l'orge. Cependant, la plupart des silices utilisées dans les applications chimiques sont d'origine synthétique. La silice en tant que matériau est utilisée dans de nombreuses applications en raison de la large gamme de ses structures et de ses propriétés physico-chimiques qui dépendent fortement des procédés de synthèse.

La silice (dioxyde de silicium) est le nom donné à un groupe de minéraux composés de silicium et d'oxygène, les deux éléments les plus abondants de l'écorce terrestre ; en effet, la silice représente plus de 60 % en masse de l'écorce terrestre.

Dans la nature, elle se présente sous des formes variées : roches sédimentaires, roches métamorphiques et roches magmatiques. La silice occupe, parmi les oxydes, une place exceptionnelle en raison notamment de ses propriétés cristallographiques, de ses modes de genèse et de par à son importance pétrographique.

Généralement, on la trouve sous forme cristalline mais on peut également la trouver à l'état amorphe (non cristallisé). La silice cristalline est dure, chimiquement inerte et présente un point de fusion élevé. Ce sont des qualités recherchées pour diverses applications industrielles.

Il existe deux sources de silice :

a) -Source naturelle :

La silice existe à l'état libre sous forme cristalline ou amorphe et à l'état combiné sous forme de silicates. Dans la quasi-totalité de ses formes, elle apparaît comme le modèle le plus simple des

Tectosilicates : une charpente tridimensionnelle faite de tétraèdres SiO_4 liés les uns aux autres par leurs sommets, chaque atome d'oxygène étant commun à deux tétraèdres, d'où la formule globale SiO_2 .

On peut obtenir les silices naturelles à partir beaucoup de source naturelle comme les argiles qui sont des produits de décomposition des roches siliceuses et contient des phyllosilicates (silicates en feuillets), une argile nait majoritairement par altération des roches, puis subit une perpétuelle évolution sur des temps à l'échelle géologique en passant d'un minéral argileux à une autre et en changeant ses propriétés initiales par l'environnement. De façon générale les particules d'argile résultent de la désintégration physique ou mécanique des roches, suivie d'une transformation chimique.

L'argile brute contient des particules élémentaires très petites qui représentent les individus cristallins (phase minérale pure), appelés les minéraux argileux responsables de ses propriétés telles que le gonflement, et les propriétés d'absorptions (Chauvel and Monnier 1967). Lorsque l'argile est en contact avec l'eau ; elle devient collante, et plastique (malléable).

b) -Source synthétique :

Les silices amorphes sont généralement d'origine synthétique, à l'exception de la terre de diatomée. Cette forme de silice est la plus désordonnée et également la plus réactive. Le modèle le plus courant pour décrire la silice amorphe est le suivant : elle est formée d'anneaux d'atomes de silicium reliés entre eux par des atomes d'oxygène pontant. Malgré la non périodicité de son réseau, la silice amorphe conserve l'environnement tétraédrique des atomes de silicium. On la retrouve en tant que matériaux de structure pour améliorer les propriétés mécaniques, en tant que support de catalyseurs (Johnson and Stein 2001), comme agent de séparation en chromatographie ou encore comme matériau fonctionnalisé lorsque les silanols de surface réagissent avec une molécule donnée, en particulier pour des applications biologiques [24].

II. 4. 3. Les propriétés de MCM-41 :

II.4.3. 1. Propriétés de surface de silices :

La réactivité des matériaux silicatés provient, pour l'essentiel, de leurs propriétés de surface. La connaissance de ces propriétés est primordiale pour avoir comprendre et maîtriser les réactions se produisant au contact de ces matériaux. On distingue deux grandes familles de groupements fonctionnels à la surface de la silice : [25]

- Des groupement siloxane
- Des groupement silanols

a) -Groupement siloxane :

Les groupements siloxanes sont des ponts (Si-O-Si) résultant de condensation de deux silanols voisins. Ils sont hydrophobes et peu réactifs. Leur formation est favorisée à haute température lors de la déshydratation de la silice. (Fig. II.5).

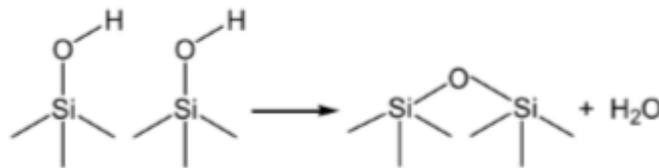


Fig. II. 5 : Formation d'un pont siloxane par condensation de deux groupements silanol. [25]

b) -Groupements silanols :

Les groupements silanols conditionnent la réactivité de la silice. En effet, ils s'avèrent être des sites acide-base et d'adsorption, mais ils sont également impliqués dans les procédés de fonctionnalisation de la silice.

On distingue plusieurs types de groupements silanols parmi lesquels les silanols libres sont considérés comme le plus réactifs.

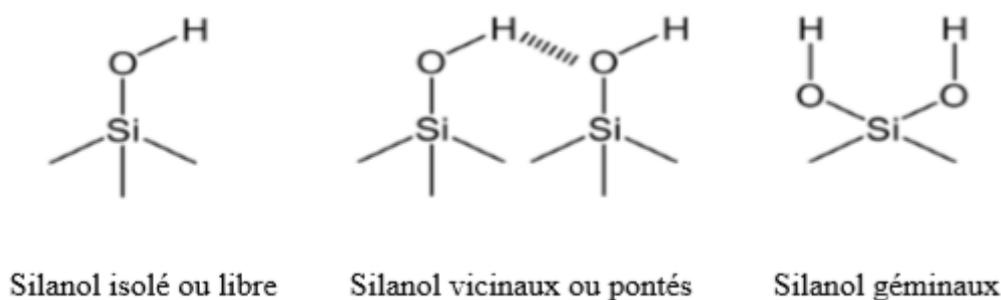


Fig. II. 6 : Schématisation des principaux types des groupements silanols

Le nombre et la nature des groupements conditionnent la réactivité des silices. Il est établi que les groupements isolés sont de loin les plus réactifs [26]. Les groupements silanols libres sont ainsi capables d'intervenir dans l'adsorption de molécules aminées [27] Mais aussi d'espèces métalliques comme Hg^{II} [28] [29].

II.4.3. 2. Hydrophobie/ hydrophilie de la surface :

La surface de la MCM-41 est très différente de la surface des zéolites microporeux. Dans le cas de la MCM-41, la surface intérieure des pores correspond à la section d'un réseau de silice amorphe, et aussi riche en silanol que la surface d'un gel de silice normale.

La spectroscopie IR montre que des secteurs séparés des groupements silanols d'isolement (hydrophobes) situés à 3745 cm^{-1} et les groupements silanols adjacents (hydrophiles) 3500 à 3750 cm^{-1} sont présents sur la surface et que l'hydrolyse des ponts siloxane par l'eau adsorbée a augmenté la concentration des groupements silanols et le caractère hydrophile.

II.4.3.3. Taille des pores :

Les matériaux mésoporeux sont caractérisés par une distribution régulière de leurs pores. La taille finale de ces pores est en relation directe avec la longueur de la chaîne alkyl de l'agent structurant. Depuis les premières communications sur la MCM-41, il a été montré que les plus grands pores peuvent être formés quand des produits organiques auxiliaires sont ajoutés à la préparation.

Les synthèses de la Si-MCM41 et la Al-MCM41 par l'utilisation des nouveaux agents Co-structurants tels que méthyle amine, diméthyle amine, éthylamine et diéthylamine au lieu de NaOH et TMAOH ont réussi à démontrer que :

- Pour Synthétiser des matériaux de bonne qualité en utilisant des bases faibles (les amines).
- La Facilité de l'incorporation de l'Aluminium en absence des cations alcalins.

II. 4.3.4. Epaisseur de parois :

Les matériaux mésoporeux de type MCM-41 possèdent une paroi amorphe de silice dite épaisseur, résultant d'une polymérisation et d'une polycondensation des espèces silicates en solution. Cette épaisseur qui détermine la stabilité thermique des matériaux mésoporeux peut varier entre 5 \AA à 20 \AA . Et l'épaisseur de cette paroi influence directement sur la stabilité hydro thermique de notre matériau.

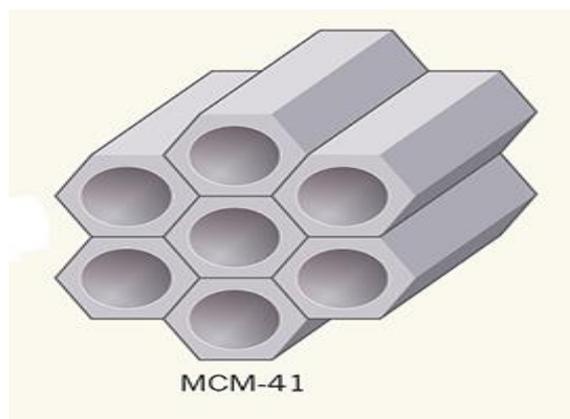


Fig. II. 7 : Epaisseur de parois du MCM-41

II.4.3.5. Stabilité hydro thermique

Les matériaux mésoporeux tels que la MCM-48 et la MCM-41 ont une faible stabilité hydro thermique dans les solutions aqueuses ou l'eau à des températures élevées.

Kim and Inui 1996) [30] en étudiant le diagramme de diffraction de rayons X de MCM-41 et de MCM-48 calcinés chauffés à 343 et à 373 K dans l'eau, ont remarqué que tous les échantillons ont perdu une grande partie d'ordre à longue distance et l'unité de maille diminue une fois chauffés dans l'eau à 343 K pendant 12 heures.

La diminution de paramètre de maille du matériau [31][32] et l'augmentation de l'hydrophobicité de surface [33] toutes deux causés par une condensation des groupements silanols sont deux conséquences d'une calcination à haute température.

