

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SIENTIFIQUE

UNIVESITE MOULOUE MAMMERI DE TIZI OUZOU

FACULTE DES SCIENCES
DEPARTEMENT DE CHIMIE



DOMAINE : SCIENCE DE LA MATIERE

FILIERE : CHIMIE

MEMOIRE DE MASTER

SPECIALITE : CHIMIE PHYSIQUE

THEME

**Etude des caractéristiques d'un capteur d'humidité
à base d'un biocomposite kératine /Ag**

Présenté par : MECHID Fatima

Soutenu le ; 03/01/2021 devant le jury composé de :

Mr CHAOUCHI	Ahcéne	Professeur à UMMTO	PRESIDENT
M ^{me} DOUANI	Rachida	MCB ; UMMTO	PROMOTRICE
M ^{me} HAMMOUCHE	Hayat	Docteur, UMMTO	CO-PROMOTRICE
M ^{me} BOZETINE	Hakima	MCB ; UMMTO	EXAMINATRICE

REMERCEMENT

Je tiens tout d'abord à remercier le bon Dieu tout puissant de m'avoir aidé à réaliser ce Modest travail.

Ce travail a été réalisé au laboratoire de Chimie Appliquée et Génie Chimique « LCAGC » de l'Université Mouloud MAMMERY de Tizi-Ouzou sous la direction de Mr *CHAOUCHI Ahcène*.

Je remercie Mr *CHAOUCHI Ahcène* Professeur à l'Université Mouloud MAMMERY de Tizi-Ouzou, de m'avoir offert l'opportunité de réaliser ce mémoire de fin d'étude au sein du laboratoire de recherche. Je le remercie aussi pour l'honneur qu'il me fait en acceptant de présider le jury de ma soutenance.

J'exprime mes chaleureux remerciements tout particulièrement à ma promotrice Madame *DOUANI Rachida*, Maître de Conférences à l'Université Mouloud MAMMERY de Tizi-Ouzou, pour avoir accepté de m'encadrer et de m'avoir accompagné et orienté dans mes recherches, m'avoir fait profiter de ses connaissances; pour sa gentillesse, son écoute et sa patience.

Mes remerciements vont également à madame *HAMMOUCHE Hayat* Docteur à l'université de Tizi-Ouzou, pour avoir accepté de me co-encadrer et de m'avoir accompagné et orienté dans mes recherches, m'avoir fait profiter de ses connaissances; pour sa gentillesse, son écoute et sa patience.

Je remercie chaleureusement Madame *BOUZETINE Hakima* Maître de Conférences à l'université Mouloud MAMMERY de Tizi-Ouzou de m'avoir honoré de sa présence en acceptant de juger ce travail.

Je tiens à remercier mes très chers parents, mes frères et mes oncles, pour leurs encouragements et leurs soutiens durant toutes mes années d'étude.

Un grand merci à tous mes ami(e)s pour leur présence, leur soutien et leurs encouragements

CHAPITRE I

Figure I-1 : Schéma synoptique d'un capteur.....4

Figure I-2 : Photos des électrodes a)spirale b) interdigité.....4

FigureI-3 : Schéma de principe du capteur d'humidité capacitif à une structure interdigitée.....5

Figure I-4:Principe de la chimisorption d'une molécule sur une surface.....7

Figure I-5 : Principe de la physisorption d'une molécule sur une surface.....7

Figure I-6 : Représentation schématique de a)la kératine α et b) la kératine β8

Figure I-7 : Représentation schématique des liaisons chimiques de la kératine.....9

Figure I-8 : Structure morphologique de la laine..... 10

FigureI-9 : Structure cristalline de l'argent.....12

Figure I- 10: Le romarin.....13

Figure I-11 : Principaux agents oxydants présents dans le romarin.....14

FigureI-12 :Déprotonation des phénols 14

CHAPITRE II

Tableau II-1 : Tableau récapitulatif des caractéristiques des réactifs utilisés16

Figure II-1 : Préparation de l'extrait du romarin.....17

Figure II-2 : Elaboration des nanoparticules d'argent.....17

Figure II-3 : Mécanisme de formation des nanoparticules d'argent.....18

Figure II-4 : préparation de la laine18

Figure II-5 : Etapes de l'extraction de la laine19

Figure 6: Traitement alcalin de laine du mouton.....19

Figure II-6 : photographie de l'appareil UV-Visible20

Figure II-7 : interaction entre le faisceau d'électron-matière.....21

Figure II-8 : Photographie de l'appareil de mesure des propriétés diélectriques.....22

Figure II-9: Solutions salines.....23

Figure II-10 : Photos des électrodes avant et après le dépôt.....24

CHAPITRE III

Figure III-1: Image MEB des fibres de laine découpée.....25

Figure III-2 : Images MEB de la morphologie de film de kératine.....26

Figure (III-3): Spectre d'absorption UV-Visible de la kératine.....27

Figure (III-4) : spectre d'absorption UV-Visible de l'Argent.....27

Figure III-5 : Spectre IR de l'extrait de la kératine.....28

Figure III-6 : Variation de C_p en fonction de l'humidité relative des capteurs à base de la kératine pure, la kératine/xAg(1et 5%) à 100 Hz.....29

Figure III-7: Variation de C_p en fonction de HR(%) des différent capteurs à différentes fréquences (100Hz,1,10 et 100KHz).....30

Figure III-8 : Variation de la sensibilité des capteurs à base de la kératine pure, la kératine/xAg (1et 5%) à 100 Hz.....32

Tableau III-1 : Valeurs de la sensibilité en fonction de l'humidité relative pour les trois biocomposites.....32

Figure III-9 : Cycles d'hystérésis des différents capteurs à 100Hz.....33

Figure III-10: Illustration schématique des couches de molécules d'eau adsorbées à la surface du capteur.et la réaction en chaîne de Grotthuss.....34

Figure III-11: Diagramme de Nyquist de la kératine pure.....35

Figure III-12: Diagramme de Nyquist du biocomposites kératine/(1%)Ag.....36

Figure III-13 : Diagramme de Nyquist du biocomposite kératine/(5%)Ag.....37

Figure III.14 : Circuits équivalents des films sensibles.....37

Introduction générale

CHAPITRE I : Notion bibliographique

I-Généralités sur l'humidité et les capteurs d'humidité.....	3
I-1.Définition de l'humidité	3
a)Humidité absolue.....	3
b) Humidité Relartive.....	3
I-2. Définition et principe de fonctionnement d'un capteur d'humidité....	3
a)Géometrie des electrodes.....	4
b) Les couches sensibles.....	4
I-3. Types de capteurs d'humidité.....	5
I-3-1. Capteurs d'humidité capacitifs	5
I-3-2. Capteurs d'humidité résistifs	6
I-4. Performances d'un capteur d'humidité.....	6
I-5. Applications des capteurs d'humidité.....	6
I-6. Phénomènes de sorption moléculaire	7
I-6-1. Définition de l'adsorption moléculaire	7
a)Chimisorption.....	7
b)Physisorption.....	7
I-6-2. Définition de désorption moléculaire	8
II- Généralités sur la kératine	8
II-1. Définition de la kératine	8
II-2.Classification des kératines	8
II-3. Interactions chimiques dans de la kératine.....	9
II-4. Propriétés de la kératine.....	9
II-5. Ressource de la kératine-la laine du mouton.....	10
II-6. Applications de la kératine.....	11

II-3. Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR)	21
II-4. La spectroscopie d'impédance.....	21
III- Conception des capteurs d'humidité.....	22
III-1. Préparation des solutions salines.....	22
III-2. Préparation des capteurs	23
CHAPITRE III : Résultats et discussion	
I- Caractérisation par microscopie électronique à balayage	25
I-1. Études morphologiques des fibres de laine.....	25
I-2. Études morphologiques de film de kératine.....	26
II- Caractérisation par spectroscopie UV-Visible.....	26
II-1. Caractérisation par spectroscopie UV-Visible de la kératine	26
II-2. Caractérisation par spectroscopie UV-Visible des nanoparticules d'Argent....	27
III- caractérisation par spectroscopie infrarouge.....	27
III-1. Caractérisation par spectroscopie infrarouge de gel de kératine	28
IV- Propriétés de détection des couches sensibles.....	28
IV-1. Variation de la capacité en fonction du taux d'humidité.....	28
a) Effet de l'ajout des nanoparticules d'Argent.....	29
b) Effet de la fréquence.....	29
IV-2. La sensibilité.....	31
IV-3. Cycles d'hystérésis des capteurs.....	32
V- Spectre d'impédance complexe (CIS).....	34
Conclusion générale.....	38
Références bibliographiques	41

L'humidité est un paramètre aussi important que la pression et la température, même à l'état de traces, elle peut influencer considérablement les propriétés physiques, chimiques et mécaniques des matériaux naturels ou artificiels. En effet, la détection et le contrôle du taux d'humidité sont importants dans de nombreux domaines, notamment la médecine, l'industrie alimentaire, pharmaceutique et la protection de l'environnement. Pour cela, de nombreux efforts scientifiques et technologiques ont été consacrés à l'amélioration des propriétés de détection d'humidité telles que : la sensibilité élevée, la réponse linéaire et la vitesse de réponse rapide et la stabilité à long terme [1]

L'évolution des capteurs de manière générale s'appuie entre autre sur les performances des matériaux qui les constituent. Récemment, les travaux de recherche réalisés sur les capteurs d'humidité se sont concentrés sur la recherche de biomatériaux sensibles à l'humidité telle que l'acétate de cellulose, le chitosane, la kératine,...etc. [2]

La kératine est un biopolymère ayant un haut degré de fonctionnalité chimique et présente de nombreuses propriétés telles que la sorption d'humidité et la conductivité thermique, elle est naturellement hydrophile, non brûlante, non toxique, biocompatible et biodégradable. Les produits à base de kératine font aujourd'hui l'objet d'un intérêt croissant par les scientifiques en raison de leur légèreté, de leur faible prix de revient, de leur abondance dans la nature et de leurs intéressantes propriétés diélectriques et piézoélectriques [1].

Cependant l'utilisation de la kératine comme couches sensible dans les capteurs d'humidité est limitée par ses faibles propriétés mécanique et électrique. Afin, de remédier à ces problèmes certaines équipes de recherche dans le domaine proposent l'incorporation des nanoparticules d'argent dans les biopolymères pour former des nanocomposites ou bien des biocomposites qui seront mieux adoptés à la détection de l'humidité.

L'objectif de cette étude est l'amélioration des performances de détection d'humidité de la kératine par l'ajout des nanoparticules d'argent. Pour cela, nous allons procéder d'abord à l'extraction de la kératine à partir de la laine du mouton par l'hydrolyse alcaline et à la biosynthèse des nanoparticules d'argent par un procédé chimique en solution en utilisant le romarin, puis à la conception des capteurs d'humidité à base des matériaux ainsi synthétisés. L'étude sera réalisée sur des couches sensibles à base du biocomposite kératine/xAg ($x= 0, 1\%$ et 5%).

Ce mémoire sera scindé en trois chapitres :

Le premier chapitre présentera des généralités sur les capteurs d'humidité, la kératine qui est la matrice de base et sur les nanoparticules d'argent.

Le deuxième chapitre sera partagé en deux parties, dans la première nous allons détailler le procédé d'extraction de la kératine par l'hydrolyse alcaline à partir de laine de mouton et la biosynthèse des nanoparticules d'argent à partir de l'extrait du romarin. Dans la seconde nous décrirons les différentes techniques physico-chimiques utilisées dans la caractérisation de matériaux telles que : la microscopie électronique à balayage (MEB), la spectroscopie infrarouge à transformée de fourrier (FTIR), la spectroscopie UV-Visible et la Spectroscopie d'impédance.

Le troisième chapitre sera dédié à la présentation des résultats obtenus ainsi qu'à leurs discussions.

Nous terminerons par une conclusion générale qui regroupera l'ensemble des résultats obtenus.

Ce chapitre sera consacré à l'étude bibliographique nécessaire à la compréhension de cette étude. Dans un premier temps, nous exposerons des généralités sur les capteurs d'humidité. Puis nous nous intéresserons à la présentation de la kératine tant que matrice ainsi que sa propriété physico-chimique et les méthodes d'extraction. Ensuite, nous donnerons un aperçu sur les nanoparticules d'argent en vue de les utiliser comme renfort dans la matrice kératine et nous exposerons brièvement la plante romarin qui est utilisée dans notre cas comme agent réducteur pour la synthèse des nanoparticules d'argent.

I- Généralités sur l'humidité et les capteurs d'humidité

En raison de la polarité de ses molécules, l'eau vapeur peut s'absorber facilement sur presque toutes les surfaces et de former des mono ou bien des multicouches. Par conséquent, le contrôle et la mesure de l'humidité est d'une importance.

I-1. Définition de l'humidité

L'humidité est un paramètre important aussi que la pression et la température. Elle exprime la quantité de vapeur d'eau contenue dans l'air. En météorologie, on quantifie l'humidité de l'air de deux manières : l'humidité absolue et l'humidité relative [3].

a) Humidité absolue

L'humidité absolue désigne la quantité de vapeur d'eau contenue dans l'air. Elle s'exprime en gramme d'eau par mètre cube d'air (g/m^3). Cette quantité est invariante, elle n'est pas soumise aux variations de la température [3].

b) Humidité relative (RH)

L'humidité relative est définie comme la quantité d'eau contenue dans un volume d'air donné par rapport au maximum qu'il pourrait contenir à une température et une pression données. Elle est donnée par le rapport entre la pression partielle de vapeur d'eau dans un gaz (P_w) et de la pression de vapeur saturante à une température donnée [$P_{ws}(t)$], [4] (équation I-1)

$$RH (\%) = \left(\frac{P_w}{P_{ws}(t)} \right) * 100 \dots \dots \dots (I - 1)$$

I-2. Définition et principe de fonctionnement d'un capteur d'humidité

Un capteur d'humidité est un organe de prélèvement d'information qui élabore à partir d'une grandeur physique, chimique et biologique (information entrante) une autre grandeur électrique (tension ou courant). Le principe de fonctionnement d'un capteur d'humidité

repose sur la variation de l'impédance électrique, la résistance ou la capacité due à l'adsorption des molécules d'eau sur la surface de la couche sensible [5,6].

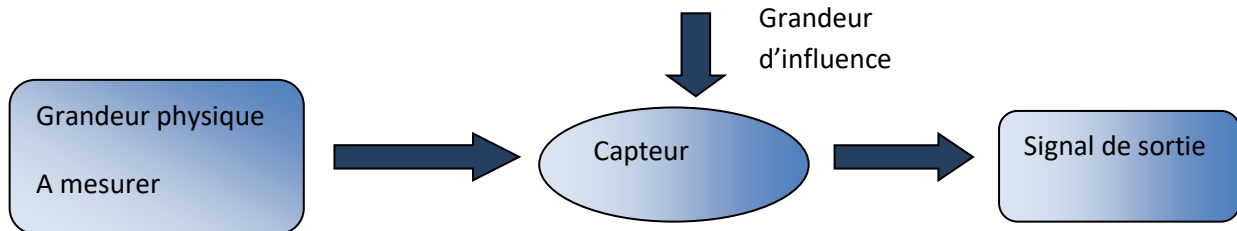


Figure I-1 : Schéma synoptique d'un capteur

Les capteurs d'humidité sont constitués d'une couche sensible sur laquelle sont déposées des électrodes. Leurs propriétés dépendent principalement de:

a) La géométrie des électrodes

Les électrodes permettent d'établir un contact électrique avec la couche sensible afin de mesurer sa conductivité (ou sa résistivité). Elles permettent la conduction des charges du matériau vers le circuit qui récupère le signal. La géométrie des électrodes détermine les lignes de courant (les chemins possibles pour les porteurs) dans le matériau. Elle a une influence sur la sensibilité et la sélectivité du capteur.

Les électrodes coplanaires (interdigitées, spirales) sont largement utilisées en raison de leur simplicité de fabrication et de leur facilité d'intégration avec d'autres circuits. Elle permet également de maximiser la surface de détection en contact direct avec l'environnement à caractériser [7,8].

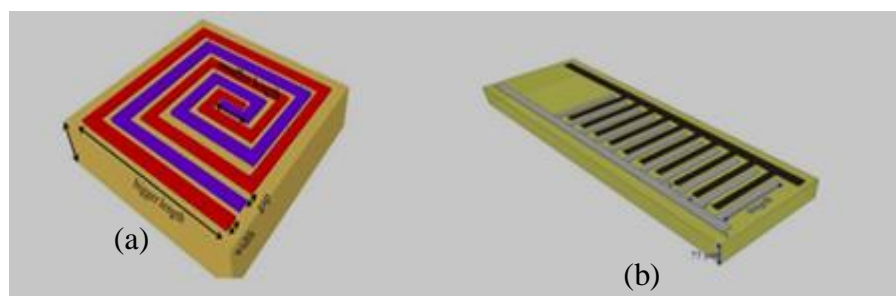


Figure I-2 : Photos des électrodes a) spirale b) interdigité

b) Les couches sensibles

La morphologie de la couche sensible joue un rôle très important sur la réponse et la sensibilité des capteurs d'humidité. La surface d'interaction entre l'humidité relative et le

matériau hôte est appelée surface spécifique. En effet, plus cette surface est importante, plus le signal résultant de l'interaction sera intense. Comme par exemple dans le cas des matériaux poreux, les molécules peuvent pénétrer dans le volume grâce à la présence des pores. Ce comportement conduit à une capacité d'adsorption meilleure que pour une simple surface géométrique [7].

Les matériaux traditionnels (les céramiques, les semi-conducteurs, et les polymères) utilisés comme capteurs d'humidité ne sont pas écologiques et non biocompatibles. Afin de résoudre ces problèmes et faire en sorte qu'il s'agisse d'un capteur durable qui respecte l'environnement, les matériaux biopolymères comme la kératine, collagène, cellulose, chitosane qui présente une grande capacité d'absorption de l'humidité sans se dissoudre dans l'eau ont été utilisés. L'incorporation des nanocharges comme oxyde de graphène, oxyde de zinc et les nanoparticules d'argent dans la matrice biopolymère permet d'améliorer la sensibilité de capteur d'humidité. Actuellement, plusieurs nanocomposites tel que : (cellulose/oxyde de graphène) , (chitosane/nanoparticules d'Argent) ont été utilisée comme couche active dans les capteurs d'humidité [9,10].

I-3. Types de capteurs d'humidité

Il existe plusieurs types de capteurs d'humidité, ils sont classés selon le mode de transduction et les plus adaptés sont les capteurs capacitifs, résistifs, optique et les capteurs à onde acoustique. Les capteurs d'humidité capacitifs et résistifs sont largement utilisés dans la mesure de grandeurs physiques telles que le déplacement, la pression et l'humidité

I-3-1. Capteurs d'humidité capacitifs :

Le principe de détection d'un capteur d'humidité capacitif est basé sur la mesure de la constante diélectrique de la couche sensible, qui varie avec l'adsorption des molécules d'eau à sa surface. Cette variation induit une variation de la capacité qui est directement mesurable.

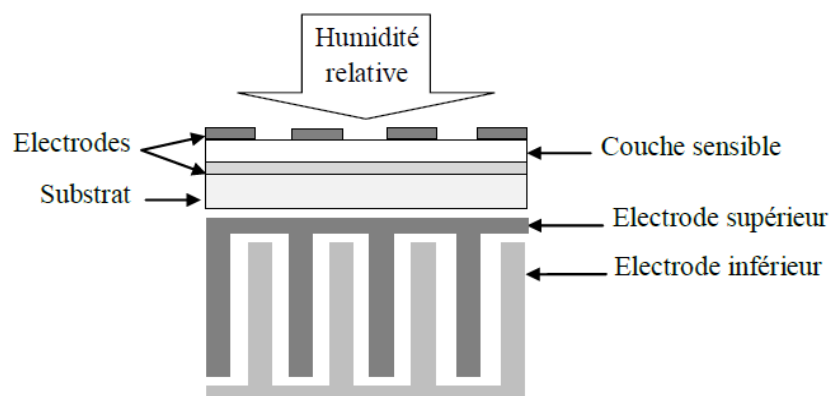


Figure I-3 : Schéma d'un capteur d'humidité capacitif à une structure interdigitée .

I-3-2. Capteurs d'humidité résistifs :

Les capteurs résistifs sont parmi les types des capteurs d'humidité les plus développés. Ils ont reçu beaucoup d'attention grâce à leurs nombreux avantages tels que ; la grande sensibilité, la réponse rapide, la préparation facile et le faible coût. Ils sont basés sur le changement d'impédance d'une couche sensible après adsorption des molécules de vapeur d'eau à sa surface. La plus grande part des capteurs résistifs sont constitués d'une céramique comme couche sensible. Les structures des capteurs résistifs sont souvent comparables aux sondes capacitives [11].

I-4. Performances d'un capteur d'humidité

Les caractéristiques essentielles pour évaluer les performances d'un capteur sont:

- ***La sensibilité*** : Elle traduit l'évolution de la réponse du capteur en fonction de la variation du mesurand.
- ***L'hystérésis*** : C'est une caractéristique importante qui est utilisée pour déterminer la stabilité et la fiabilité d'un capteur. Le phénomène d'hystérésis est lié généralement au type d'adsorption (physisorption ou chimisorption) des molécules d'eau à la surface de la couche sensible, et aussi à leur condensation capillaire dans les pores présents dans le film.
- ***Le temps de réponse*** : Il correspond au temps mis par le capteur pour réagir suite à sa mise en contact avec la vapeur d'eau.
- ***Le temps de recouvrement*** : C'est l'opposé du temps de réponse et correspond à la durée mise par le capteur pour revenir à son état d'origine.

I-5. Applications des capteurs d'humidité

Les capteurs d'humidité sont utilisés dans divers secteurs tel que :

- ***L'industrie gazière*** : Une pollution de gaz par l'humidité peut entraîner une réaction parasite et de plus la condensation de l'humidité peut bloquer la distribution de gaz.
- ***L'industrie pharmaceutique*** : Les produits sous forme de poudre doivent être étroitement contrôlés.
- ***L'industrie des semi-conducteurs*** : Pour laquelle l'adsorption de molécules d'eau peut nuire à la réalisation des dépôts de couche minces. L'humidité affecte aussi les caractéristiques électriques des matériaux et agit sur les réponses des systèmes réalisés.
- ***La santé*** : L'humidité provoque des troubles respiratoires, la fatigue et l'irritation des yeux.

- *L'industrie agro-alimentaire*: L'humidité joue un rôle dans l'altération des stocks.

I-6. Phénomènes de sorption moléculaire

I-6-1. Définition de l'adsorption moléculaire

Le phénomène d'adsorption est le résultat de l'interaction d'une molécule ou d'un atome libre d'un gaz (adsorbat) avec une surface d'un solide (adsorbant). Cette réaction est exothermique et provoque un changement de l'énergie de surface, elle est soit réversible ou irréversible. Selon l'énergie d'adsorption, les molécules peuvent s'adsorber à la surface du capteur soit par des phénomènes chimiques ou physiques [12].

a) Chimisorption

C'est un processus irréversible, il met en jeu une ou plusieurs liaisons chimiques covalentes ou ioniques entre les molécules du gaz et la surface du solide ce qui engendre une modification de la répartition des charges électroniques.

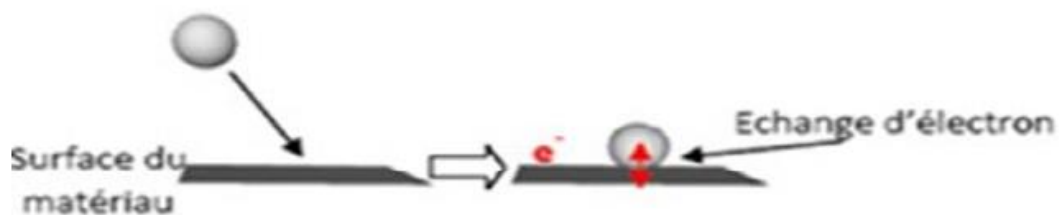


Figure I-4: Principe de la chimisorption.

b) Physisorption

C'est un processus qui fait intervenir des forces d'origine électrostatiques de type Van Der Waals entre les molécules d'adsorbat et la surface de l'adsorbant. Elle correspond à un processus réversible (équilibre dynamique d'adsorption et de désorption) où les molécules s'adsorbent en multicouches sans modification de l'identité chimique de la molécule adsorbée avec des chaleurs d'adsorption souvent faibles et d'énergie de l'ordre de 10 Kcal.mol^{-1} [13]. Ce type d'adsorption se produit à des températures assez basses.



Figure I-5 : Principe de la physisorption.

I-6-2. Définition de la désorption moléculaire

La désorption est le phénomène inverse de l'adsorption. Les molécules adsorbées quittent la surface de l'adsorbat. La désorption d'une molécule physisorbée se fait par une faible énergie alors que celle chimisorbée nécessite un apport d'énergie plus important pour se libérer

II- Généralités sur la kératine

II-1. Définition de la kératine

La kératine représente une grande famille de protéines fibreuses, ces protéines sont les plus abondantes dans le cytoplasme des cellules épithéliales des vertébrés supérieurs (reptiles, oiseaux et mammifères). Elle est constituée d'un assemblage d'acides aminés essentiellement soufrés, représentés principalement par la cystéine (environ 15 à 17 %) et d'autres acides aminés tels que la glycine, la proline et la sérine [4]. C'est pourquoi elle montre une résistance à l'attaque physico-chimiques des facteurs environnementaux, elle est insoluble dans l'eau, les acides faibles, les milieux alcalins et les solvants organiques.

II-2. Classification des kératines

La kératine est une protéine fibreuse dont les chaînes se présentent en hélice- α (α -kératine) ou en feuillet- β (β -kératine), qui se replie en forme tridimensionnelle [14] (figure I-6)

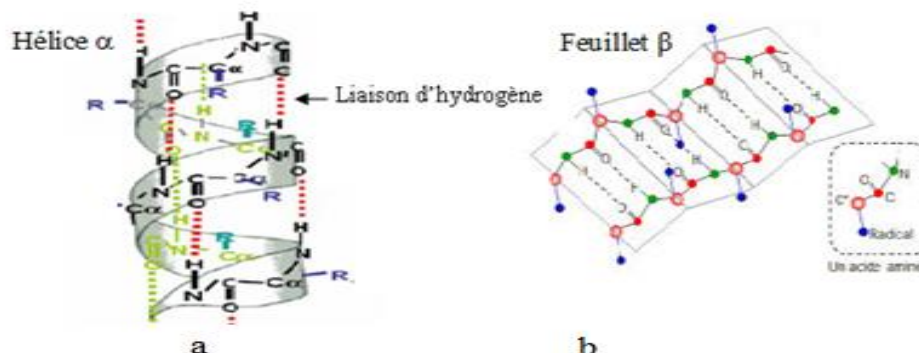


Figure I-6 : Représentation schématique de a) la kératine α et b) la kératine β

- **Kératine en forme hélice α :** C'est la structure primaire qui s'enroule sur elle-même, puis elle se stabilise par des liaisons hydrogènes entre le groupement carbonyle (C=O) et le groupement amide (N-H) (figure I-6a). Son poids moléculaire est d'environ 40 à 60 kDa, elle se trouve généralement chez les mammifères.

- **Kératine en forme feuillet β** : Un feuillet β se forme lorsqu'une chaîne polypeptidique se replie sur elle-même en formant une structure semblable à un accordéon par formation de liaisons hydrogènes intra-chaines (figure I-6b). Son poids moléculaire est d'environ 10 à 22 kDa, elle se trouve généralement chez les oiseaux et les reptiles.

II-3. Interactions chimiques dans la kératine

La kératine se présente sous forme de chaînes polypeptidiques ayant une configuration hélicoïdale reliées entre elles par différents types de liaisons (figure I-7) qui sont responsables de leur grande stabilité et de leurs propriétés physiques particulières [15].

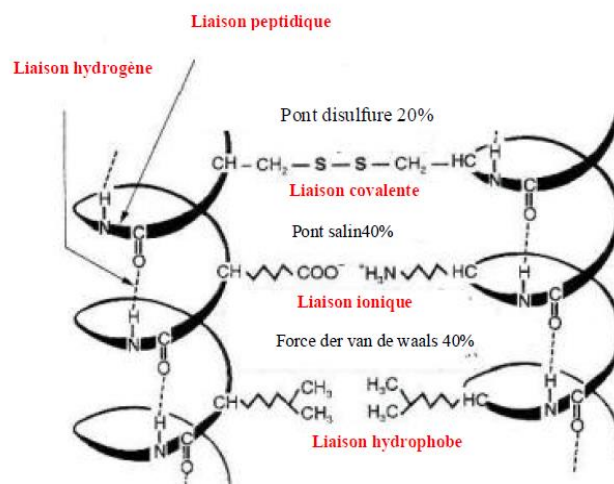


Figure I-7 : Représentation schématique des liaisons chimiques de la kératine

- ✚ Des ponts disulfures formés par l'oxydation du groupement -SH de deux chaînes latérales de cystéines
- ✚ Des ponts salins ou liaisons ioniques résultant des forces électrostatiques entre un groupement amine et un groupement carboxyle. L'origine de ces interactions est l'attraction ou la répulsion coulombienne, donnée par la loi de Coulomb
- ✚ Des interactions hydrophobes résultant de la mise en relation de deux chaînes latérales non polaires, par exemple entre la valine et la phénylalanine

II-4. Propriétés de la kératine

La kératine est un biopolymère composite, elle est sensible à l'humidité, elle a une capacité d'absorber de grandes quantités d'eau sans se dissoudre. La kératine est un matériau isolant qui piège facilement l'électricité statique. Elle est caractérisée aussi par la capacité de fixation

des particules volatiles pour la filtration de l'air grâce aux groupements fonctionnels de la surface [12].