II.4.4. Insertion d'hétéroatomes :

La découverte des matériaux mésoporeux de la famille de M41S en 1992, a ouvert le champ l'utilisation de ces matériaux en tant que support de divers métaux et d'autres espèces actives en catalyse. [34]

Après leur première synthèse, beaucoup de laboratoires ont incorporé divers éléments autres que le silicium dans la charpente des MCM-41 : l'aluminium, le vanadium, le niobium, etc., changeant ainsi les propriétés physico-chimiques du matériau [31]. Avec l'incorporation de divers métaux (Ni, Al, Co, Mg, Fe, Cu), il a été constaté que les propriétés catalytiques de ces matériaux pouvaient être améliorées [35][36].

Beaucoup de chercheurs ont réussi l'incorporation des métaux dans les MCM-41, Fer [37],[38] Vanadium [36], Chrome, Cuivre, Zinc(Wu, Hu et al. 2001)La stabilité des produits à la calcination dépend non seulement de la nature de l'élément incorporé,mais également des conditionsde synthèse [37]. Laprésence d'un métal dans les parois des matériaux mésoporeux a permis de mener des études sur des réactions spécifiques, telle que l'hydroxylation et alkylation du phénol [39][40], oxydation et isomérisation de l'hexane [41][42].

II.5.Applications :

Les matériaux mésoporeux sont aujourd'hui obtenus sous diverses formes : d'abord synthétisés sous forme de poudre, on les trouve désormais sous forme de matériaux massifs [43], de fibre [44] de films minces ou encore d'aérosols [45]. Ces diverses formes et constituants permettent naturellement d'envisager un très grand nombre d'applications à ces matériaux, encore démultiplié par une éventuelle fonctionnalisation des pores ou des parois. Les applications les plus cités sont celles exploitant l'énorme surface spécifique offerte, ou la taille nanométrique contrôlée des pores, dans des domaines comme la catalyse, la filtration, la dépollution ou les capteurs [46] lesmésopores organisés peuvent aussi être utilisés pour la croissance de nanoparticules de taille contrôlées [47].

Ces matériaux mésoporeux font l'objet d'un intérêt considérable de la part de la communauté scientifique et industrielle à cause de leur utilisation potentielle comme catalyseurs ou comme supports catalytiques. Le domaine pour lequel les billes de silice mésoporeuses ont un rôle primordial est la chromatographie. Eneffet, jusqu'à présent,lescolonnesutiliséespour séparerlescomposésen chromatographie liquide haute performance (HPLC) étaient constituées de silice mésoporeuses du type MCM-41.Cependant, ce type de support est particulièrement fragile lorsque la pression est élevée. L'utilisation de billes peut remédier à ce problème dans le cadre de l'électro chromatographie capillaire, en améliorant l'efficacité de la séparation d'un facteur 5 à 10 par rapport à l'HPLC [48] Une autre application qui prend un essor considérable est l'encapsulation de particules métalliques ou semi-conductrices.

I.5.1 Catalyseurs acides :

Tous les matériaux mésoporeux siliceux présentent une faible acidité due uniquement aux groupes silanols de lasurface. Le Fe-MCM-41, a été synthétisé pour améliorer la stabilité thermiqueet hygrothermique de MCM-41[49] il a été prouvé que ce matériau présente une acidité de Lewis plus faible que celle de la MCM-48, En revanche, l'insertion de l'aluminium

Induit l'acidité la plus élevée avec la formation de l'acidité de Brønsted et Lewis, Différentes études ont mis en évidence l'activité acide de Al et Ga et Fe –MCM-41 et MCM-48. Il a été montré que la force d'acidité et l'activité catalytique diminue dans l'ordre Al >Ga >Fe et que Fe– MCM-41 présente une acidité faible due uniquement aux sites acides de Lewis [49].

I.5.2 Catalyseur basique :

Des modifications après synthèse des matériaux mésoporeux menant à des catalyseurs basiques ont été réalisées par la silylation directe avec des espèces contenant des groupements fonctionnels amines [50][51] ou par l'intermédiaire d'un procédé en deux étapes consistant en une silylation avec le chloroalkoxysilane suivi d'une réaction avec des amines secondaires libres, telles que la pipéridine [50][52][53] dans les deux cas, les groupes silanols qui n'ont pas réagi sont enlevés avec le hexaméthylidisilazane [50][51]. L'activité catalytique des matériaux obtenus a été étudiée dans divers réactions d'estérification et de condensations de Knoevenagel. Par exemple, [52], [50] ont obtenu un rendement (90%) dans l'estérification du glycidol avec MCM-41 modifié par des espèces dérivées de la pipéridine, suivi de l'élimination des groupes d'hydroxyle résiduels par le hexaméthylidisilazane comparé à un matériau non modifié de MCM-41. En utilisant des procédures semblables de synthèse et la même réaction, Jaenicke et al. [52] ont obtenu un rendement de (68%) pour la réaction de condensation de Knoevenagel.

I.5.3 Catalyseurs basiques hétérogènes :

Les catalyseurs basiques hétérogènes ont l'avantage d'être facilement séparés du milieu réactionnel. En outre, elle offre la possibilité de réutiliser les matériaux solides employés comme catalyseurs du processus jusqu'à la diminution de son efficacité. Dans certains cas, la réactivation de ces solides est possible, ce qui permet leur utilisation dans de nouveaux procédés de synthèse sans aucune perte d'activité. Et dans ce domaine-là plus utilisée c'est MCM-41 parce qu'elle possède plusieurs caractéristiques.

II.6 Progrès récents du MCM-41 :

Par conséquent, il nous a semblé primordial de faire une étude précédente sur le comportement non modifié du MCM-41 envers les molécules organiques, telles que les médicaments, en fonction de la taille des pores et d'étudier les mécanismes d'inclusion et d'administration, qui devrait dépendre des interactions potentielles entre le silanol libre et les groupes fonctionnels organiques de la molécule hôte.

Habituellement, les systèmes d'administration de médicaments consistent en une matrice polymérique à partir de laquelle le médicament est libéré dans des conditions appropriées [54]. Un grand nombre de matériaux ont été utilisés, y compris les mélanges de polymères et de composites à base de polymères avec différents matériaux tels que des verres bioactifs ou des céramiques [55],[56]. Ces méthodes ont en général l'inconvénient de l'hétérogénéité des échantillons en raison de la difficulté d'assurer une distribution homogène du médicament à travers la matrice, ce qui peut affecter le taux de libération entre les différents échantillons. Par conséquent, on s'attendrait à beaucoup d'amélioration dans ce domaine si des matériaux chimiquement homogènes possédant une porosité bien définie acceptaient des molécules invisibles organiques seraient disponibles. De toute évidence, des matériaux mésoporeux commandés remplissaient ces conditions [57].

De nouveaux adsorbants « panier moléculaire » de CO₂ ont été préparés en synthétisant et en modifiant la molécule mésoporeuses adsorbants MCM-41-PEI ont été caractérisés par la poudre à rayons Diffraction (DRX), adsorption/désorption N₂, analyse gravimétrique thermique (ATG) ainsi que l'adsorption/désorption du CO₂.

Un travail étudie des effets des conditions de préparation (charges PEI, méthodes de préparation, PEI procédures de chargement, types de solvants, solvant/MCM-41 ratios, addition d'additif, et Si/Al ratios de MCM-41) on la performance d'adsorption/désorption de CO₂ du MCM-41-PEI. Avec l'augmentation de la charge de PEI, la surface, les pores la taille et le volume poreux de l'adsorbant MCM-41 chargé à l'PEI. Ont diminué. Lorsque la charge de l'PEI. Était supérieure à 30 % en poids, les pores mésoporeux ont commencé à être remplis de PEI et le tamis moléculaire mésoporeux MCM-41 a montré une synergie effet sur l'adsorption du CO₂ par l'PEI. À la charge de 50 % en poids de l'PEI. Dans le MCM-41-PEI., la capacité d'adsorption de CO₂ la plus élevée de 246 mg/g-PEI., ce qui est 30 fois plus élevé

Que celui du MCM-41 et est environ 2,3 fois plus élevé que celui du purPEI. L'imprégnation s'est avérée être une meilleure méthode de préparation des adsorbants MCM-41-PEI. Que la méthode mécanique de mélange. L'adsorbant préparé par une méthode d'imprégnation en une étape avait une capacité d'adsorption de CO₂ plus élevée que celui d'une méthode d'imprégnation en deux étapes. Plus le rapport Si/Al du MCM-41 ou du solvant/MCM-41 est élevé plus la capacité d'adsorption du CO₂ est élevée. Utilisation du polyéthylène glycol comme additif dans l'adsorbant MCM-41-PEI augmenté non seulement la capacité d'adsorption du CO₂, mais aussi les taux d'adsorption/désorption du CO₂. Un modèle simple a été proposé pour tenir compte de l'effet synergétique du MCM-41 sur l'adsorption du CO₂ par l'PEI [58].

Les progrès récents dans la synthèse et les applications des matériaux mésoporeux à base de MCM-41 sont examinés. Depuis la découverte indépendante, au début des années 1990, par des groupes au Japon et aux États-Unis, de la formation de silice méso structurée utilisant des agents tensioactifs comme agents de structure, diverses voies de synthèse alternatives ont été proposées. Il s'agit notamment de l'utilisation de surfactants ioniques (cationiques et anioniques), de surfactants neutres à base de copolymères bloc et étoile dibloc, de composés organiques non tensioactifs et du procédé de Stober pour la synthèse de sphères de silice. Les propriétés uniques des matériaux de silice à base de MCM-41 les rendent attrayants pour les applications dans la catalyse, la production de nouveaux matériaux par l'encapsulation des métaux, des semi-conducteurs et des bio fluides. Une attention particulière est accordée à l'utilisation de ces composites en biotechnologie, y compris les biocapteurs, la biocatalyse et l'administration de médicament [59].

Une méthode simple d'imprégnation solvothermale a été utilisé pour préparer des nanoparticules de ZnO MCM-41 et SBA-15. Diffraction de poudre à rayons X, N₂ adsorption-désorption, microanalyse de la sonde électronique (EPMA) et la spectroscopie UV-vis ont été utilisées pour caractériser les matériaux préparés. L'influence du ZnO charge de différents supports sur les caractéristiques structurelles et l'activité photo catalytique vers la dégradation de bleu de méthylène dans l'eau sous rayonnement ultraviolet ont été étudié. Diffraction de rayons X grand angle et UV-vis La réluctance diffuse a confirmé l'existence de la phase de ZnO. Une influence beaucoup plus faible de l'imprégnation avec éthanoïque Une solution de sel de zinc sur la porosité a été observée pour le SBA-15 par rapport au MCM-41.