Les fibres kératiniques sont des très bons isolants thermique (les fibres renferment jusqu'à 80% d'air, en poids) et présente une très bonne tenue au feu: en effet, la laine pure brûle sans flamme à partir de 560°C sans dégager de vapeurs toxiques, et s'éteint d'elle-même dès que la source de chaleur disparaît (on dit qu'elle est auto-extinguible), et donc s'oppose à la propagation des flammes.

II-5. Ressources de la kératine-la laine du mouton

Les matières d'origine kératinique sont la laine, les cheveux, les ongles, les écailles, les sabots d'animaux, les plumes et les cornes. Les différences existant entre ces matières se situent au niveau de leur composition en acides aminés par contre les propriétés morphologiques et physico-chimiques sont presque identiques.

La laine est une protéine fibreuse composée d'environ 97% de kératine, les 3% restants étant des lipides (2%) et des sels minéraux (1%).

De point de vu morphologique, une fibre de laine est considérée comme un cylindre de 20 microns environs de diamètre et de 4 à 6 cm de longueur, formé de trois couches concentriques qui sont en allant de l'extérieur vers l'intérieur; la cuticule, le cortex et la moëlle [12] (figure.I-8).

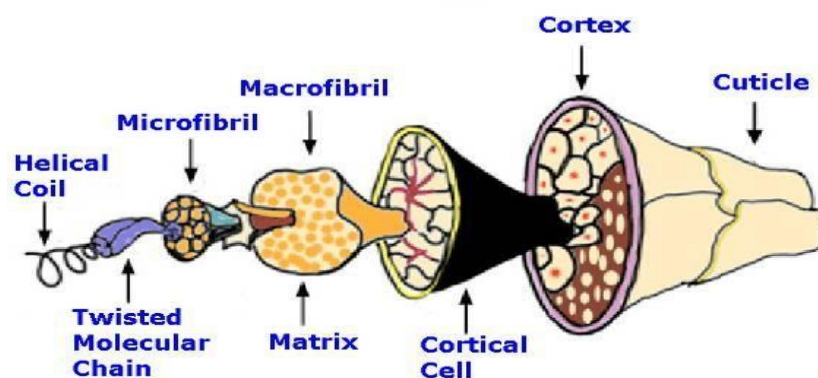


Figure I-8 : Structure morphologique de la laine

- **La cuticule** : représente 7 à 10% de la masse d'une fibre, elle est constituée d'écailles, assemblées à la façon des tuiles d'un toit, qui protègent entièrement la fibre. La cuticule est composée de plusieurs éléments ayant des rôles différents :

- ✚ Une couche kératinisée, élément de soutien

✚ Une membrane, majoritairement constituée d'acides gras qui donnent à la cuticule son caractère hydrophobe.

- **Le cortex :** constitue l'essentiel de la fibre (87% environ), les cellules corticales sont allongées et mesurent environ 100 microns de longueur et entre 3 à 6 microns de large. Ces cellules sont responsables de la majorité des caractéristiques mécaniques de la fibre. Ces cellules corticales sont constituées des macrofibrilles composées de filaments intermédiaires de kératine appelés microfibrilles qui sont unies entre elle par une matrice riche en soufre, une microfibrille contient des protofibrilles qui sont constituées de protofilaments. Ces dernières sont constituées de deux chaînes polypeptides de kératine (hélice α) enroulées en spirale.
- **La moëlle :** qui n'existe que dans les fibres épaisses, elle est constituée de cellules sans noyau servant à combler l'espace central vide éventuel de la fibre.

II-6. Applications de la kératine

La kératine trouve plusieurs applications tels que :

- *Dans le domaine de la santé :* Elle est utilisée dans la fabrication des tissus et pansements antibactériens.
- *Dans le domaine du cosmétique :* Elle est considérée comme un soin incontournable pour les cheveux que ce soit par application directe ou par fabrication de shampoing et masques à base de la kératine.
- *Dans le domaine de la biotechnologie :* Grâce à ses propriétés très intéressantes, la kératine est une matière innovante dans le domaine de la biotechnologie : c'est un bio polymère isolant dont la constante diélectrique est inférieure à celle du polyamide époxyde, en effet, elle peut être utilisée pour l'électronique qui nécessite une résistance élevée et une faible constante diélectrique comme les transistors. De plus son caractère hydrophobe lui confère la capacité d'absorber de l'eau sans se dissoudre, cette propriété a été utilisée dans la fabrication des capteurs d'humidité.

III- Généralités sur les nanoparticules d'argent

III-1. Structure cristallographique d'Argent

L'argent de symbole chimique Ag est le deuxième élément du premier groupe (IB) du tableau périodique, c'est un métal gris blanc, de masse atomique 107,87 g/mol. Il est solide

température ambiante. Sa densité est de 10,5 et son point de fusion de 960 °C. Il se cristallise dans le système cubique à face centré et son rayon atomique est de 0.153 nm.

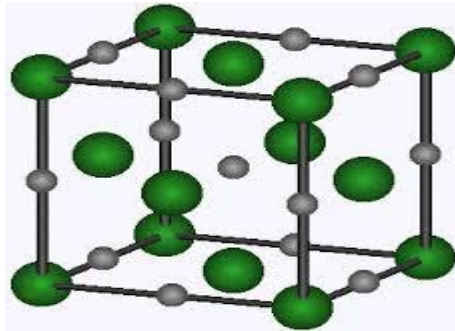


Figure I-9 : *Structure cristalline de l'argent*

L'argent est un métal précieux qui est résistant à la corrosion et à l'oxydation à l'air humide. Il se caractérise par des conductivités thermiques et conductivité électrique plus élevées que celles de tous les autres métaux [16].

III-2-Définition des nanoparticules d'Argent

Les nanoparticules d'Argent sont des molécules ayant une taille de 20-40 nm, composées à 80% d'atomes d'Argent et à 20% d'ions d'Argent

III-3. Synthèse des nanoparticules d'argent

Les nanoparticules d'argent peuvent être préparées par des méthodes physiques, chimiques et biologiques.

a) Synthèse par voie physique : Les méthodes de synthèse physiques sont basées sur la décomposition d'un matériau massif afin d'en réduire sa taille. Les nanoparticules sont principalement fabriquées par réduction de taille des fragments de métaux ou d'oxydes métalliques.

b) Synthèse par voie chimique : Les méthodes chimiques de préparation de nanoparticules d'argent incluent la réduction chimique en solution aqueuse ou organique, la réduction électrochimique, la voie micellaire inverse et la réduction biochimique. Elle repose principalement sur l'utilisation de trois composants indispensables : un précurseur ($\text{AuCl}(\text{PPh}_3)_3$, $\text{ClAg}(\text{PPh}_3)_3$, $\text{NO}_3\text{Ag}(\text{PPh}_3)_3$, un agent réducteur (chlorhydrate d'hydroxylamine, Citrate de sodium, Diméthylacétamide...) et un agent stabilisant.

c) Réduction par voie biologiques : Les produits chimiques utilisés lors de la synthèse chimique sont toxiques et non respectueux de l'environnement, il a donc été nécessaire de recourir aux méthodes biologiques qui consistent à synthétiser les nanoparticules d'argent en

utilisant des microorganismes, des enzymes, des plantes et des extraits de plantes. Cette méthode est considérée comme prometteuse en raison de ses avantages particuliers tels que l'absence d'additifs chimiques, des sources suffisantes de matériaux.

III-4. Applications des nanoparticules d'argent

Les nanoparticules d'argent sont largement utilisées dans l'activité antibactérienne dans les industries cosmétique et pharmaceutique et les produits quotidiens en raison de sa moindre toxicité par rapport à d'autres bactéricides. Elles sont également utilisées pour l'oxydation des alcools, la synthèse d'hétérocycles et la réduction des composés nitroaromatiques. Elles trouvent aussi de nombreuses applications dans des domaines très variés tels que l'optique et l'électronique.

L'incorporation des nanoparticules d'Argent (NPsAg) dans les semi-conducteurs inorganiques, les polymères et l'oxyde de graphène est une méthode efficace pour améliorer la sensibilité des capteurs notamment les capteurs d'humidité [16,17].

IV-Description de la plante du romarin :

IV-1. Définition et origine du romarin

Le romarin du latin «*Rosmarinus officinalis*», « Rossé de la mère », il appartient à la famille labiatae, c'est l'une des familles les plus répandues dans le bassin méditerranéen et, spécialement en Algérie. Le romarin est un arbisseau aromatique toujours vert de 1 à 2 m de hauteur qui peut vivre plus de 30 ans.



Figure I- 10: *Le romarin*

IV-2. Propriétés du romarin

Le romarin a fait l'objet de récentes recherches dans les domaines pharmaceutiques et agro-alimentaire, il possède d'excellentes propriétés anti oxydantes dues à certains composés tel que ; le carnosol, l'acide carnosique, l'acide ursolique, l'acide butanilique, le rosmaridiphenol et le rosmanol [16].

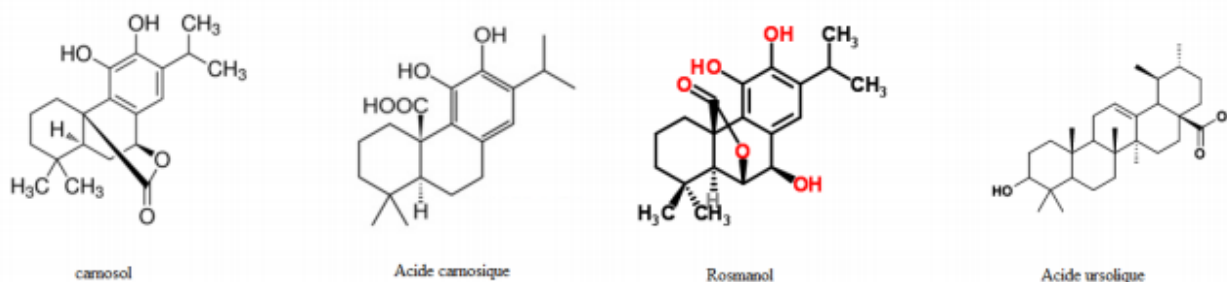


Figure I-11 : Principaux agents oxydants présents dans le romarin

L'extrait du romarin possède de bonnes propriétés réductrices grâce à sa composition riche en polyphénols qui est facilement déprotoné en présence des ions OH^- donnant les ions phénolates qui réagissent très rapidement avec les ions Ag^+ en solution pour former le complexe d'argent qui donne par la suite les nanoparticules d'argent[16].

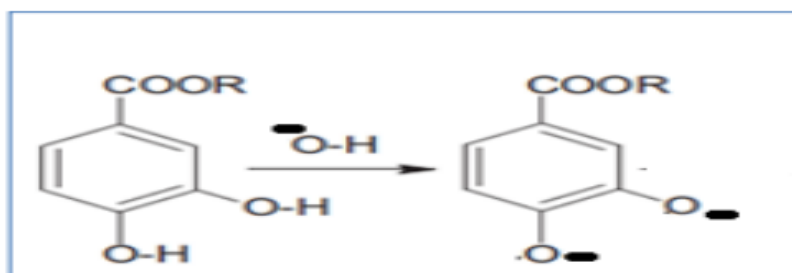


Figure I-12 : Déprotonation des phénols.

IV-3. Applications du romarin

Le romarin est une plante largement utilisée en médecine traditionnelle pour traiter différentes maladies comme le diabète, les problèmes de l'estomac, les rages de dents et les problèmes respiratoires, ...etc. Il est aussi utilisé en industrie de fabrication de savonnerie, détergent, crèmes et la plupart des eaux de cologne.

Actuellement, grâce à ses propriétés réductrices le romarin est utilisé pour la synthèse des nanoparticules métalliques.

V- Matériaux nanocomposites

Un nanocomposite est défini comme un matériau constitué de plusieurs phases dont au moins une appelée matrice (polymère, céramique ou métallique) dans laquelle des objets, ayant au moins une de leurs dimensions inférieure à 100 nm (phase de renfort), sont incorporés. Une petite quantité de renfort peut suffire à obtenir un effet remarquable sur les

propriétés macroscopiques du matériau composite. Ces matériaux présentent des propriétés améliorées relativement au matériau de base (matrice) [18,19].

Les nanocomposites ont des propriétés physiques uniques et un large potentiel d'application dans divers domaines. L'amélioration de ses propriétés rend les nanocomposites intéressants et prometteurs pour les applications présentes et futures.

Actuellement, il existe plusieurs type de particules métalliques et non métalliques utilisées comme nanocharge tels que : les nanotubes de carbone, le graphène, l'oxyde de graphène, les nanoparticules d'argent et l'oxyde de zinc.

Dans ce chapitre nous allons détailler les protocoles expérimentaux utilisés pour la synthèse des nanoparticules d'argent et l'extraction de la kératine, ainsi que les différentes techniques de caractérisation utilisées pour explorer les propriétés des nanoparticules synthétisées.

I- Les produits utilisés

Tableau II-1 : *Tableau récapitulatif des caractéristiques des réactifs utilisés*

Nom commercial	Formule chimique	Masse molaire (g/mol)	Etat physique	Pureté (%)
Nitrate d'argent	AgNO ₃	169.88	solide	99.9
L'hydroxyde de sodium	NaOH	28	solide	98
L'eau déionisée	H ₂ O	18.015	Liquide	99
L'eau oxygénée	H ₂ O ₂	34	Liquide	200V

II-Méthode de synthèse des nanoparticules d'argent

Les nanoparticules d'argent étudiées dans ce travail ont été synthétisées par un procédé chimique en solution.

II-1. Protocole expérimental

II-1-1. Préparation de l'extrait du romarin

Une masse de 10 g de feuilles de romarin est lavée et séchée à l'étuve, puis on l'a introduit dans un cristallisateur contenant 125ml d'eau distillée, l'ensemble est porté à ébullition pendant 5 minutes. Il est ensuite refroidi à température ambiante, puis filtré pour récupérer l'extrait du romarin.

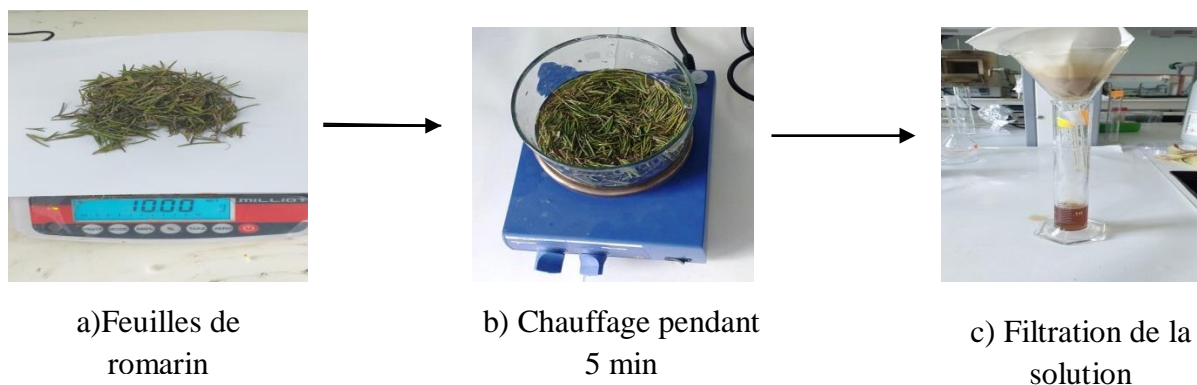


Figure II-1 : *Etapes préparation de l'extrait du romarin.*

II-1-2 Synthèse des nanoparticules d'argent

Dans un bécher contenant 25 ml de l'extrait du romarin nous avons incorporé 0.085g de AgNO_3 , une solution de couleur marron est obtenue, puis on l'a laissé réagir à l'obscurité pendant 24h. On a obtenu un mélange hétérogène dont la solution est de couleur vert foncé et un dépôt noir qu'on a séparée par centrifugation (5000tr /min) pendant 30 min. La poudre obtenue est ensuite lavée plusieurs fois avec l'eau distillée, puis séchée dans une étuve réglée à 90°C .

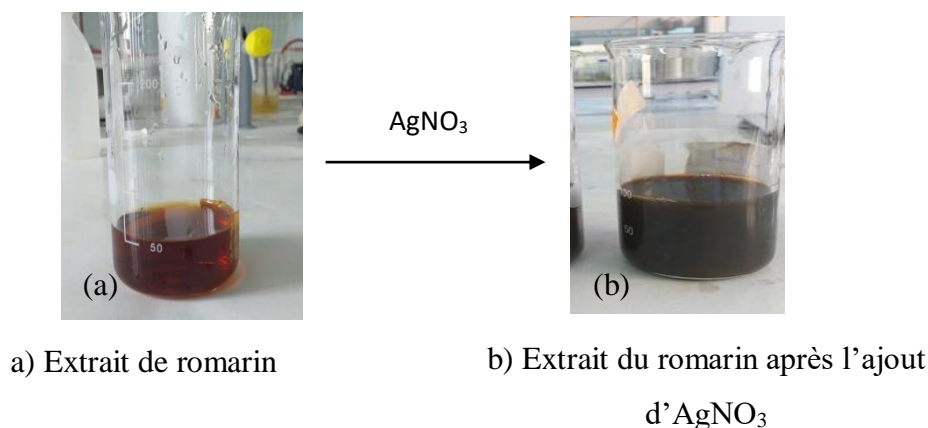


Figure II-2 : *Elaboration des nanoparticules d'argent*

II-1-3-Mécanisme de formation des nanoparticules d'argent

La figure (II-2) illustre le mécanisme de formations de nanoparticules d'argent. Les ions Ag^+ provoque l'oxydation des groupements hydroxyles contenant les polyphénols présent dans l'extrait du romarin, pour former un complexe intermédiaires puis une quinone et des ions Ag^+ , ces derniers sont réduits en Ag métalliques en présence d'électrons libres.

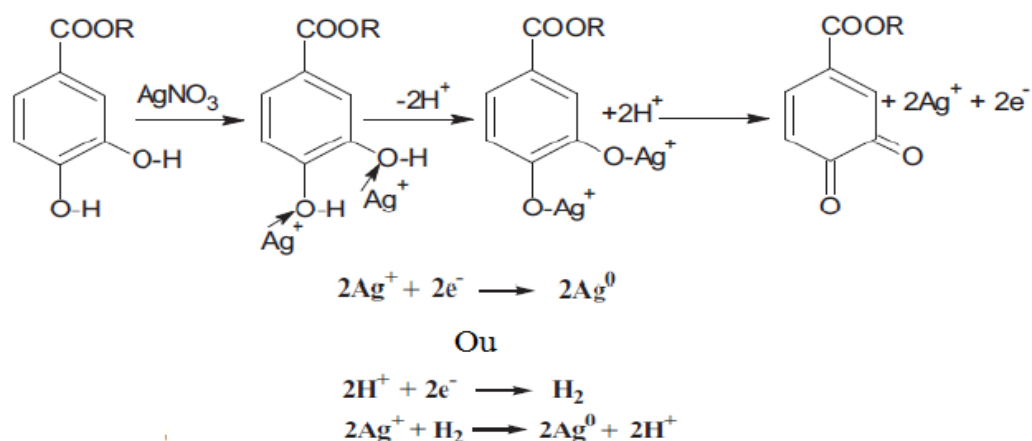


Figure II-3 : Mécanisme de formation des nanoparticules d'argent [16].

II-2. Extraction de la kératine à partir de la laine du mouton

II-2-1-Préparation de la laine :

Dans un cristallisateur contenant un volume de H_2O_2 (200V), nous avons trempé une masse de laine préalablement lavée, séchée et coupée en petits morceaux pendant 15 minutes, puis nous l'avons filtré et séché (figure II-4).

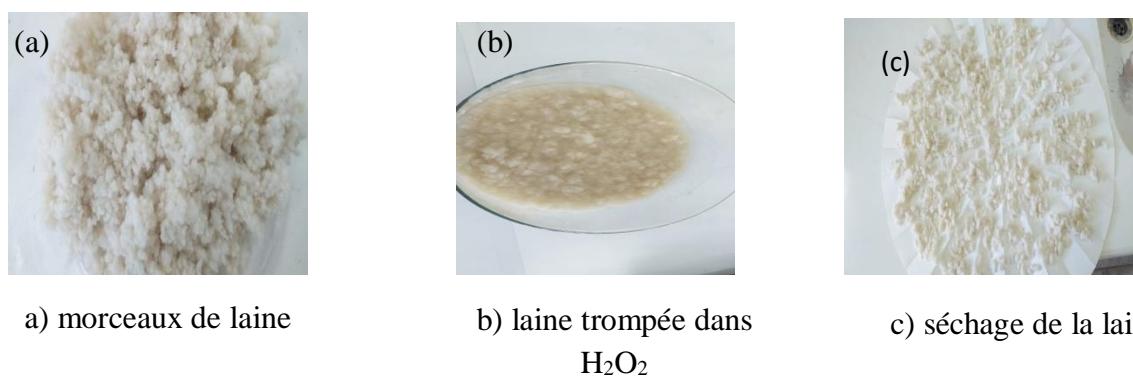


Figure II-4 : Préparation de la laine

II-2-2-Extraction de la kératine

La kératine étudiée dans ce travail a été synthétisée par le procédé d'hydrolyse alcaline de la laine.

Une masse de 8g de NaOH est dissoute dans un volume de 400ml d'eau distillée sous agitation, puis 8g de laine est ajoutée en maintenant toujours l'agitation pendant 10 minutes. Ensuite, le mélange est introduit dans une étuve réglée à 80°C jusqu'à gélification. Enfin, la solution est filtrée pour récupérer le gel de la kératine qui a subi plusieurs lavages avec de l'eau distillée jusqu'à pH neutre.

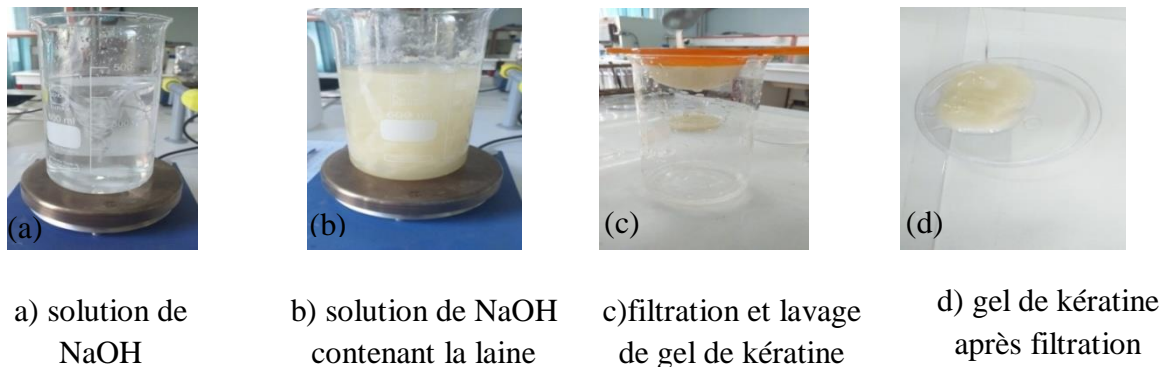


Figure II-5 : *Etapes de l'extraction de la laine*

L'hydrolyse alcaline conduit à la rupture de toutes les liaisons peptidiques d'une protéine si la base est forte. L'extraction de la kératine par plusieurs chercheurs se fait par des bases de NaOH ou bien KOH à faible concentration (0,5 N) [20]. Cette solution permet la rupture des ponts de cystines selon l'équation suivante [20,21]:

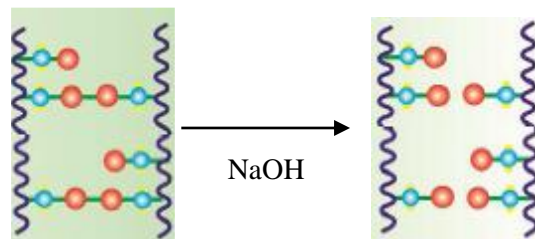
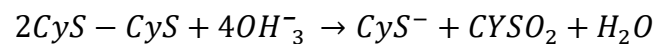


Figure II- 6: *Traitement alcalin de laine du mouton*

III-Techniques de caractérisation

Afin d'exploiter les caractéristiques structurales et microstructurales des nanomatériaux kératine et kératine/Ag, de nombreuses techniques physico-chimique ont été utilisées.

III-1-Spectroscopie UV-Visible

La spectroscopie UV-visible renseigne sur les propriétés optiques de l'échantillon à analyser comme la transmission et l'absorption de la lumière, l'estimation du gap optique,...etc. Elle peut aussi nous renseigner dans certains cas sur l'épaisseur de l'échantillon et même de remonter à ses constantes optiques.

Le principe de cette technique repose sur l'interaction de la lumière émise avec l'échantillon à analyser. Une partie du faisceau incident sera absorbée ou transmise par l'échantillon. Lorsqu'une substance absorbe de la lumière dans le domaine de l'ultraviolet et du visible, l'énergie absorbée provoque des perturbations dans la structure électronique des

atomes, ions ou molécules. Un ou plusieurs électrons absorbent cette énergie pour sauter d'un niveau de basse énergie à un niveau de plus haute énergie.

Cette technique est généralement utilisée dans un mode quantitatif pour déterminer la concentration d'une entité chimique en solution, en utilisant la loi de Beer-Lamber.

$$A = -\log\left(\frac{I}{I_0}\right) = -\log T = \epsilon l C$$

$T = \frac{I}{I_0}$: Est la transmittance de la solution.

A : Est l'absorbance ou densité optique a une longueur d'onde λ .

ϵ : Est le coefficient d'extinction molaire en ($L \cdot mol^{-1} \cdot cm^{-1}$).

C : Est la concentration molaire de la solution (L/mol)



Figure II-6 : Photographie de l'appareil UV-Visible

L'appareil utilisé dans l'analyse de nos échantillons est UV-1601 SHIMADZU.

III-2. Microscopie électronique à balayage (MEB)

Microscopie électronique à balayage est une technique permettant d'obtenir des images en relief de la surface des échantillons avec une grande résolution. Elle peut aussi donner des informations sur le mode de croissance de la couche. Cette technique est basée sur l'interaction forte entre les électrons et la matière. Dans cette techniques ce sont les électrons secondaires ou rétrodiffusés qui permettent de constituer l'image de l'objet. Elle est très utilisée en science des matériaux.

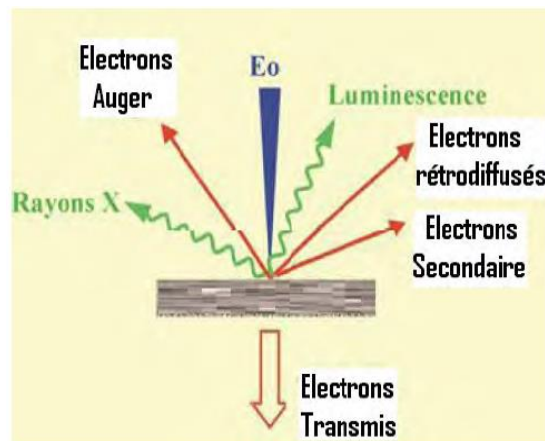


Figure II-7 : Interaction entre le faisceau d'électron-matière.

Le microscope utilisé dans ce travail est de type Philips ESEMXL30. Il a principalement servi à l'observation des fibres de laine et l'aspect des films élaborés

III-3. Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR) :

La Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier est une technique d'analyse permettant de caractériser aussi bien les matériaux organiques que les matériaux inorganiques.

Son principe est basé sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé dans la gamme de longueur d'onde du centre infrarouge ($2.5\mu\text{m} < \lambda < 50\mu\text{m}$). Le champ électrique induit par l'onde électromagnétique peut interagir avec un moment dipolaire d'une entité moléculaire présentant dans le matériau. Lorsque la fréquence de champs coïncide avec la fréquence de vibration d'un mode propre de la molécule, l'interaction crée engendre la vibration de certaines liaisons et l'absorption de l'énergie de l'onde excitatrice correspondante. La fréquence à laquelle est absorbé le rayonnement dépend de la nature des liaisons.

Le spectre IR, est une véritable carte d'identité de la molécule, extrêmement riche en informations. Les longueurs d'onde auxquelles l'échantillon absorbe, sont caractéristiques des groupements chimiques présents dans le matériau analysé. Des tables permettent d'attribuer les bandes d'absorption aux différentes liaisons rencontrées dans les composés. C'est une méthode spectrale couramment appliquée en raison de la facilité de sa mise en œuvre et de la richesse des informations qu'elle fournit

Nos échantillons ont été analysés à l'aide d'un microscope infrarouge à transformée de Fourier IR Affinité 1S SHIMADZU

III-4. La spectroscopie d'impédance

La spectroscopie d'impédance apparaît comme une méthode de choix dans différents secteurs de recherches tel que l'étude des propriétés des réactions chimiques, les phénomènes de et la caractérisation des diélectriques. Cette technique permet de déterminer entre autres la capacité C et l'impédance Z en fonction de la fréquence du signal d'entrée.