Enfin, l'adsorption et activité photo catalytique du ZnO/mésopores matériaux dépendent des caractéristiques poreuses des matériaux de support [60].

Dans ce travail, la fabrication simple de nano fibres de matériaux mésopores MCM-41 (Nfs) par une électro filature La morphologie du MCM-41nanofibers (MCM-41NFs) dépendait des tensions de rotation. Le tétraéthylorthosilicate (TEOS) et l'alcool polyvinylique (PVA) ont été utilisés comme silice.Polymère formant la source et la fibre pour la synthèse de MCM-41NFs, respectivement. MCM-41NFs ont été modifiésavec des silicanes organiques (3-mercaptopropyltriméthoxysilane). Nanofibres MCM-41 thioléfonctionnalisées (MCM-41-Shnfs) a été utilisé pour la dispersion des nanoparticules Agbr (Nps) par précipitationLesphotocatalyseurs MCM-41 et Agbr/MCM-41-Shnfs ont été caractérisés par des électrons à balayagemicroscopie (MEB), microscopie électronique à transmission (MET), diffraction de poudre à rayons X (XRD), diffuse spectroscopie de réflectance(DRS), Brunauer-Emmett-Teller (BET) et adsorption / absorption d'azote des mesures. Les MCM-41NF lisses et longs ont été observés à des tensions inférieures à 16 kV [61].

Les micro-ondes sont une source d'énergie de grand intérêt pour la synthèse chimique. Parmi les nanomatériaux, peu sont aussi polyvalents que la silice : elle forme des matériaux mésoporeux et des nanoparticules, elle peut être incorporée sous forme de coquilles ou chargée dans des composites, elle peut aussi être fonctionnalisée. Malgré les propriétés pertinentes de la silice, et les avantages de l'utilisation de la micro-onde comme source d'énergie, son utilisation dans la silice de base n'est pas fréquente. Les résultats des recherches effectuées au cours des dix dernières années sur la synthèse assistée par micro-ondes des matériaux à base de silice ont été complétés. Cet examen comprend des exemples de matériaux mésoporeux pour l'élimination des déchets, la catalyse, la libération de médicaments et les applications d'adsorption de gaz, ainsi que des exemples fondés sur l'optimisation des conditions de synthèse. Dans le cas de matériaux non poreux, exemples des matériaux mésoporeux pour l'élimination des déchets, la catalyse, la libération de médicaments et l'adsorption de gaz, ainsi que des exemples fondés sur l'optimisation des conditions de synthèse. Dans le cas des matériaux non poreux, des exemples d'applications analytiques, de revêtement de nanoparticules métalliques et de matériaux SiO_x-C ont été recueillis [62].

Chapitre III
Les techniques
d'Analyses Utilisées

III. 1. Introduction :

Il est bien évident de caractériser la structure et la texture des solides synthétisés par différents techniques telles que la diffraction des rayons X, dispersif fluorescence X (XRF), adsorption d'azote à 77K, et le microscope électronique à balayage pour éclaircir les côtés sombres de ces matériaux tel que leur mécanisme de synthèse et de nous permettre de développer ces matériaux mésoporeux pour les applications catalytiques.

III. 2. Diffraction des rayons-X :

La diffraction des rayons X est une technique d'analyse de l'organisation de la matière à grande distance. Cette méthode non destructrice permet d'identifier les composés cristallins par comparaison avec des spectres de composés référencés dans une base de données. La diffraction des rayons X nous renseigne sur la structure cristalline et la cristallinité des matériaux. Elle consiste à envoyer un faisceau de rayons X sur un échantillon de poudre déposé uniformément sur un porte-échantillon en verre. Le faisceau de rayons X, émis par une source fixe, atteint l'échantillon mobile autour de son axe support. Par réflexion, le rayon diffracté est détecté par un compteur à scintillations et vérifie la loi de Bragg :

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta \quad \text{éq(1)}$$

- $d_{hkl}(\text{Å})$: Représente la distance inter réticulaire d'un faisceau.
- hkl : se rapportent aux indices de Miller du plan considéré et désignent la direction considérée dans le cristal.
- n : ordre de réflexion (nombre entier).
- λ : longueur d'onde de la raie du cuivre (1,54 Å).

A un angle de diffraction θ correspond un déplacement 2θ du compteur sur le cercle du diffractomètre. Chaque phase cristalline possède des valeurs caractéristiques de 2θ permettant son identification en les comparant avec les diffractogrammes de composés de références.

L'identification des phases cristallines par diffraction des rayons-X est rendu possible grâce aux périodicités de l'arrangement atomique (structure) des cristaux qui sont uniques d'une phase à l'autre. Ces périodicités sont dues à un empilement de plans identiques dans un cristal et sont décrites par des longueurs correspondant aux distances entre les plans d'empilement ou plans réticulaires. Cette distance, entre les plans réticulaires est nommée distance inter réticulaire ou d_{hkl} [63]

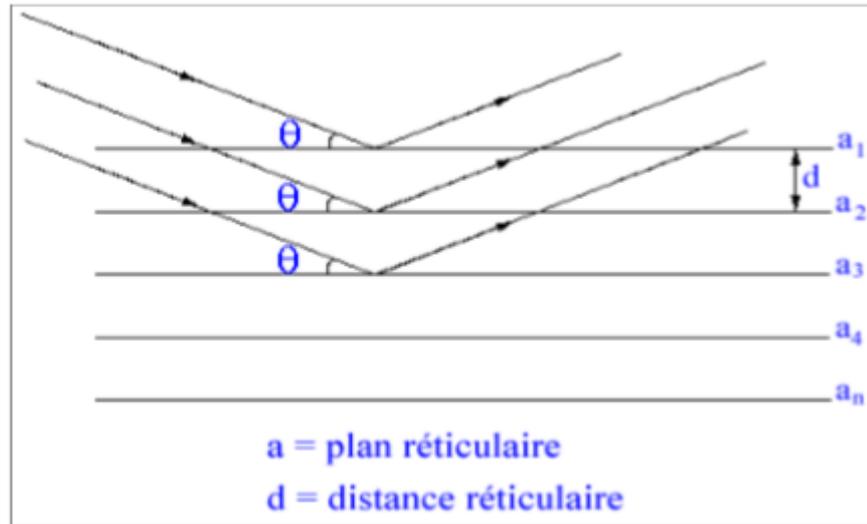


Fig. III. 1 : Principe de la loi de Wulff-Bragg [64]

L'épaisseur des parois silicatées (bp) est exprimée par la relation suivante :

$$bp = a_0 - Dp \quad \text{éq (2)}$$

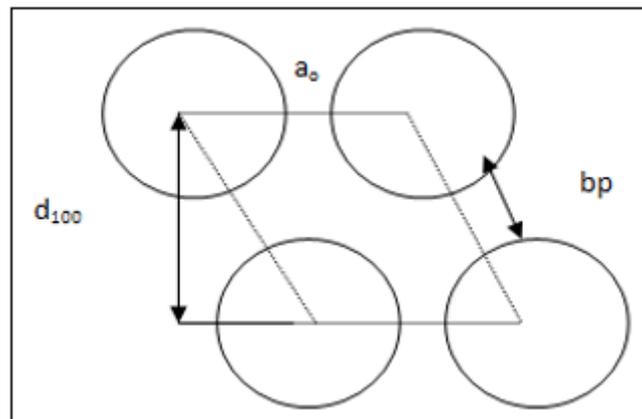


Fig. III-2 : Représentation schématique de l'arrangement hexagonal des canaux de MCM-41[63]

1. d_{100} = Distance inter réticulaire.
2. a_0 = Paramètre de maille.
3. bp = Epaisseur des parois.

III-3 Dispersif fluorescence X (XRF) :

Dans un analyseur FRX l'échantillon est bombardé par des rayons X. Ceci produit l'émission d'électrons, de rayons X du brèmes trahlung et de raies caractéristiques de rayons X

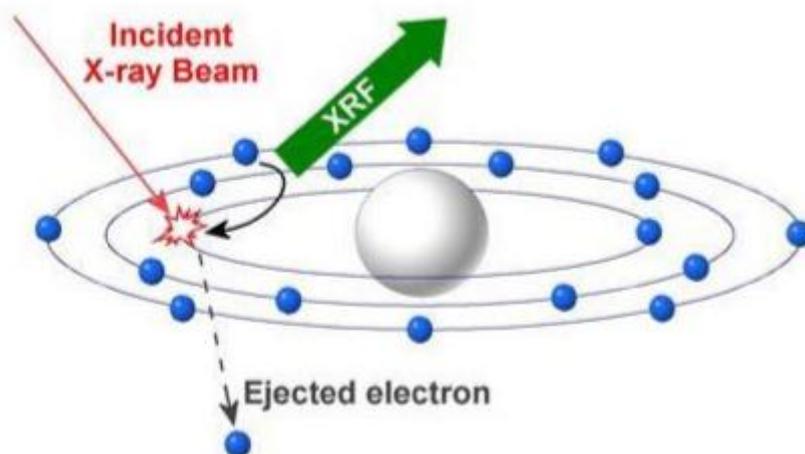


Fig.III-3 : Représentation schématique de principe de XRF [65].

Certains rayons X interagissent avec les électrons des couches K et L dans l'échantillon ce qui provoque leur éjection. Les trous créés dans la couche K (ou L) sont immédiatement remplis par les électrons tombant des couches externes L, M ou N. Chaque transition électronique émet un rayon X caractéristique (photon de fluorescence) dont l'énergie est égale à la différence d'énergie entre deux couches d'un élément particulier [65].



Fig.III.4 : Appareil d'analyse XRF

III-4 La spectroscopie Infrarouge (IR) :

La spectroscopie infrarouge par transformée de Fourier est une des méthodes les plus couramment utilisées pour l'identification des groupements fonctionnelles des molécules organiques et inorganiques à partir de leurs propriétés vibrationnelles. Le domaine infrarouge entre

4000 cm^{-1} et 400 cm^{-1} correspond au domaine d'énergie de vibration des molécules. Dans cette technique, les énergies mises en jeu sont principalement les énergies vibrationnelles. Pour qu'une vibration donne lieu à une absorption, elle doit posséder un moment dipolaire permanent. L'intensité absorbée est d'autant plus grande que la variation du moment dipolaire est grande. Cette analyse permet via la détection des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques, d'effectuer l'analyse des fonctions chimiques présentes dans un matériau. Les vibrations moléculaires absorbant un rayonnement IR sont classées en deux catégories. Il existe les vibrations d'élongation (symétriques et asymétriques) et les vibrations de déformation angulaire (rotation, cisaillement, balancement et torsion). [65].

III-4-1-Principe :

Les ondes infrarouges sont les ondes électromagnétiques dont la longueur d'onde est comprise entre le visible et les microondes. La spectrométrie IR est une technique basée sur l'absorption de ces ondes par les molécules organiques ou inorganiques, ce qui induit des vibrations des liaisons chimiques. Ces vibrations peuvent être de deux types, selon l'énergie de l'onde absorbée : élongation ou rotation. Les premières consistent en un mouvement le long de la liaison chimique, de telle manière que la distance interatomique varie.

Les secondes font intervenir une modification de l'angle entre deux liaisons chimiques partageant un atome.

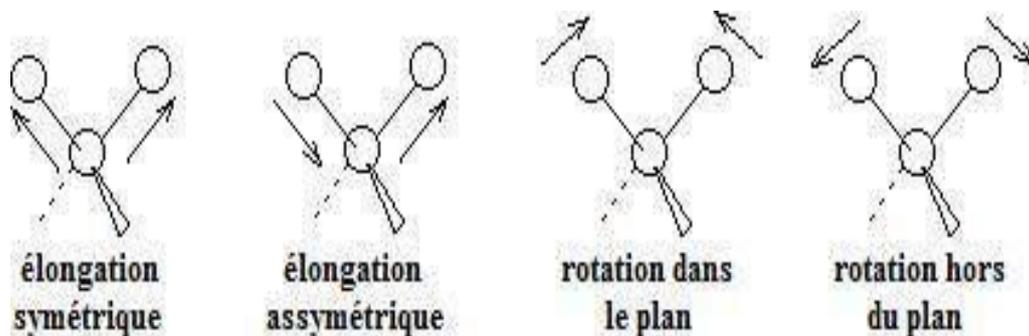


Fig.III-5 : Les modes de vibrations

La fenêtre spectrale où les ondes IR sont généralement utilisées est comprise entre 4000 et 400 cm^{-1} . On peut aussi s'intéresser parfois au proche IR (14290-4000 cm^{-1}) ou à l'IR lointain (700-200 cm^{-1}). Des tables existent qui associent les différents groupements chimiques et types de liaisons aux valeurs des absorptions correspondantes. La région qui nous intéresse particulièrement est la zone 2200-1700 cm^{-1} , car les bandes d'absorption des groupements carbonyle y apparaissent. La position des bandes observées sur les spectres IR entre 4000 et 400 cm^{-1} est donnée en nombre

d'onde (cm^{-1}), qui est proportionnel à l'énergie de vibration. Ainsi, les vibrations d'élongation sont observées pour des grandes valeurs de nombre d'onde, et inversement, les vibrations de rotation sont observées pour des plus faibles valeurs. Contrairement aux matériaux inorganiques La littérature semble généralement être d'accord à attribuer des modes tétraèdres fondamentaux de silice à des allongements de Si-O (asymétriques) entre 800 à 1100 cm^{-1} , des modes d'allongements Si-O-Si (symétriques) entre 600 à 800 cm^{-1} , et les modes de déformation et de distorsion sont inférieurs à 600 cm^{-1} . Les hétéroatomes tels que fer, bore, etc... apparaissent au voisinage de 930 cm^{-1} [66].

III-4-2-Appareillage :

Les spectromètres modernes utilisent une source émettant toute la gamme de longueurs d'ondes de l'IR dans un même faisceau. Le dispositif est décrit sur le schéma de gauche de la Figure III-6. Le faisceau émis par la source est divisé en deux par une lame séparatrice. Chaque portion du faisceau est renvoyée par un miroir. L'un des miroirs est fixe, mais le second est amovible. Cet ensemble (miroirs + lame séparatrice) forme l'interféromètre. Le fait de modifier la position du miroir amovible induit une différence de marche entre les deux faisceaux séparés, ce qui a pour conséquence de former des interférences. Ceux-ci sont ensuite convertis, par transformée de Fourier, en ce qui correspond à un point du spectre IR. Le spectre complet est obtenu en modifiant la position du miroir amovible de manière à balayer toute la gamme souhaitée.

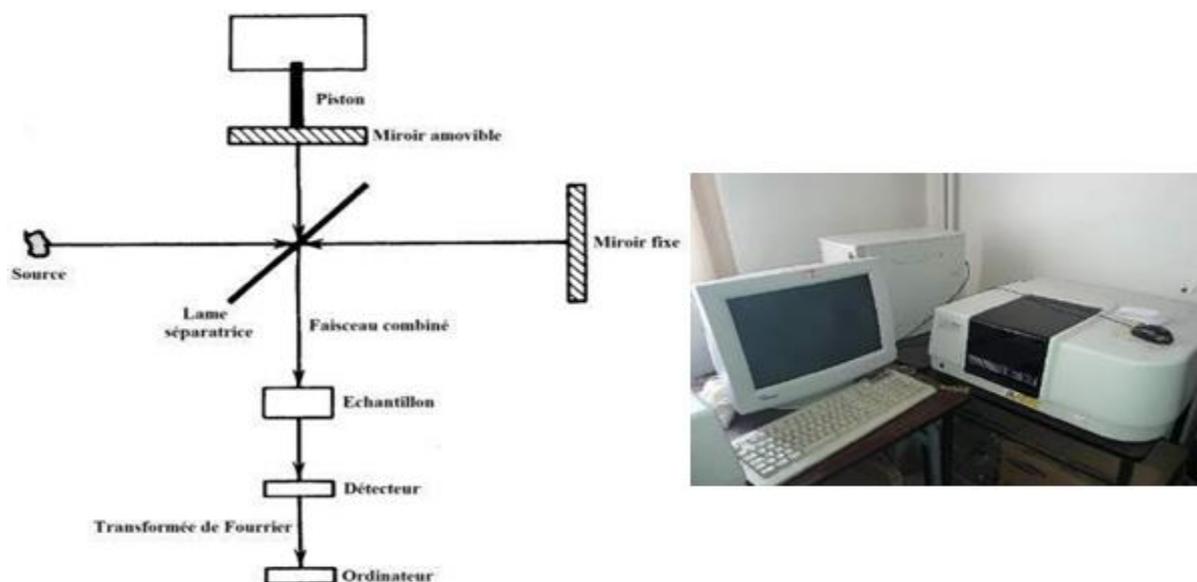


Fig. III.6 : Schéma général d'un spectromètre IR à transformée de Fourier

(à gauche), photo du spectromètre IRTF 8300(à droite)

III-5-Spectroscopie par torche à plasma (ICP-AES atomic emission spectrometry) :

III-5-1-Principe :

L'échantillon est nébulisé puis introduit au centre du plasma. Sa température permet la désolvatation, puis la volatilisation et l'atomisation des éléments contenus dans l'échantillon à analyser. Lors de la désexcitation des ions, il y a émission d'énergie aux longueurs d'ondes spécifiques de chaque élément. Les ions ainsi formés sont détectés à l'aide d'un réseau polychromateur. On parle d'ICP-optique ou **ICP-AES** (*ICP atomic emission spectrometry*) [67].

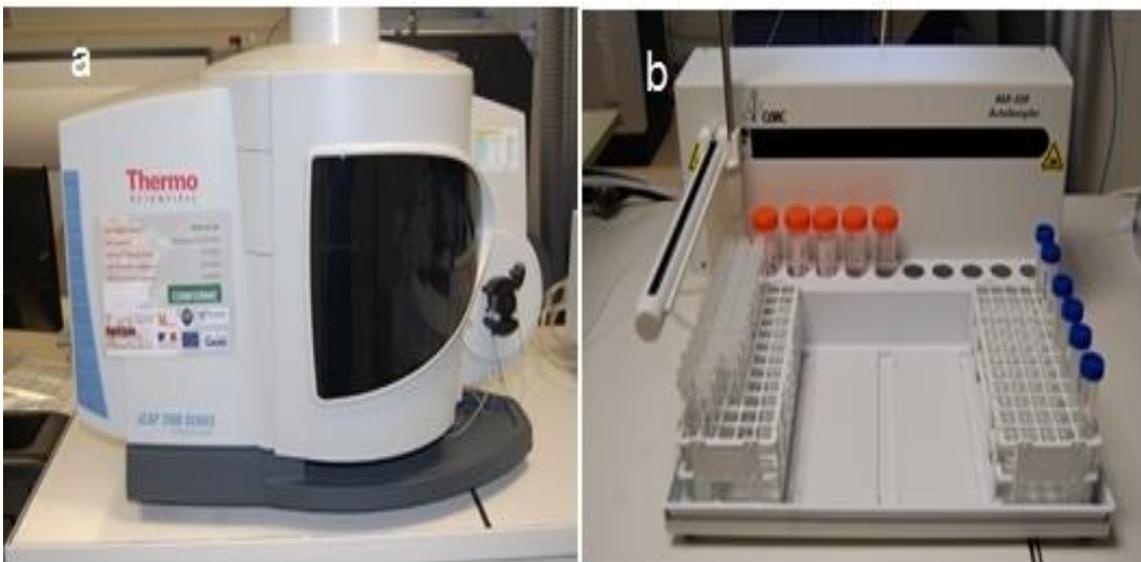


Fig.III-7 : (a et b). Double visée (axiale et radiale) Kit d'introduction téflon pour l'analyse de solutions à base d'HF.