La spectroscopie d'impédance est basée sur la modélisation des résultats obtenus par des circuits électriques équivalents qui ont la même réponse en fréquence que l'échantillon. Dans la construction de ces circuits électriques, certains composants utilisés sont identiques à de véritables composants électriques, comme la résistance R , la capacité C ou même l'inductance L . Chacun des composants utilisés, branché en série ou en parallèle, représente un phénomène Physique particulier. Ces modèles sont ensuite utilisés pour ajuster les diagrammes.



Figure II-8 : Photographie de l'appareil de mesure des propriétés diélectriques

IV- Conception des capteurs d'humidité

IV-1. Préparation des solutions salines

Afin de produire des milieux avec un taux d'humidité relative contrôlé, nous avons préparé des solutions salines en faisant dissoudre des sels minéraux dans d'eau distillée jusqu'à ce que le sel ne se dissout plus dans l'eau. Ensuite les solutions saline préparées sont versées dans des flacons hermétiques. , la valeur de l'humidité relative est déterminée en utilisant un thermo-hygromètre



Figure II-9: Solutions salines

Le tableau suivant regroupe les différentes solutions salines utilisées avec le taux d'humidité correspondant.

Tableau II-1 : Les solutions salines et leurs taux d'humidité relative correspondant

Solution salines	KOH	CH ₃ COOK	MgNO ₃	NaCl	KCl	KNO ₃	K ₂ SO ₄
Taux d'HR	15	25	43	65	77	84	94

IV-2. Préparation des capteurs

Dans notre étude nous avons déposé trois types de couche sensible ; kératine / Ag (0%, 1% et 5%) sur des électrodes de type spiral préalablement nettoyées dans un bain d'éthanol sous ultrason.

✓ Une masse $m=0.25g$ de kératine pure est mélangé avec une goutte d'alcool polyvinylique (PVA) puis étalé sur l'électrode pour obtenir le capteur à base de la kératine pure.

✓ Dans un verre de montre nous avons mélangé 0.25g de kératine pure avec une goutte de d'alcool polyvinylique(PVA). Dans un autre verre de montre nous avons fait dissoudre des masses appropriées (1, 5%) de nanoparticules d'argent dans une goutte d'éthanol. Les deux solutions sont ensuite mélangées puis appliquées à la surface des électrodes sous forme d'un film mince pour obtenir les capteurs à base du nanocomposite kératine/Argent.

Les capteurs sont ensuite séchés à une température de 160°C pendant une heure pour éliminer le 95% du PVA.

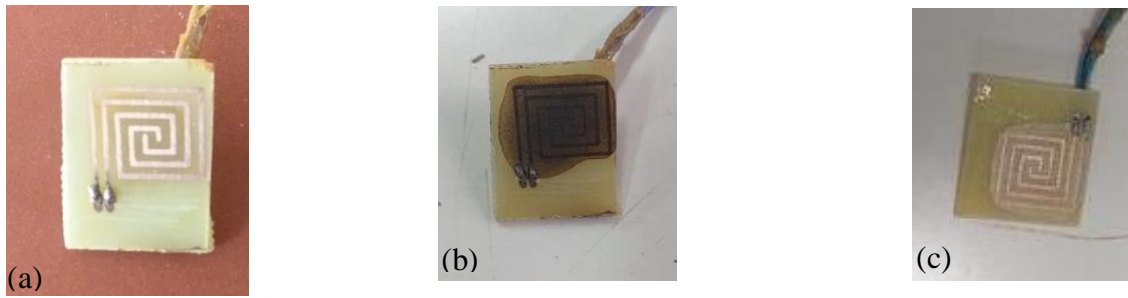


Figure II-10 :a) électrodes avant le dépôt, b) dépôt de kératine/Ag, c) dépôt de kératine pure

Les mesures des propriétés de détections d'humidité sont effectuées par l'introduction de nos capteurs dans les flacons contenant les solutions salines, puis les deux fils des structures sont branchés aux électrodes de l'impédance-mètre qui nous permettra de prélever les valeurs de l'impédance Z et de la capacité C_p en fonction du taux d'humidité.

Dans ce chapitre nous allons présenter les caractérisations morphologiques et structurales des films élaborés, ensuite nous présentons l'évaluation de la réponse des capteurs d'humidité en fonction du taux d'humidité relative. Nous réalisons aussi une étude comparative afin de connaître l'effet d'associer les nanoparticules d'argent dans la matrice kératine sur la sensibilité des capteurs d'humidité.

I- Caractérisation par microscopie électronique à balayage (MEB)

I-1. Photos MEB des Fibres de laine

Nous avons visualisé la laine par la microscopie électronique à balayage. Les clichés sont illustrés sur la Figure (III-1). Les résultats de la figure (III-1a) montrent que la laine est sous forme de fibres d'environ 20 à 25 μm de diamètre. En outre la figure (III-1b) montre la présence de fibrilles dans les zones cassées sous l'action de découpage. Un agrandissement effectué sur une zone de la figure (III-1b), révèle la présence des écailles à la surface de cuticule des fibres (figure III-1c).

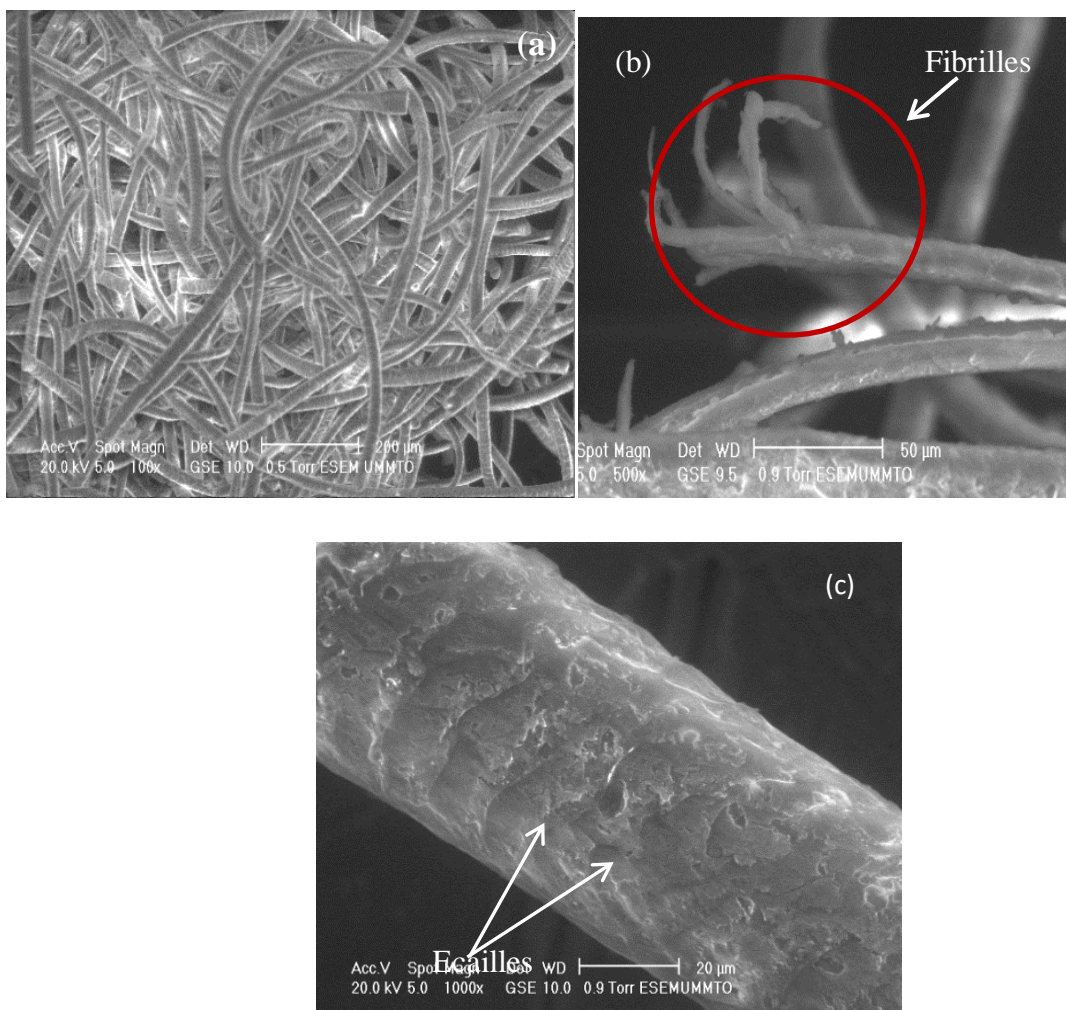


Figure III-1: Image MEB des fibres de laine découpée

I-2. Photos MEB de la kératine

La figure (III-2), regroupe les photos MEB des films de kératine après le traitement de la laine. La figure (III-2a) montre une structure aplatie des fibres de laine avec la présence des pores. En plus, on remarque que la surface ne présente pas des écailles sur la cuticule, ces dernières sont détruites par l'hydrolyse alcaline.

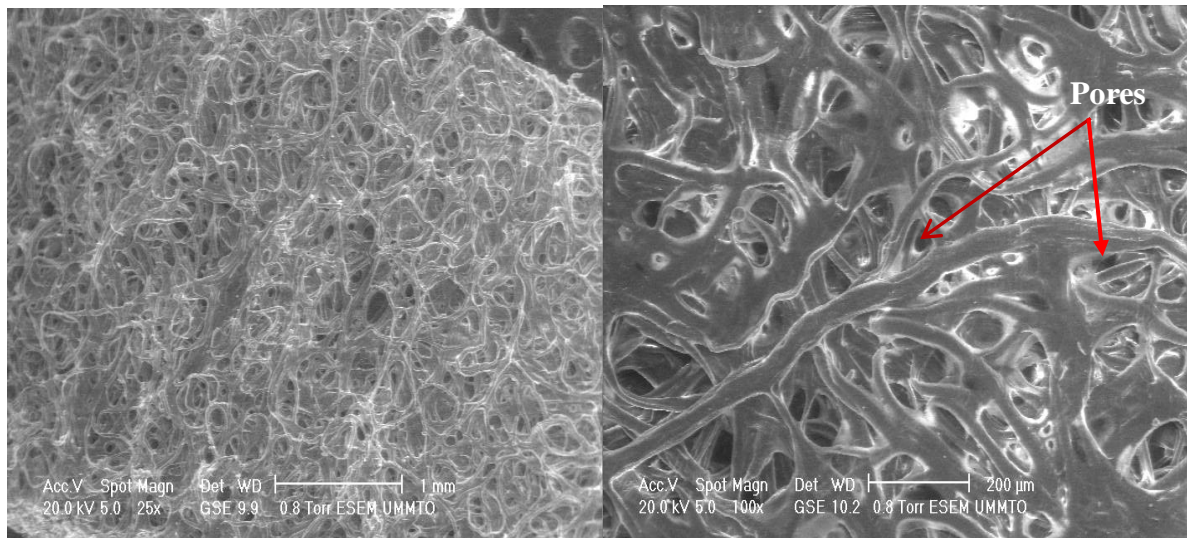


Figure III-2 : Images MEB de la morphologie de film de kératine

II- Caractérisation par spectroscopie UV-Visible

II-1. Spectre UV-Visible de la kératine

La figure (III-3) illustre le spectre d'absorption UV-Visible de la solution de la kératine qui présente clairement un pic d'absorption intense à 278 nm, correspondant à la transition ($\pi \rightarrow \pi^*$) dans la séquence d'acides aminés aromatiques (tryptophane, tyrosine et phénylalanine) [22].

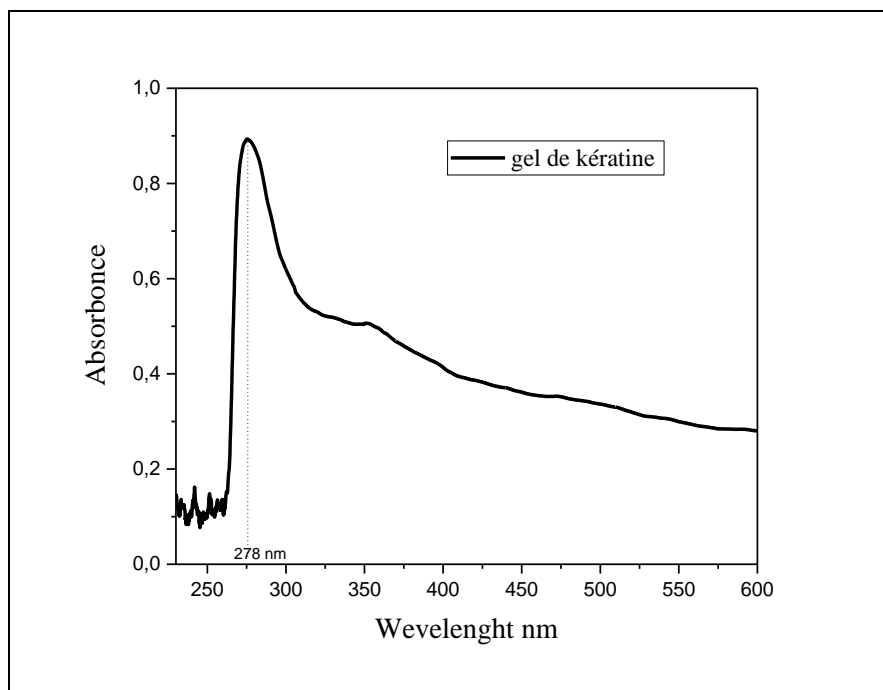


Figure (III-3): *Spectre d'absorption UV-Visible de la kératine*

II-2. Spectre UV-Visible des nanoparticules d'Argent

La figure (III-4) illustre le spectre d'absorption UV-Visible de la poudre des nanoparticules d'Ag. Il présente un pic d'absorption large et intense aux alentours de 440 nm caractéristique des nanoparticules d'argent [23,24]

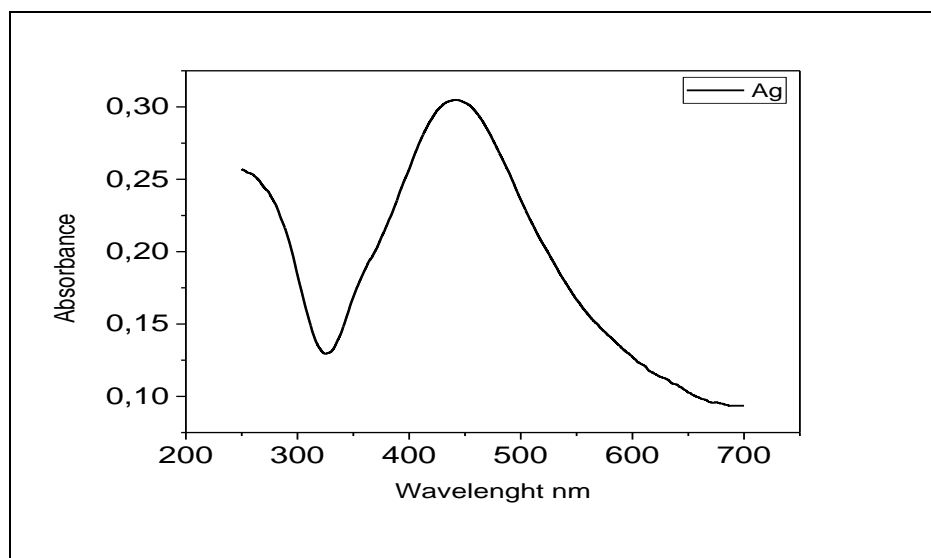


Figure (III-4) : *spectre d'absorption UV-Visible de l'Argent*

III-.Caractérisation par spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier (FTIR)