III-5-2 : Avantages et Inconvénients :

Les trois grands avantages de la torche à plasma sont :

- Analyse rapide de la quasi-totalité des éléments du tableau périodique
- Limite de détection extrêmement faible ;
- Possibilité de quantifier des ratios isotopiques, utilisés par exemple dans la géo localisation chimique, lors de couplage par spectrométrie de masse haute résolution.

Les principaux inconvénients :

- Son prix : que ce soit le prix à l'achat ou le prix de l'analyse en elle-même (grande quantité de gaz utilisé à chaque analyse - environ $6 \text{ l}\cdot\text{min}^{-1}$ d'argon) ;
- les éléments du tableau périodique non analysables comme l'hydrogène, les gaz rares et d'autres éléments difficiles à mettre en solution (carbone, oxygène, azote, etc.) ou extrêmement instables ou volatils (comme le mercure qui possède entre autres un énorme effet mémoire) .
- La préparation, qui peut être délicate : l'échantillon doit se présenter sous forme liquide même si certains dispositifs pour l'utilisation directe de solide très homogène existent.

Chapitre IV

Partie

Expérimentale

IV.1. Introduction :

Ce chapitre est consacré pour la synthèse expérimentale des matériaux méso poreux du type MCM-41 Alors notre travail est basé sur ces matières de construction qui sont le brique et le verre spécialement les déchets comme source naturelle de Silice et aluminium.

cette partie est suivie par les principaux résultats fournis par les différentes techniques de caractérisation qui donne les propriétés structurales et texturales des matériaux méso poreux tel que la diffraction des rayons X (DRX) pour caractériser les canaux méso poreux , la fluorescence des rayon X (FRX) conduit à explorer la composition chimique des matériaux de base , et la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) qui exprime les différentes bandes caractéristiques des matériaux méso poreux .

IV.2. Généralités sur les verres :

Le verre possède des propriétés intéressantes et des applications qui varient du domaine de la grande diffusion (vitre, miroirs, ...etc.) au domaine de très forte valeur ajoutée (bijouterie, optique de précision, ...) Il est utilisé essentiellement en optique pour ces propriétés réfranges, telles que les lentilles, les vitres, les verres du lunettes ; il est également utilisé en chimie et dans l'industrie agroalimentaire ;il réagit très peu avec la plupart des composés utilisés dans ces domaine st ,c'est donc un matériau idéal pour les différentes applications (bouteilles, pot de yaourt, béchers,...etc.) [68] , Cependant un des seuls liquides ayant le pouvoir de dissoudre le verre est l'acide fluorhydrique (HF).

Le verre aussi un matériau de construction très important dans l'architecture moderne et dans l'industrie automobile. Il est notamment présent sous forme de laine de verre, isolant léger, imputrescible inflammable et recyclable à 100%.

Le verre est un matériau fragile, transparent et coloré. Il possède une structure désorganisée dépourvue d'ordre A longue distance aucune périodicité dans l'arrangement des atomes (amorphe).

IV.3. Fluorescence des rayon's X (XFR) des deux échantillons:

Le brique et le verre usagé utilisée dans cette étude a été obtenue de la nature de willaya de Saida, à l'ouest de l'Algérie, approvisionné et sa composition chimique a été analysée par la fluorescence des rayons X(XRF) est répertoriée dans le **Tableau IV.1**. Qui donne Les principaux composants de brique et le verre qui sont SiO₂, Fe, Al.

Tableau IV.1. Composition chimique de verre usagé et de brique en poids %

Composition	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	K ₂ O	MgO	Na ₂ O	SO ₃	PAF
Verre Usagé %	71.32	0.997	0.127	8.958	0.563	4.168	13.189	0.233	4.458
Brique %	58.965	17.856	8.875	4.539	3.124	2.199	0.995	0.503	2.365

D'après les résultats de l'analyse de fluorescence des rayons X on remarque que la quantité de dioxyde de silicium dans le verre usagé (71.32%) est plus grande que celle trouvée en brique (58.96%).

IV .4. Extraction de silice :

Afin d'extraire la Si pour synthétiser une MCM-41 à partir de déchets des briques et le verre usagé. On choisit le processus de fusion alcaline à 550°C qui consiste à mélanger une quantité de déchet avec une quantité appropriée d'hydroxyde de sodium. Le mélange de fusion alcaline obtenue a été broyé et refroidi à la température ambiante puis mélangé avec de l'eau distillé et ensuite mis sous agitation pendant plusieurs heures à température ambiante. Deux phases ont été obtenues après centrifugation pour chaque suspension. Une phase solide qui est appelée résidus et une phase liquide appelée surnageant.



Fig.IV.1 : Représentation de La brique usagé utilisé dans la synthèse du MCM-41



Fig.IV.2 : Représentation de verre usé utilisé dans la synthèse du MCM-41

L'expérience de la synthèse des matériaux méso poreux montre que le rapport pondéral joue un rôle important dans cette étape, tel que on mélangeant le verre usagé ou le brique usagé avec de l'hydroxyde de sodium dans un rapport (1 :1.2) et chauffé à 550°C pendant 2 heures on obtient une quantité pesé par la balance, ensuite cette quantité a été mélanger par différentes rapport d'eau (1/4 ,1/6, 1/8) pour une agitation de 24 heures à la température ambiante, après centrifugation la solution trouvée est le surnageant du verre [69] .

Le surnageant obtenu par le rapport 1/6 a été analyser par spectroscopie de plasma à couplage Inductif (ICP-OES).

Lors de la synthèse le rapport utilisé est 1/6 car il contient une grande quantité de silice dans le surnageant de verre et même pour la brique [70,71].

Tableau. IV.2. Composition chimique de surnageant de déchet de brique usé et verre usage

Rapport 1/6.

	Si	Al	Na
VERRE (mg/l)	26450	145	57850
BRIQUE (mg/l)	7730	473	57500

D'après les résultats de l'analyse de ICP-OES pour le surnageant des deux déchets (verre , brique) on remarque que la quantité de silice extraite par la méthode de fusion alcalin du verre est environ 26450 mg/l qui est plus grand trouvé à celle extraite de la brique 7730 mg/l ,même une grande différence existe dans la quantité d'aluminium tel que on trouve environ 473 mg/l pour la brique et 145mg/l pour le verre donc on peut dire que le verre est plus riche de silice que la brique et moins pauvre d'aluminium .

IV-5 Synthèse de MCM-41 :

La synthèse du matériau s'est faite avec les réactifs suivants :

- Hydroxyde de sodium NaOH 98% (Ridel-Dehean)
- Cétyltriméthylammonium bromure (C₁₉H₄₂NBr ; CTABr, Aldrich ; 99%) commetensio-actif.
- Ammoniac (NH₃, 25%).
- Eau distillée
- Acide sulfurique (H₂SO₄, 95-97 %).

La synthèse du MCM-41 est effectuée en milieu basique à partir d'une solution aqueuse contenant : le tensioactif cationique, et la source de silice de rapport du filtrat extraite (1.6) celle-ci est réalisée en trois étapes:

- Dissolution de CTABr dans l'eau distillée.
- L'addition goutte à goutte de surnagent au mélange précédant poursuivi de quelque goutte d'ammoniaque jusqu'à l'obtention d'une brusque précipitation des espèces silicique, le gel obtenu est ensuite placé dans l'étuve à 100°C pendant 48h.
- La suspension contenant la mésophase est refroidie, le solide blanc filtré sur Buchner et lavé abondamment à l'eau distillée. Le solide est encore séché à l'étuve.



Fig.IV.3 : représentation des produits finaux de MCM-41

Remarque : La même procédure de la synthèse du MCM-41 suivi pour les autres rapports à savoir (1/4 ,1/8). Et les résultats seront expliqués en détails par la suite.

Les matériaux finaux obtenus à partir de verre usagé et la brique ont été calcinées à 550°C pendant 12 heures sous air, enfin cette structure de ce nanomatériau obtenu a été caractérisée par deux types d'analyse qui est la diffraction des rayons X et la spectroscopie infrarouge IR.

IV.4.1. Diffraction de rayons X (DRX) de verre usagé-MCM-41 et brique-MCM-41 :

Dans le premier temps on a passé les deux matériaux de synthèse par DRX, d'après les résultats de DRX du verre usagé **Figure IV.4** enregistre toutes les phases minérales qui constituent le verre. Mais la fusion alcalin montre la disparition des réflexions qui caractérisent le verre qui confirme que la fusion alcalin dissout la totalité de cette espèce, on déduit que ce procédé par l'intermédiaire de l'hydroxyde de sodium provoque la formation des nouvelles phases dites silicate de sodium et l'aluminate de sodium. En plus la fusion alcaline provoque des perturbations structurales et texturales à travers la rupture des liaisons instables. **Figure IV.5**.

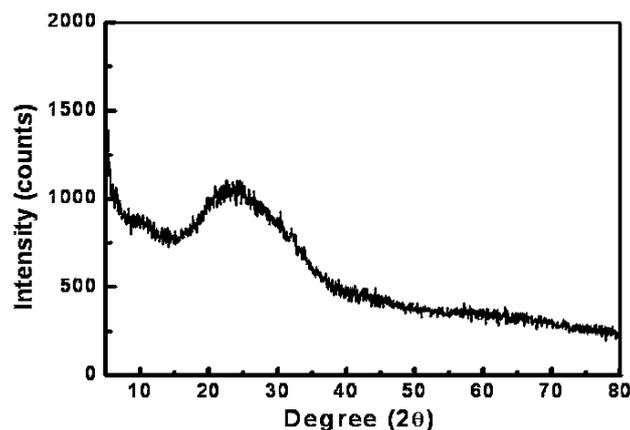


Fig.IV-4 : Diagramme DRX de verre usagé

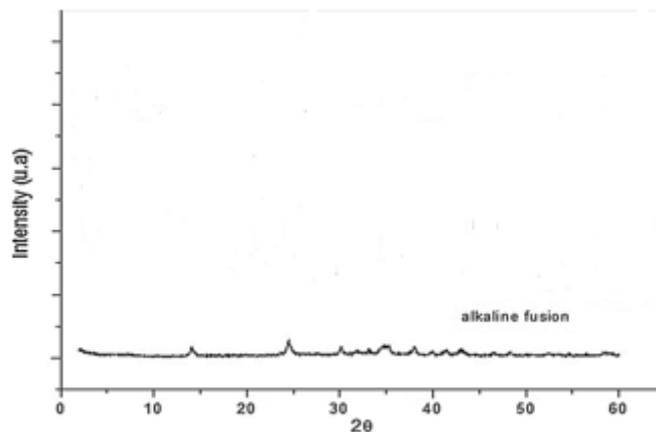


Fig.IV-5 : Diagramme DRX de verre usagé fusionnée.

Après synthèse nous constatons que le spectre de DRX pour du verre usagé présente les mêmes réflexions caractéristiques d'une MCM-41 [72,73] qui révèle l'existence de trois pics (100), (110), (200) qui caractéristique de la phase hexagonale. qui témoignent de la meilleure cristallinité de matériau.

Par ailleurs le spectre correspond à nanomatériau synthétisé par la brique **Figure IV.7** nous remarquons presque la même phase et les réflexions typiques de MCM-41 d'une structure hexagonale, et une bonne cristallinité. Qui est déduite de la largeur à mi-hauteur (FWHM) pour le pic le plus intense (100) qui présente une valeur très faible de 0.744° [71].

D'après le diagramme de DRX pour les deux échantillons brique et verre usagé on peut dire que la synthèse à partir de verre usagé présente une meilleure cristallinité par rapport à celui synthétisé à partir de brique [69]. Ceci est lié à la teneur en aluminium dans la charpente de brique qui est inférieure à celle-ci trouvée dans la charpente du verre usagé.

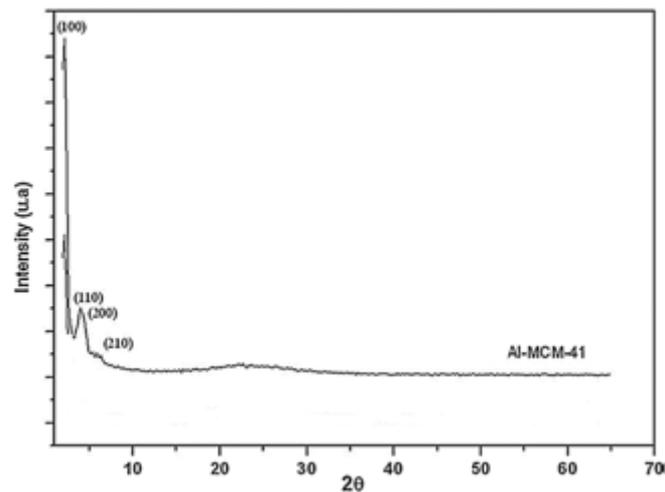


Fig.IV.6 : Spectre DRX de MCM-41 synthétisé par le verre, rapport 1/6

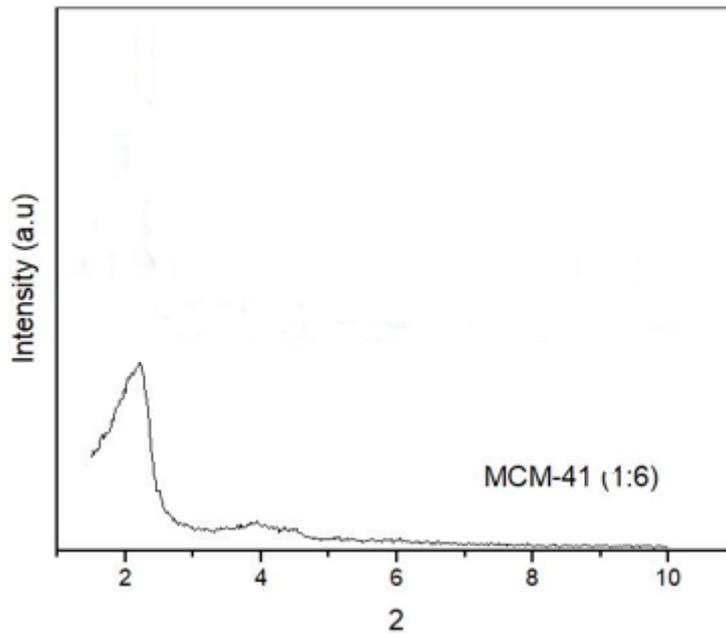


Fig.IV.7 : Spectre DRX de MCM-41 synthétisé par le brique, rapport 1/6

IV.4.2. Analyse par spectroscopie Infrarouge par transformée de Fourier de verre usagé-MCM-41 et brique-MCM-41 :

C'est une méthode d'analyse qui permet d'identifier les espèces chimiques présentes à la surface des solides. Comme elle permet la compréhension des phénomènes et mécanismes réactionnels qui réagissent la transformation de ces espèces. Dans cette étude les spectres infrarouges ont été obtenus dans le domaine 400-4000 cm^{-1}

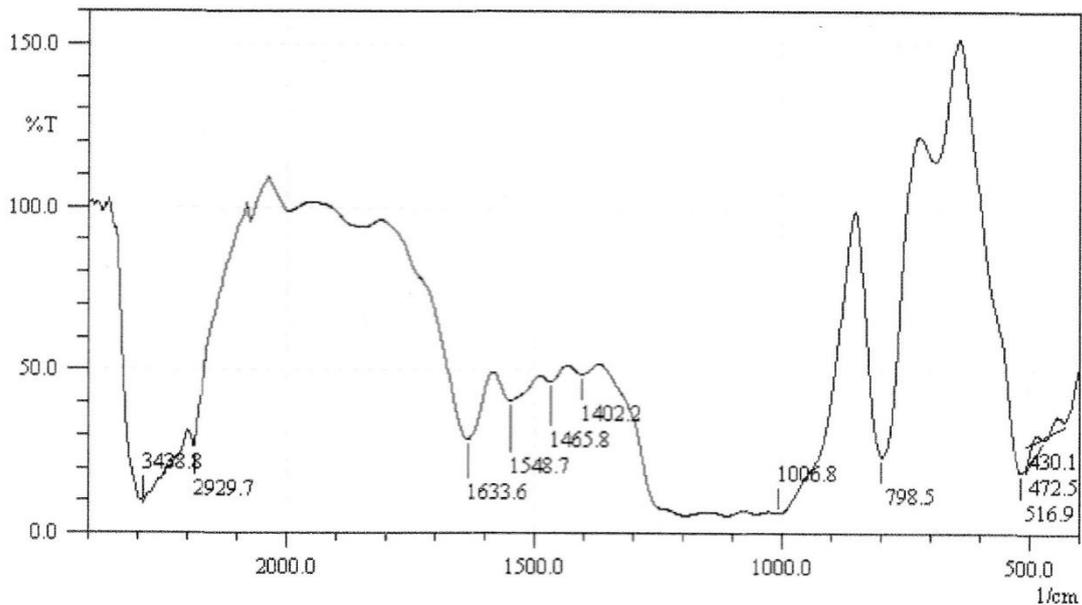


Fig.IV.8 : Spectre IR du MCM-41 non-calciné synthétisé par verre usagé.



Fig.IV.9 : Spectre IR du nanomatériau MCM-41 non-calciné synthétisé par brique.

Le spectre IR du nanomatériau MCM-41 non calciné (NC) de brique indiqué dans la (Figure IV-9) présente les mêmes bandes que celles du nanomatériau de référence. Plus l'apparition des nouvelles bandes de C-H aliphatique attribuant au tensio-actif cetyltriméthylammonium de bromure. Les groupes alkyl donnent une absorption intense dans la région 2923.9 cm⁻¹ et 2854.5 cm⁻¹, elle est liée à la vibration d'élongation de la liaison C-H des molécules tensioactif. La bande forte et intense vers 1475.4 cm⁻¹ correspond à la déformation angulaire.

Par ailleurs le spectre de IR illustré au Figure IV.8 du MCM-41 synthétisé par le verre usagé présente des bandes caractéristiques du réseau silicaté entre 400 et 4000 cm⁻¹, la bande large situé vers 3438.8 cm⁻¹ attribué au groupement fonctionnel (OH) qui correspond à la molécule de l'eau et même au mode de vibrations d'élongation de groupement silanols (Si-OH). Les bandes observées entre 1006-1280 cm⁻¹ correspondent à la vibration d'élongation asymétrique des liaisons Si-O-Si et Si-O-Al, dans la région 430 et 500 cm⁻¹ attribué au liaisons de Si-O et Al-O [74].



*Conclusion
Générale*

Conclusion Générale

Les déchets industriels constituent un problème considérable pour notre environnement. Aujourd'hui les questions relatives à la protection de l'environnement et au développement durable ont pris une importance telle que notre avenir est désormais fonction de l'attention et des soins que nous apporterons à la préservation de notre environnement et à la valorisation des matières premières à partir des déchets naturelles ou industriels. Alors, il y'a plusieurs raisons évidentes pour justifier le choix de notre sujet qui concerne la valorisation de ces déchets souvent stockés et abandonnés dans la nature.

L'objectif de cette étude était l'exploitation de deux matériaux comme la brique et le verre de dans la synthèse des nanomatériaux pour réduire le cout de processus de synthèse et aussi la protection de l'environnement.

Cette étude a nécessité l'utilisation de plusieurs méthodes d'analyses : La diffraction des rayons x (DRX), la spectroscopie infra rouge (IR), la spectroscopie à fluorescence (XRF) et même défois la méthode volumétrique.