III-1. Spectre FTIR de la kératine

Le spectre FTIR de la kératine est représenté dans la figure (III-5). On observe une bande dont le maximum est situé à 1638 cm^{-1} correspondant aux vibrations d'élongation du groupement C=O. La bande enregistrée à 1542 cm^{-1} est attribuée aux vibrations de déformation de la liaison N-H. Une bande moins intense que les précédentes à été observée à 1398 cm^{-1} qui est attribuée principalement aux vibrations d'élongation de la liaison C-N. En plus, on observe une large bande placée à 3279 cm^{-1} , cette dernière est attribuée à la superposition des liaisons d'élongation O-H et N-H [25,26]

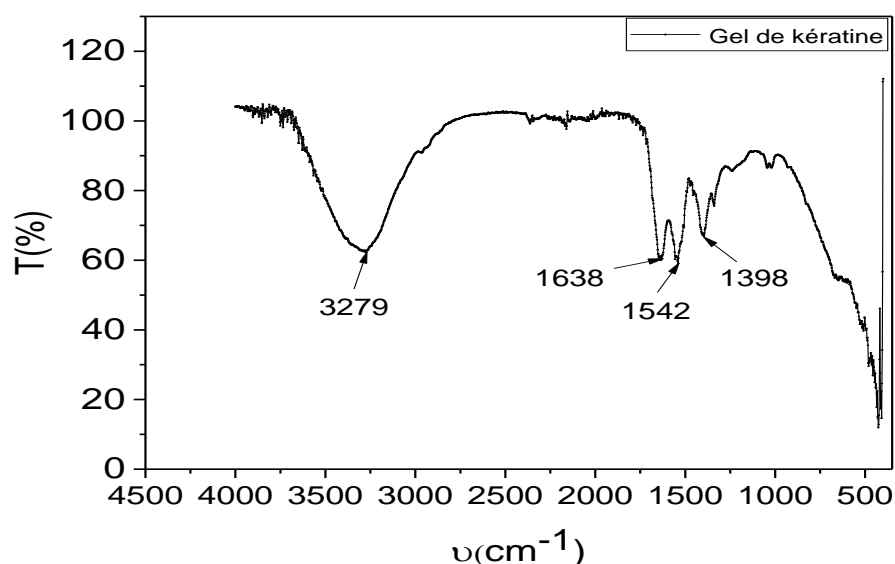


Figure III-5 : Spectre IR de l'extrait de la kératine

IV-Propriétés de détections des couches sensibles

IV-1.Variation de la capacité en fonction de l'humidité relative

Dans cette partie, on présente les résultats obtenus pour les trois types de couches sensibles déposées sur des électrodes spirales. La fréquence de fonctionnement de nos capteurs est 100 Hz .

a) Effet d'ajout des nanoparticules d'argent

La figure (III-6) illustre l'évolution de la capacité des couches sensibles en fonction du taux d'humidité relative. Elle révèle que la capacité des trois capteurs d'humidité est très faible dans la gamme d'humidité de (15 à 35%). On constate que la capacité des capteurs à base de kératine/ (1%)Ag et de kératine/(5%)Ag commence à augmenter à partir de 77% HR et 65% HR, respectivement. Tandis que, la capacité du capteur à base de la kératine pure commence à varier d'une manière significative à partir de 84% HR.

A partir de ces résultats on peut conclure que l'ajout des nanoparticules d'argent dans la matrice kératine améliore considérablement la capacité de détection de notre capteur. En plus, on voit clairement que la quantité des nanoparticules d'argent incorporée influe sur la quantité d'eau adsorbée par la couche sensible.

L'augmentation de la capacité est due à l'augmentation de nombre de molécules de vapeur d'eau adsorbées à la surfaces des couches sensibles. Ceci peut être expliqué, par *i*) le caractère conducteur de Ag qui contribue à l'augmentation de la conductivité de ce capteur en présence des molécules de la vapeur d'eau et *ii*) l'apparition des sites actifs tels que les défauts et les hétérojonctions qui peuvent être créés aux interfaces nanoparticules de kératine/Ag.[12]

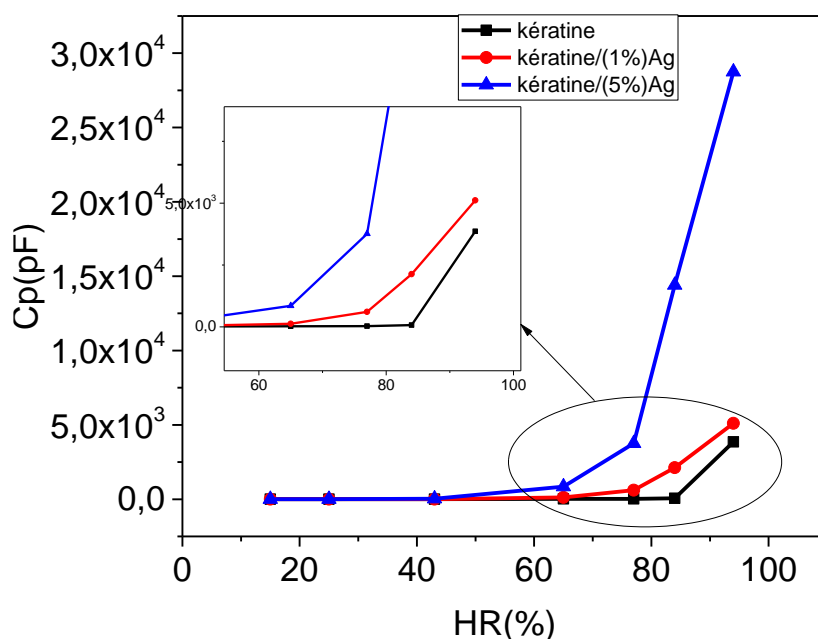


Figure III-6 : Variation de C_p en fonction de l'humidité relative des capteurs à base de la kératine pure, la kératine/xAg(1 et 5%) à 100 Hz

b) Effet de la fréquence

La figure (III-7) illustre la variation de la capacité en fonction du taux d'humidité relative à différentes fréquences des couches sensibles à base de la kératine pure (figure III-8a), kératine/(1%)Ag (figure III-7b) et kératine/(5%)Ag (figure III-7c).

Les résultats obtenus indiquent que la capacité des couches sensibles augmente avec l'humidité relative dans la gamme des basses fréquences (de 100Hz à 1KHz). Cependant pour les hautes fréquences (de 10 à 100KHz), la capacité varie faiblement avec l'humidité relative. Ce comportement est dû à la polarisation des molécules d'eau adsorbée par les couches sensibles (kératine pure, kératine/Ag) qui peuvent suivre la variation du champ électrique pour les basses valeurs de fréquence. Pour les hautes fréquences la direction du champ électrique change rapidement, par conséquent les molécules d'eau ne peuvent pas suivre cette variation [27]. Ce qui induit la diminution de la capacité des capteurs

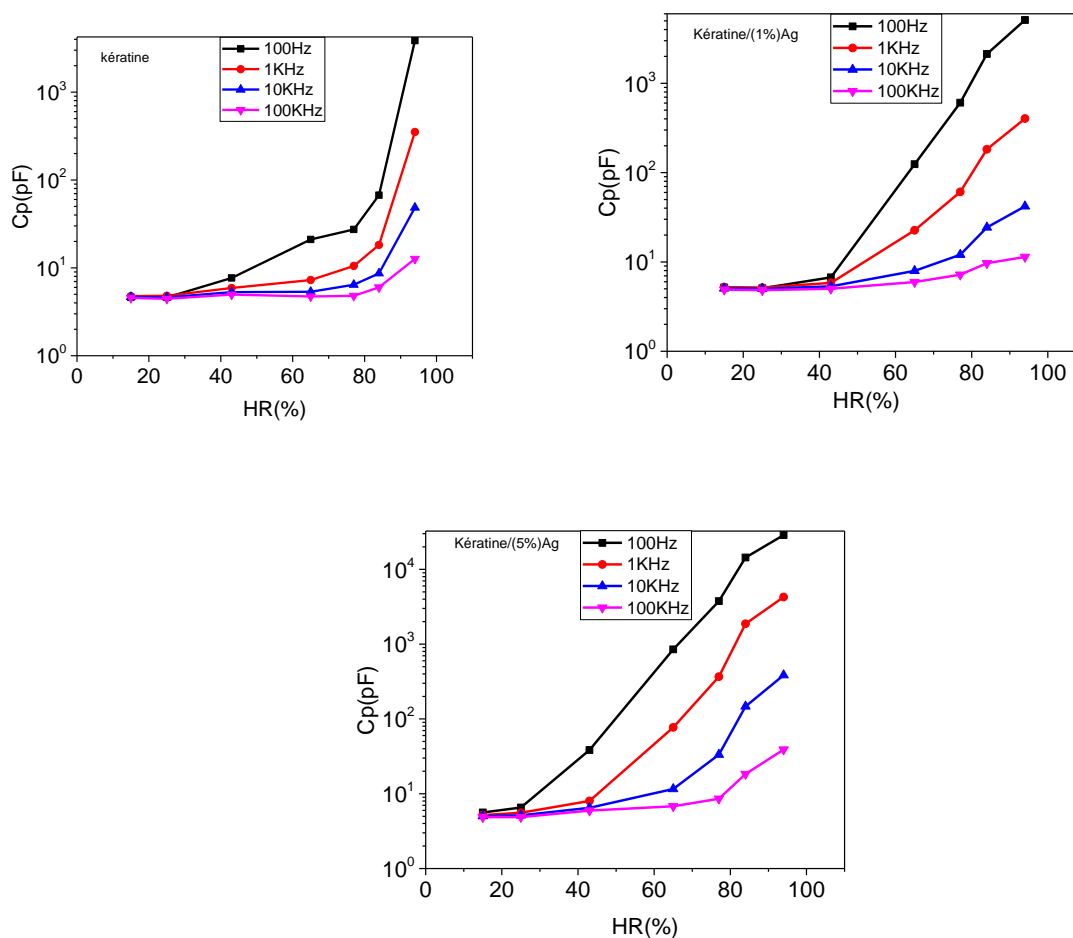


Figure III-7: Variation de C_p en fonction de $HR(\%)$ des différents capteurs à différentes fréquences (100Hz, 1, 10 et 100KHz)

IV-2. Sensibilité (S) en fonction de l'humidité relative des couches sensibles

La sensibilité du capteur dépend largement de la morphologie de la couche de détection (porosité totale et répartition de la taille des pores) et de la géométrie des électrodes. Dans ce travail, nous avons calculé la sensibilité des capteurs d'humidité en utilisant la relation suivante (équation (III-1)):

$$S = \left(\frac{C_x - C_{15}}{C_{15}} \right) * 100 \dots \dots \dots (III-1)$$

- C_x : C'est la capacité au niveau x d'humidité relative
- C_{15} : C'est la capacité au niveau d'humidité 15%

On remarque sur la figure (III-8) que la sensibilité augmente avec l'augmentation du taux d'humidité relative, cela peut s'expliquer par l'augmentation de nombre de molécules qui s'adsorbent à la surface des capteurs. Ces molécules d'eau constituent des dipôles capables de s'orienter sous l'effet d'un champ électrique[28,29]. D'autre part, on constate que la sensibilité des capteurs à base de kératine/Ag commence à 77% tandis que celle du capteur à base de kératine pure est un peu tardive (84% d'HR). Les résultats sont regroupés dans le tableau (III-1), ils montrent clairement que l'ajout des nanoparticules de Ag dans la couche sensible améliore considérablement la sensibilité de notre matrice, et que la quantité de nanoparticules de Ag incorporés influe sur la sensibilité qui augmente avec l'augmentation de pourcentage des nanocharges.

Comme déjà mentionné dans le premier chapitre, la kératine est un biopolymère hydrophile et possède une surface poreuse et rugueuse capable de piéger des molécules d'eau. Quant aux ; nanoparticules d'argent elles sont conductrices[30]. Par conséquent, leur incorporation dans la matrice kératine permet de créer un réseau conducteur, dans ce cas les nanoparticules d'argent sont considérées comme un chemin fondamental pour transporter les électrons libérés par les molécules d'eau adsorbées vers les électrodes.

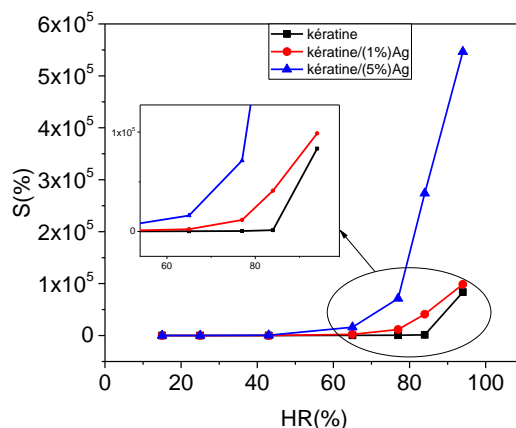


Figure III-8 : Variation de la sensibilité des capteurs à base de la kératine pure, la kératine/xAg (1 et 5%) à 100 Hz

Tableau III-1 : Valeurs de la sensibilité en fonction de l'humidité relative pour les trois biocomposites

	25	43	65	77	84	94
pure	0	66,2337662	355,844156	491,991342	1354,329	83449,7835
Kératine /1% Ag	1,83574879	29,7584541	2302,31884	11628,3092	41059,4203	98643,9614
Kératine /5% Ag	16,3701068	583,274021	15034,3416	66803,9146	256305,694	511465,836

IV-3. Cycles d'hystérésis des capteurs

L'hystérésis d'humidité est une caractéristique importante utilisée pour déterminer la stabilité et la fiabilité d'un capteur d'humidité. Ce phénomène est lié à la condensation capillaire des molécules d'eau dans le film poreux. Dans notre expérience, la propriété d'hystérésis a été testée en augmentant le taux d'humidité de 15% à 94% HR (mode adsorption) puis en diminuant de 94% à 15% HR (mode désorption). Nous avons calculé l'hystérésis maximale pour chaque capteur à l'aide de l'équation (III-2) :

$$E(\%) = \frac{C_D - C_A}{S} * 100 \quad (\text{III-2})$$

Où C_D et C_A sont les valeurs des capacités mesurées dans le processus d'adsorption et de désorption à l'HR, où l'écart le plus important est observé, S c'est la sensibilité [31].

La figure (III-9) présente l'évolution de la capacité en fonction du taux de HR pour les trois types de couches sensibles en mode adsorption et désorption. Les résultats montrent que le capteur d'humidité à base de la matrice kératine montre une hystérésis d'environ 3.92% et celle du capteur à base de kératine/(1%)Ag est de 2.26%. Tandis que le capteur à base de

kératine/(5%)Ag présente une valeur d'hystérésis de 1.36%. On remarque que la matrice kératine possède une grande valeur d'hystérésis en comparant avec les films biocomposite (kératine/Ag). Ces résultats peuvent s'expliquer par le fait que les molécules d'eau adsorbées dans les pores de matrice kératine lors du processus d'adsorption trouvent des difficultés pour se libérer complètement lors du processus de désorption. L'incorporation des nanoparticules d'argent dans la matrice permet de diminuer la valeur de l'hystérésis. Et de plus, l'ajout de (5%)Ag à la matrice kératine améliore d'avantage l'hystérésis. Ceci est probablement dû au fait que les nanoparticules d'Ag pénètrent dans les pores de la matrice, par conséquent, les molécules d'eau sont adsorbées sur les sites hydrophiles de la matrice et à l'interface (kératine/ nanoparticules d'argent) qui se libèrent facilement lors du processus de désorption.

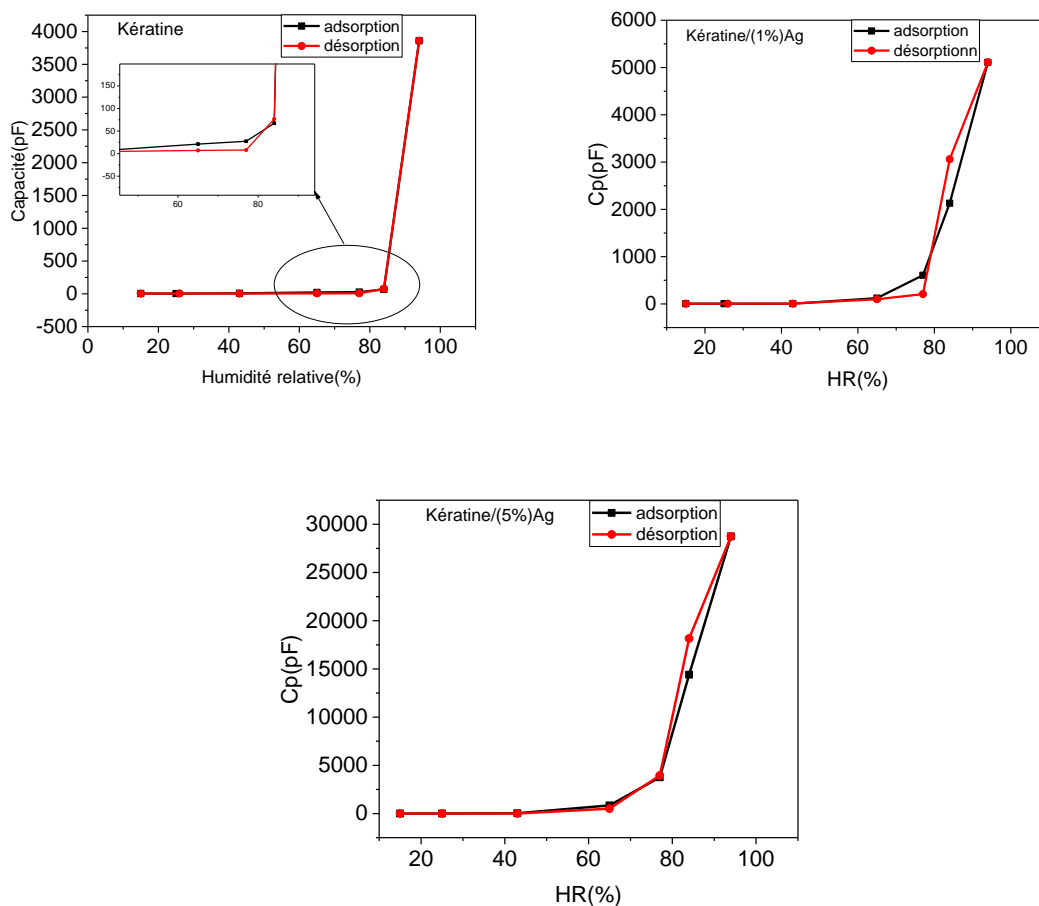


Figure III-9 : Cycles d'hystérésis des différents capteurs à 100Hz.

IV-4. Spectre d'impédance complexe (SIC)

Pour comprendre le mécanisme de détection de nos capteurs d'humidité, des spectres d'impédance complexes (SCI) ont été tracés à différents niveaux d'humidité relative à différentes valeurs de fréquences (de 100 Hz à 1 MHz).

➤ *Spectre de la kératine*

La figure (III-11) présente les spectres d'impédance complexe du capteur d'humidité à base de la kératine. On remarque que la forme de la courbe des spectres d'impédances complexes est très différente selon le taux d'humidité relative (HR). Cela suggère différents mécanismes d'adsorption d'eau liés à la conductivité électrique et la polarisation qui se produisent dans la couche active.

Pour faible valeur d'humidité (<43 %), il apparaît clairement que les spectres présentent un arc avec un grand rayon de courbure. Ceci peut être expliqué par le fait que les molécules d'eau s'adsorbent chimiquement sur les sites hydrophiles de la couche sensible pour former un film discontinu, en effet, les protons H^+ ne peuvent pas se déplacer entre les molécules d'eau, donc la conduction protonique est difficile.

Lorsque l'humidité relative augmente jusqu'à 65%, le demi-cercle est visible et son rayon diminue avec l'augmentation d'HR. Dans ce cas on a beaucoup de molécules d'eau adsorbées à la surface, et la conduction ionique contribue dans le processus de transfert de charge, avec l'augmentation de l'humidité la conduction ionique augmente et l'impédance intrinsèque diminue. Les couches d'eau physisorbées (figure III-10) présentent progressivement un comportement semblable à celui d'un liquide, il se produit un saut de protons entre les molécules d'eau adjacentes, avec un transport de charge par une réaction en chaîne dite de Grotthuss (figure (III-10)), et la conduction ionique devient prédominante.

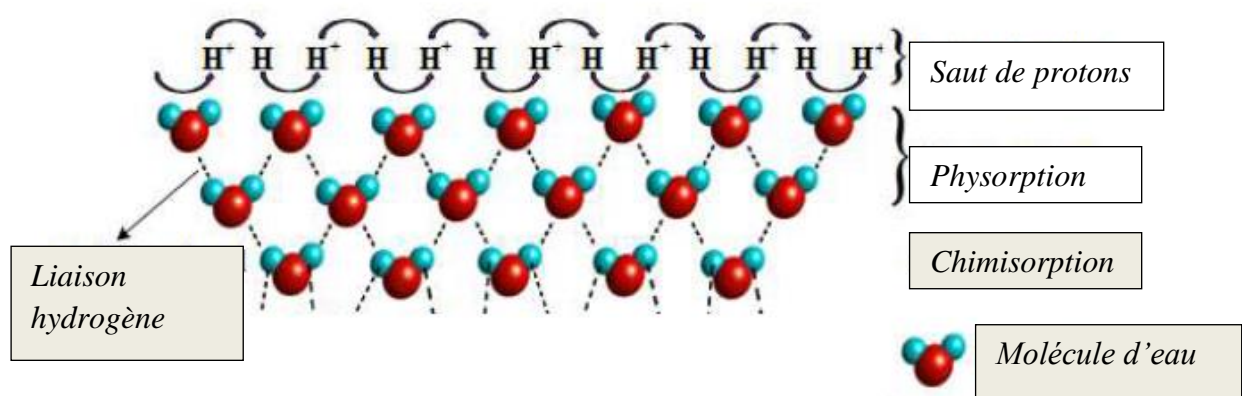


Figure III-10: Illustration schématique des couches de molécules d'eau adsorbées à la surface du capteur et la réaction en chaîne de Grotthuss.

Lorsque l'humidité relative est supérieure à 84%, on observe la formation d'une ligne droite derrière le demi-cercle aux basses fréquences, ce phénomène représente l'impédance de

Warburg[32,33], qui est attribué au processus de diffusion des ions à l'interface matériau de détection/électrodes.

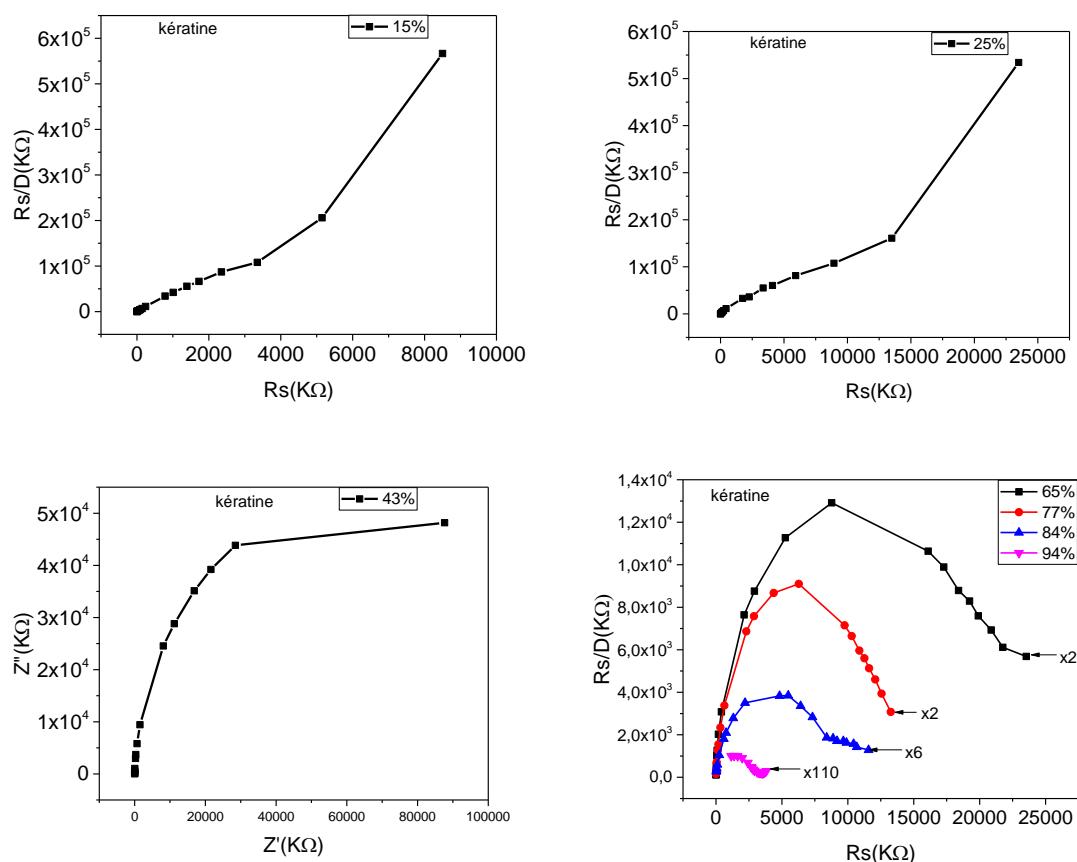


Figure III-11: Diagramme de Nyquist de la kératine pure

➤ Spectre du biocomposite kératine/Ag

Les figures (III-12) et (III-13) illustrent les diagrammes de Nyquist des biocomposites à base de kératine/(1%)Ag et kératine/(5%)Ag, respectivement à différent taux d'humidité relative.

On remarque que le capteur à base de kératine/(1%)Ag présente des spectres d'impédance sous forme d'arc pour les basses valeurs d'humidité semblables aux spectres d'impédance du capteur d'humidité à base de kératine. Le demi-cercle se forme complètement à 43% d'HR dans le spectre du capteur à base de kératine/(5%)Ag, tandis que dans le du capteur à base de kératine/(1%) Ag, il est observable à 65% d'HR. On remarque également que le rayon du demi cercle diminue quand RH et la quantité de d'Ag augmente avec formation de la ligne droite aux basse fréquences, peut conclure alors que l'incorporation des

nanoparticules d'argent dans la matrice accélère le phénomène d'adsorption des molécules d'eau.

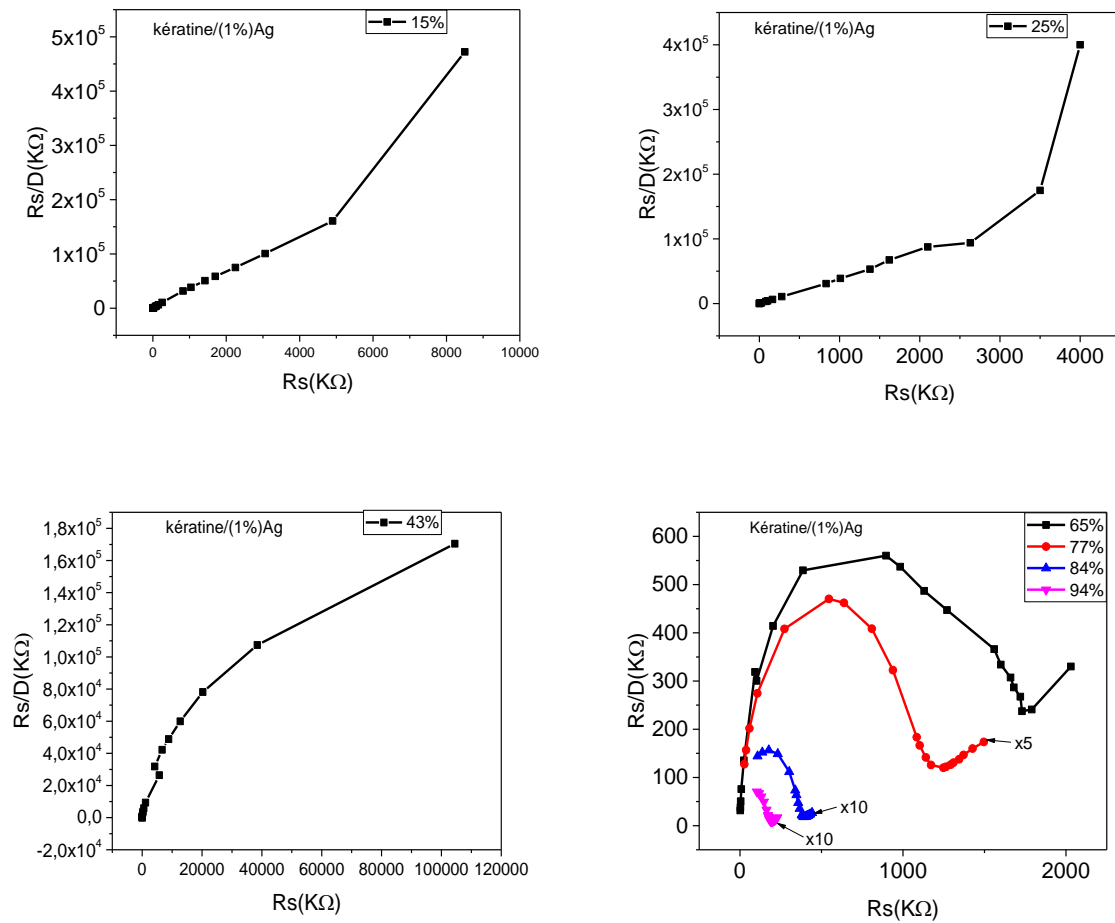
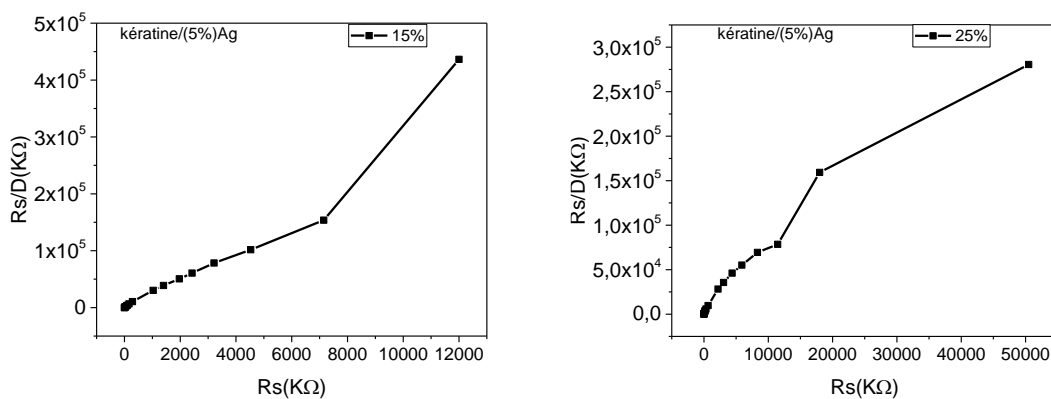