Selon les résultats obtenus par différentes techniques d'analyses les deux nanomatériaux Al-MCM-41 synthétisés à partir de brique et le verre présentent toutes les réflexions qui appartiennent à une MCM-41 typique. Sur la base de la XRD, les quantités de silicium, d'aluminium utilisés pour la synthèse des deux nanomatériaux sont relativement plus élevées que celles nécessaires et montrent que le spectre de MCM-41 de verre usagé présente une meilleure cristallinité par rapport à la brique ceci est lié à la teneur d'aluminium. Les spectres de FTIR des matériaux synthétisés indiquent la présence des bandes caractéristiques du réseau silicaté entre 400 et 4000 cm^{-1} **Figures IV-8, IV-9**. La bande à 468 cm^{-1} est attribuée à la liaison Si-O-Si, une large bande entre 3200–3800 cm^{-1} correspondant au silanol Si-OH et une faible bande de déformation du groupement Si-OH entre 1500–2000 cm^{-1} . Donc on peut dire que cette technique confirme l'apparition des bandes caractéristiques du réseau silicaté correspondant aux MCM-41.

Enfin, cette étude ouvre une nouvelle opportunité de contrôler et d'atténuer le risque de métaux dangereux.

*Références
Bibliographiques*

Références bibliographiques

- [1] ; A. KRAMI, S.M. REGGADI, Étude des briques de terre gypso-calcaire stabilisée par le ciment ou par la chaux, MASTER en Génie, Université de Ouargla, 2011.
- [2] ; M.BOUREMA, Etude des caractéristiques d'un BHP à base de déchet de brique rouge à l'état frais et durci, mémoire en Génie Civil Option Matériaux de construction, Université 20 Aout 1955 Skikda, June 2015.
- [3] : G. Tammann "Der Glaszustand", Voss (Leipzig), (1933).
- [4] : ZARZICKI. R. : Le verre et l'état vitreux. Edition Masson 1982.
- [5] : SHELBY, J.E. Introduction to glass science and technology. 1997. Royal Society of Chemistry, Cambridge, UK.
- [6] : SCHOLZE, H. Glass : Nature, structure and properties. 1990. Springer Verlag, New York.
- [7] : Nassir BICHARI : RENFORCEMENT MECANIQUE D'UN VERRE SODO-CALCIQUE PAR TREMPE THERMIQUE. Mémoire de Magister de l'université de Boumerdes 2007.
- [8] : Louis Nicolas, Encyclopédie Méthodique, P 362, 1815.
- [9] : Dali Mohamed. Mémoire fin d'étude « élaboration et caractérisation des granulats de mousse de verre à base de calcin destinés à l'isolation thermique et phonique du toit et du sol dans le bâtiment » Université de boumerdes. FSI.2012
- [10] : Fédération Belge de la brique, Rue des chartreux 19 bte 19,1000 Bruxelles : fabrication de la brique
- [11] : *Géry*, Écologique, connectée... Une nouvelle ère pour la brique gaipresse, JUILLET 2017.
- [12] : Sing, K. S. (1985). "Reporting physisorption data for gas/solid systems with special reference to the determination of surface area and porosity (Recommendations 1984)." *Pure and applied chemistry* 57(4) : 603-619.
- [13] : K.S.W. Sing, D.H. Everett, R.A.W. Haul, L. Moscou, R.A. Pierotti, J. Rouquerol, T. T. Siemieniewska, *Pure Appl. Chem.* 57 (1985)603.

- [14] : Soler-Illia, G. J. d. A. A. ; Sanchez, C. ; Lebeau, B. ; Patarin, J., *Chemical Reviews* 2002, 102,4093-4138.
- D.Zhao, J.Feng,Q.Huo,N.Melosh,G.H.Fredrickson,B.F.Chmelka,G.D.Stucky. *Science*. 279 (1998) 548.
- [15] : C.T. Kresge, M.E. Leonowicz, W.J. Roth, J.C. Vartuli, J.S. Beck, *Nature* 359 (1992) 710– 712.
- [16] : J.S. Beck, J.C. Vartuli, W.J. Roth, M.E. Leonowicz, C.T. Kresge, K.D. Schmitt, C.T.W. Chu, D.H. Olson, E.W. Sheppard, S.B. McCullen, J.B. Higgins, J.L. Schlenker, *J. Am. Chem. Soc.* 114 (1992)10834–10843.
- [17] : F. Hoffmann, M. Cornelius, J. Morell, M. Froba, *Angew. Chem. Int. Ed.* 45 (2006)3216.
- [18] : J.S.Beck, J.C.Vartuli, W.J.Roth, M.E.Leonowicz, C. T.Kresge, K.D.Schmitt, C.T.W.Chu, D. H.Olsen, E. W.Sheppard, S. B.McCullen, J. B.Higgins, J.L.Schlenker, *J. Am. Chem. Soc.* 114 (1992) 10834.
- [19] : Kresge, C., M. Leonowicz, et al. (1992). "Orderedmesoporousmolecularsieve synthesized by a liquid-crystaltemplatemechanism." *nature* 359(6397) : 710-712.
- [20] : Adjdir, M. (2010). *Synthesis of mesoporousnanomaterialsfromnatural sources as low-cost nanotechnology*, Karlsruhe, Karlsruher Institut für Technologie (KIT), Diss., 2010.
- [21] : Vincent, C. (1971). *Process for producinglow-bulk densitysilica*, Google Patents.
- [22] : Di Renzo, F., H. Cambon, et al. (1997). "A 28-year-old synthesis of micelletemplatedmesoporoussilica." *Microporous Materials*10 (4-6) : 283-286.
- [23] :Sadasivan, S., C. E. Fowler, et al. (2002). "Nucleation of MCM-41 Nanoparticles by InternalReorganization of Disordered and Nematic-Like Silica–Surfactant Clusters." *AngewandteChemie International Edition*41(12) : 2151-2153

- [24] : Kallury, K. M., W. E. Lee, et al. (1993). "Enhanced stability of urease immobilized onto phospholipid covalently bound to silica, tungsten, and fluoropolymer surfaces." *Analytical Chemistry* 65(18) : 2459-2467.
- [25] : Despas, C. (1998). Analyse des propriétés de sorption de la silice vis-à-vis des bases et des espèces cationiques par les méthodes diélectriques et électrochimiques.
- [26] : Kondo, S., M. Igarashi, et al. (1992). "The properties of silica surfaces treated at high pH." *Colloids and surfaces* 63(1) : 33-37.
- [27] : Titova, T. and L. Kosheleva (1992). "IR spectroscopic study of silica—triethylamine interaction." *Colloids and surfaces* 63(1) : 97-101.
- [28] : Tiffreau, C., J. Lützenkirchen, et al. (1995). "Modeling the adsorption of mercury (II) on (hydr) oxides I. Amorphous iron oxide and α -quartz." *Journal of Colloid and Interface Science* 172(1) : 82-93.
- [29] : Walcarius, A., J. Devoy, et al. (1999). "Electrochemical recognition of selective mercury adsorption on minerals." *Environmental science & technology* 33(23) : 4278-4284.
- [30] : Kim, J.-B. and T. Inui (1996). "Synthesis of metal-incorporated mesoporous crystalline silicates for oligomerization of propene." *Catalysis letters* 36(3-4) : 255-261.
- [31] : Lewandowska, A., S. Monteverdi, et al. (2002). "MCM-41 mesoporous molecular sieve supported nickel—physico-chemical properties and catalytic activity in hydrogenation of benzene." *Journal of Molecular Catalysis A : Chemical* 188(1) : 85-95.
- [32] : Chen, C.-Y., H.-X. Li, et al. (1993). "Studies on mesoporous materials: I. Synthesis and characterization of MCM-41." *Microporous Materials* 2(1) : 17-26.
- [33] : Van Der Voort, P., P. Ravikovitch, et al. (2002). "A new templated ordered structure with combined micro- and mesopores and internal silicananocapsules." *The Journal of Physical Chemistry B* 106(23) : 5873-5877.

- [34] : Beck, J., J. Vartuli, et al. (1992). Olson, DH; Sheppard, EW; McCullen, SB; Higgins, JB; Shlenker, JLJ Am. Chem. Soc.
- [35] : Occelli, M., S. Biz, et al. (1999). "Effects of isomorphous substitution of Si with Ti and Zr in mesoporous silicates with the MCM-41 structure." *Applied Catalysis A: General* 183(2): 231-239.
- [36] : Corma, A. (1997). "From microporous to mesoporous molecular sieve materials and their use in catalysis." *Chemical reviews* 97(6): 2373-2420.
- [37] : Tuel, A. (1999). "Modification of mesoporous silicas by incorporation of heteroelements in the framework." *Microporous and Mesoporous Materials* 27(2): 151-169.
- [38] : Corma, A., M. Navarro, et al. (1994). "Synthesis of an ultralarge pore titanium silicate isomorphous to MCM-41 and its application as a catalyst for selective oxidation of hydrocarbons." *Journal of the Chemical Society, Chemical Communications*(2): 147-148.
- [39] : Selvaraj, M., A. Pandurangan, et al. (2003). "Synthesis, characterization and catalytic application of MCM-41 mesoporous molecular sieves containing Zn and Al." *Applied Catalysis A: General* 242(2): 347-364.
- [40] : Savidha, R., A. Pandurangan, et al. (2004). "A comparative study on the catalytic activity of Zn and Fe containing Al-MCM-41 molecular sieves on t-butylation of phenol." *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical* 211(1): 165-177.
- [41] : Carvalho, W. A., M. Wallau, et al. (1999). "Iron and copper immobilised on mesoporous MCM-41 molecular sieves as catalysts for the oxidation of cyclohexane." *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical* 144(1): 91-99.
- [42] : Chaudhari, K., T. Das, et al. (1999). "Mesoporous aluminosilicate of the MCM-41 type: its catalytic activity in n-hexane isomerization." *Journal of Catalysis* 186(1): 81-90.

- [43] : Kisler, J. M., M. L. Gee, et al. (2003). "Comparative study of silylation methods to improve the stability of silicate MCM-41 in aqueous solutions." *Chemistry of Materials* 15(3): 619-624.
- [44] : Namba, S., A. Mochizuki, et al. (1998). "Preparation of highly ordered MCM-41 with docosyltrimethylammonium chloride (C₂₂ TMAC1) as a template and fine control of its pore size." *Studies in Surface Science and Catalysis* 117: 257-264.
- [45] : Kang, K.-K. and H.-K. Rhee (2005). "Synthesis and characterization of novel mesoporous silica with large wormhole-like pores: Use of TBOS as silicon source." *Microporous and mesoporous materials* 84(1): 34-40.
- [46] : Sayari, A. and Y. Yang (2000). "Highly ordered MCM-41 silica prepared in the presence of decyltrimethylammonium bromide." *The Journal of Physical Chemistry B* 104(20): 4835-4839.
- [47] : Beck, J., J. Vartuli, et al. (1992). "A new family of mesoporous molecular sieves prepared with liquid crystal templates." *Journal of the American Chemical Society* 114(27): 10834-10843.
- [48] : Unger, K., et al., *Synthesis of spherical porous silicas in the micron and submicron size range: challenges and opportunities for miniaturized high-resolution chromatographic and electrokinetic separations*. *Journal of Chromatography A*, 2000. **892**(1-2): p. 47-55.
- [49] : Huang, R., et al., *Catalytic ozonation of p-chlorobenzoic acid over MCM-41 and Fe loaded MCM-41*. *Chemical Engineering Journal*, 2012. **180**: p. 19-24.
- [50] : Van Rhijn, W., et al., *Sulfonic acid functionalised ordered mesoporous materials as catalysts for condensation and esterification reactions*. *Chemical communications*, 1998(3): p. 317-318.
- [51] : Lin, X., G.K. Chuah, and S. Jaenicke, *Base-functionalized MCM-41 as catalysts for the synthesis of monoglycerides*. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, 1999. **150**(1-2): p. 287-294.

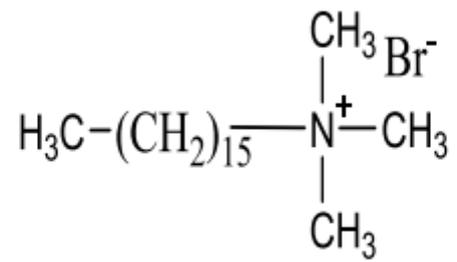
- [52] : Cauvel, A., G. Renard, and D. Brunel, *Monoglyceride synthesis by heterogeneous catalysis using MCM-41 type silicas functionalized with amino groups*. The Journal of organic chemistry, 1997. **62**(3): p. 749-751.
- [53] : Choudary, B., et al., *Knoevenagel and aldol condensations catalysed by a new diamino-functionalised mesoporous material*. Journal of Molecular Catalysis A: Chemical, 1999. **142**(3): p. 361-365.
- [54] : Park, H. ; Park, K. Pharm. Res. 1996, 13, 1770.
- [55] : Arcos, D. ; Ragel, V. ; Vallet-Regi, M. Biomaterials, in press.
- [56] : del Real, R. P. ; Padilla, S. ; Vallet-Regi, M. J. Biomed. Mater. Res. 2000, 52, 1.
- [57] : M. Vallet-Regi, * A. Ra´mila, R. P. del Real, and J. Pe´rez-Pariente ; Une Nouvelle propriété du MCM-41 : Système d’administration des médicaments 2001
- [58] : Xiaochun Xu, Chunshan Song *, John M. Andr_esen, Bruce G. Miller, Alan W. Scaroni ; Préparation et caractérisation du CO2 nouveau Adsorbants « panier moléculaire » basés sur le tamis moléculaire mésoporous modifié par polymère MCM-41 2003
- [59] : S. Bhattacharyya a, G. Lelong a & M.-L. Saboungi a CRMD-CNRS, 1B rue de la Férollerie, 45071 Orléans Cedex 2 France Progrès récents dans la synthèse et certaines applications du MCM-41 : un bref examen 2007
- [60] : G. D. Mihai • V. Meynen • M. Mertens • N. Bilba • P. Cool • E. F. Vansant Nanoparticules de ZnO soutenues sur le mésoporous MCM-41 et SBA-15 : une physicochimie comparative et étude photocatalytique 2010
- [61] : A. Jafarzadeh, Sh. Sohrabnezhad*, M.A. Zanjanchi, M. Arvand : Synthèse et caractérisation du MCM-41 fonctionnalisé par le thiol nanofibres et son application comme photocatalyseur 2016
- [62] : Borja Díaz de Greñu 1, Ruth de los Reyes 2, Ana M. Costero 3, Pedro Amorós 4 et Jose Vicente Ros-Lis 1 Progrès récents de la synthèse assistée par micro-ondes des matériaux de silice 2020.

- [63] : Bouchikhi.N., Tabti, H 2016. Utilisation d'une nouvelle source de silice dans la synthèse Des nanomatériaux : étude de l'effet de la méthode d'insertion de cuivre dans la charpente d'une MCM-41 sur les propriétés structurales et texturales.
- [64] : **Ihsèn BEN MBAREK : mémoire** master, Elaboration-et-caracterisation-physique-des-couches-minces-de-TiO2-deposees-par-pulverisation cathodique, **ENIT** 2009
- [65] : Lakhache, M. (2017). Application catalytique d'un nanomatériau activé à base de déchets de verres.
- [66] : Sirotnin, S.V., I.F. Moskovskaya, and B.V. Romanovsky, *Synthetic strategy for Fe-MCM-41 catalyst: a key factor for homogeneous or heterogeneous phenol oxidation*. Catalysis Science & Technology, 2011. **1**(6): p. 971-980
- [67] : Soltanpour, P.N., et al., *Inductively coupled plasma emission spectrometry and inductively coupled plasma-mass spectrometry*. Methods of soil analysis. Part, 1996. **3**: p. 91-139.
- [68] : J-C. LEHMANN, Formulation du verre et produits verriers, 2010
- [69] : N. BOUCHIKHI, Enhancement of adsorption capacity of lowcostmesoporous MCM-41 and theirantibacterial and antifungalactivities, journal of materialresearch express ,2020
- [70] : N.Bouchikhi ,A.Tabti , Utilisation de nouvelle source de silice dans la synthèse de nanomatériau :étude de l'effet de la molécule d'insertion de cuivre dans la charpente d'une MCM-41 sur les propriétés structural et textural ,thèse de master chimie ,2016.
- [71] : T. Mokades, N.Bentahar, Valorisation d'un déchet industriel dans la synthèse d'un matériau poreux , thèse master génie de procédés des matériaux,2018.
- [72] : Kresge, C., et al., *Ordered mesoporous molecular sieves synthesized by a liquid-crystal template mechanism*. nature, 1992. **359**(6397): p. 710-712.
- [73] : Loewenstein, W., *The distribution of aluminum in the tetrahedra of silicates and aluminates*. Am Mineral, 1954. **39**: p. 92-96.

[74] : E.Lakhache, Application catalytique d'un nanomatériau activé à base de déchets de verres, thèse de master chimie ,2017.



Annexe

Annexe

Cetyltrimethylammoniumbromid (CTABr)

Résumé

معالجة النفايات هي الحل الصحيح الذي يمكن أن يوفر موارد جديدة متجددة ومستدامة تساهم في عملية حماية البيئة. في هذه المساهمة ، كان الاختيار هو استخدام مصدرين طبيعيين كمقدمة لتخليق المواد النانوية التي تتكون من الطوب والزجاج تطلبت الدراسة استخدام عدة طرق Al This ، Si المحلي بكثرة بتكلفة منخفضة والتي سيتم استخدامها كمصدر لكل من (XRF) ، التحليل الطيفي الفلوري (IR) ، التحليل الطيفي بالأشعة تحت الحمراء (XRD) للتحليل: حيود الأشعة السينية AI-MCM-41 وفقاً للنتائج التي تم الحصول عليها من خلال تقنيات التحليل المختلفة ، فإن المادتين النانويتين يُظهر للمواد FTIR النموذجي وتشير أطياف MCM-41 المُصنَّع من الطوب والزجاج جميع الانعكاسات التي تنتمي إلى المركبة إلى وجود النطاقات المميزة لشبكة السيليكات بين 400 و 4000 سم -

الكلمات المفتاحية: الزجاج، الطوب، المواد متناهية الصغر، حيود الأشعة السينية، الأشعة تحت الحمراء

Résumé

Le traitement des déchets c'est la bonne solution qui peut offrir de nouvelles ressources renouvelables et durables qui contribuent dans le processus pour la protection de l'environnement. Dans cette contribution le choix été l'utilisation de deux sources naturelles en tant que précurseur pour la synthèse de nanomatériaux qui sont la brique et le verre locale abondante à faible coût et qui seront utiliser comme source à la fois de Si, d'Al Cette étude a nécessité l'utilisation de plusieurs méthodes d'analyses: La diffraction des rayons x (DRX), la spectroscopie infra rouge (IR), la spectroscopie à fluorescence (XRF) Selon les résultats obtenus par différentes techniques d'analyses les deux nanomatériaux Al-MCM-41 synthétisés à partir de brique et le verre présentent toutes les réflexions qui appartiennent à une MCM-41 typique et les spectres de FTIR du matériau synthétisé indiquent la présence des bandes caractéristiques du réseau silicaté entre 400 et 4000 cm^{-1} .

Mots clés : verre, brique, nanomatériau, DRX, IR.

ABSTRACT

Waste treatment is the right solution that can offer new renewable and sustainable resources that contribute in the process for the protection of the environment. In this contribution the choice was the use of two natural sources as a precursor for the synthesis of nanomaterials which are brick and glass locally abundant at low cost and which will be used as a source of both Si, Al This study required the use of Several methods of analysis: X-ray diffraction (XRD), infrared (IR) spectroscopy, fluorescence spectroscopy (XRF) According to the results

obtained by different analytical techniques, the two nanomaterials Al-MCM-41 synthesized from brick and glass show all the reflections that belong to a typical MCM-41 and the FTIR spectra of the synthesized material indicate the presence of the characteristic bands of the silicate lattice between 400 and 4000 cm⁻¹.

Keywords : glass, brick, nanomaterial, RDX, IR