Figure III-12: Diagramme de Nyquist du biocomposites kératine/(1%)Ag.



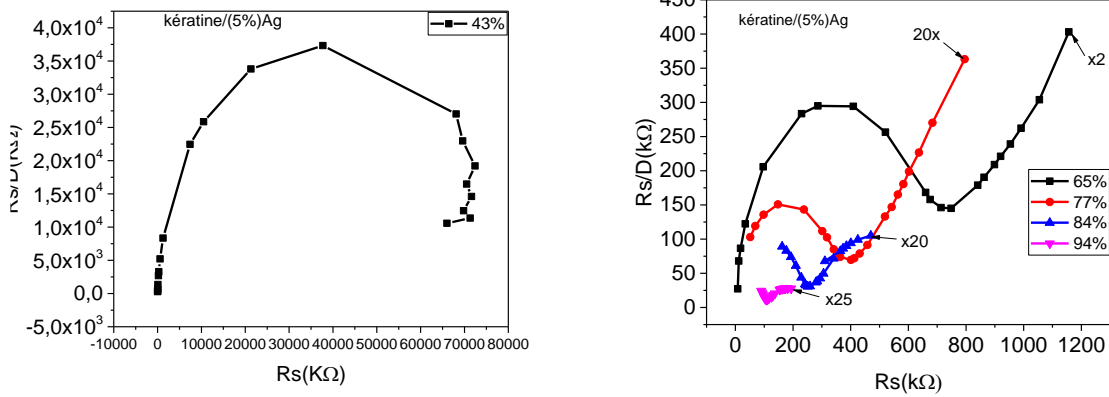


Figure III-13 : Diagramme de Nyquist du biocomposite kératine/(5%)Ag

Les circuits équivalents

Pour les basses valeurs d’humidité les spectres d’impédances complexes montrent un demi- cercle qui peut être modélisée par un condensateur (C) connectés en parallèle avec la résistance (R) (figure III-14a). Tandis qu’aux hautes valeurs d’humidité, en plus de demi cercle, le spectre d’impédance montre l’apparition d’une ligne droite aux basse fréquences, donc l’impédance de Warburg a été ajouté au système équivalent précédent (figure III-14b)[34].

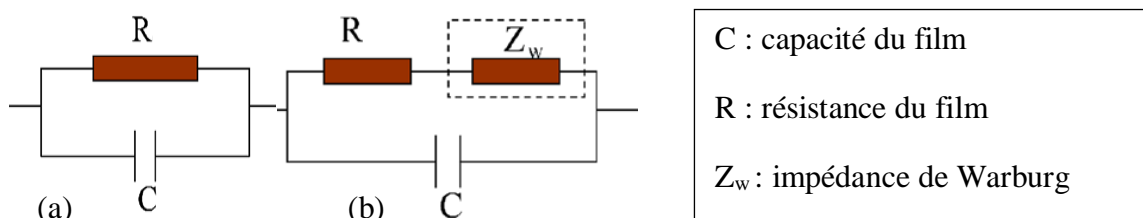


Figure III.14 : Circuits équivalents des films sensibles, a) le circuit équivalent à basse valeurs d’humidité relative, b) le circuit équivalent pour les hautes valeurs d’humidité, Z_w (impédance d’interface entre le film sensible et les électrodes).

Dans ce travail nous avons procédé à l'extraction de la kératine à partir de la laine du mouton par la méthode d'hydrolyse alcaline, ainsi qu'à la biosynthèse des nanoparticules d'argent à partir de l'extrait du romarin. Les matériaux ainsi synthétisés ont été utilisés dans la réalisation des capteurs d'humidité, donc une partie de ce travail a été consacrée à l'étude des propriétés de détection de ces derniers.

Le travail a été effectué en deux parties :

Au cours de la première partie de ce travail, nous avons procédé à la caractérisation par la microscopie électronique à balayage (MEB) des fibres de la laine et la kératine extraite après l'hydrolyse alcaline, les nanoparticules d'argent et le gel de kératine ont été également caractérisés par la spectrophotométrie UV-visible et la spectroscopie infrarouge (FTIR).

Il ressort des analyses MEB que le film de kératine obtenu présente une surface poreuse produite par aplatissement des fibrilles issues de la réaction d'hydrolyse de la laine. Les résultats des caractérisations FTIR et UV-Visible ont montré que le traitement alcalin utilisé n'a pas dégradé ni la séquence d'acides aminés aromatiques ni le squelette carboné du polypeptide et la structure secondaire (amide I, amide II, et amide III) qui caractérise les protéines.

Les résultats des analyses UV-Visible, ont confirmés la formation de nanoparticules d'argent par l'apparition d'un pic d'adsorption à 278 nm caractéristique de la transition ($\pi \rightarrow \pi^*$) dans la séquence d'acides aminés aromatiques (tryptophane, tyrosine et phénylalanine). Tandis que le spectre relatif aux nanoparticules d'argent a révélé la présence d'un pic aux alentours de 440 nm caractéristique de ces dernières.

La caractérisation par la spectroscopie FTIR de la kératine a montré la présence de plusieurs bandes d'absorptions caractéristiques. On a remarqué l'apparition de bandes aux environs de 1638 cm^{-1} de 1542 cm^{-1} , 1398 cm^{-1} et 3279 cm^{-1} attribuées aux vibrations d'élongation du groupement C=O, aux vibrations de déformation de la liaison N-H, aux vibrations d'élongation de la liaison C-N et à la superposition des liaisons d'élongation O-H et N-H, respectivement.

Dans la deuxième partie nous avons étudié le comportement diélectrique des deux poudres kératine et le biocomposite kératine/Ag vis-à-vis de l'humidité. Pour cela, des couches minces de ces poudres ont été déposées sur des électrodes de type spirales, les mesures de capacité ont été effectuées à des taux d'humidité relative allant de 15 à 94% sous différentes valeurs de fréquence (100 Hz et 1 MHz).

L'étude de l'effet de l'ajout de nanoparticules d'argent (1% et 5%) dans la matrice kératine a montré que les valeurs de capacité du capteur à base du composite kératine/Ag (1%) et kératine/Ag (5%)

augmentent d'une façon significative quand l'humidité relative atteint un taux de 56% et 65%, respectivement. Tandis que celles du capteur à base de kératine pure ce n'est qu'à 77 % d'humidité qu'elles commencent à augmenter. Mais aussi on a constaté que l'augmentation des valeurs de la capacité du capteur à base du composite kératine/Ag (5%) est plus importante par rapport au capteur à base du composite kératine/Ag (1%). Ce qui indique que l'ajout des nanoparticules d'Ag a amélioré les propriétés de détection d'humidité de la kératine.

Les résultats expérimentaux pour tous les capteurs d'humidité élaborés ont indiqué que la capacité augmente avec l'augmentation du taux d'humidité relative dans la zone des basses fréquences (en particulier). Cependant, pour les hautes fréquences (en particulier $f = 10^5$ Hz et 10^6 Hz), la capacité varie faiblement avec l'humidité relative.

En terme de sensibilité, l'incorporation des nanoparticules d'argent a amélioré la sensibilité de nos capteurs. Elle passe de (83449.7835%) pour le capteur d'humidité à base de kératine pure à (98643.9614%) pour le capteur à base de kératine/Ag(1%) pour atteindre (511465.836%) lorsque l'on ajoute 5% d'Ag.

Nous avons constaté également que les courbes d'adsorption et de désorption ont la même allure avec un faible taux d'hystérésis pour les l'ensemble des capteurs (2.26 % et 1.36 % kératine/Ag (1%) et kératine/Ag (5%), respectivement). Il a été noté que la présence des nanoparticules d'Ag a réduit la valeur d'hystérésis, ce qui a été attribué à la pénétration de ces dernières dans les pores présents dans le film de kératine.

L'impédance électrique complexe (SIC) des capteurs a été mesurée à différents niveaux d'humidité relative sous différentes fréquences. Pour le capteur à base de la kératine pure, aux basses valeurs d'humidité (15%-43%) nous avons enregistré l'apparition d'un arc de très grand rayon de courbure, ceci a été attribué à la formation d'une première couche discontinue des molécules d'eau chimisorbées à la surface, ceci nous a permis de déduire que l'impédance mesurée correspond à l'impédance intrinsèque du film de détection. Tandis, qu'aux hautes valeurs d'humidité (65% -84%) on a observé l'apparition d'un demi-cercle complet, ce qui a été expliqué par l'augmentation de nombre de molécules d'eau adsorbées à la surface. Nous avons supposé alors que dans cet intervalle d'humidité relative la conduction ionique est le mécanisme prédominant. Cependant, lorsque l'humidité relative augmente (84%), une ligne droite a été observée aux basses fréquences. Ce phénomène représente le comportement de Warburg, qui a été attribué au processus de diffusion des ions à l'interface matériau de détection/électrodes.

Pour le capteur à base de kératine/Ag nous avons constaté l'apparition de demi-cercle et la droite de Warburg à des taux d'humidité plus bas par rapport la kératine pure, ce qui a été attribué à une adsorption plus accentuée des molécule d'eau à la surface ainsi qu'au caractère conducteur d'Ag.

D'après les résultats de cette étude, on peut conclure que l'incorporation des nanoparticules d'argent dans la matrice kératine permet de développer un nouveau biocomposite fonctionnel ayant une excellence sensibilité à l'humidité relative.

- [1] H. HAMOUCHE, « Etude et caractérisation des fibres kératiniques obtenues par hydrolyse alcaline de la laine du mouton », *Journal of Materials, Processes and Environment*, 4 (1), 16-20,(2016)
- [2] H. HAMOUCHE, S.MAKHLOUF, A.CHAOUCHI, M.LAGHEROUCHE. « Humidity sensor based on keratin bio polymer film», *Sensors and Actuators A: Physical*, 282, 132-141, (2018).
- [3] C. BOUKAOUS, «Etude et caractérisation des nanomatériaux à base d'oxyde métallique "ZnO" pour l'analyse d'humidité », Thèse de Doctorat Université de Constantine I, (2014).
- [4] H. HAMOUCHE, «Caractérisation des fibres kératinique en vue de leurs utilisation comme capteur d'humidité », Mémoire de Magister Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou, (2012).
- [5] S.GHANEM, « Elaboration et caractérisation des matériaux en couches mince d'oxyde de Zinc pour application capteurs », Thèse de Doctorat Université de Constantine(2019).
- [6]S.NADO, M.DUQUENNOY,C.COURTOIS, M.OUAFTOUH , M.RGUITI, N.SMAGIN ,F.RIVARTI, M. GONON,G.MATRIC ,C.PELGRIS,F.JENOT, « Development of ultrasonic surface acoustic wave humidity sensors », *Journal Instrumentation Measurement Metrology*, 19, 205-210,(2020).
- [7] A. Rivadeneyra, J. Fernández-Salmerón, M.Agudo-Acemel, J. A. López-Villanueva, L. F. Capitan-Vallvey, A. J. Palma« Printed electrodes structures as capacitive humidity sensors: A comparison»,*Sensors and Actuators A: Physical*, 244, 56-65, (2016).
- [8] K. YOUNDEUK, J. BONGBU, L. HUNKEE, H. Park, «Capacitive humidity sensor design based on anodic aluminum oxide», *Sensors and Actuators B: Chemical*, 141 (2), 441-446, ,(2009).
- [9] A. KAFY,A.AKATHER, M.I.SHISHIR, H.CKIM, Y.YUN, J. KIM,«Cellulose nanocrystal/graphene oxide composite film as humidity sensor», *Sensors and Actuators A: Physical*,247, 221-226, (2016).
- [10] B.YADAV, R. KUMAR, S.CHAUDHURI,P. PRAMANIK, «Electrical behaviour of chitosan-silver nanocomposite in presence of water vapour»,*Journal of Water and Environmental Nanotechnology*, 2(2), 71-79, (2017).
- [11] B.BARKATI « Contribution à l'étude de la réponse du capteur d'humidité », Mémoire de master Université Mohammed Boudiaf,(2016).
- [12] H. HAMMOUCHE « Conception et réalisation d'un capteur d'humidité à base des polymères hygroscopiques », Thèse de Doctorat Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou (2019).
- [13] N. GUERMAT «Elaboration des couches minces sensibles à la présence de vapeur d'eau par polymérisation plasma», thèse de Doctorat Université Mentouri de Constantine (2011).
- [14] S. KHEDACHE « Elaboration et caractérisation thermo-mécanique d'un mortier renforcé par des Fibres animales », Mémoire de Master Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou (2011).
- [15] A. SHAVANDI, A. CARNE, A. ADNAN BEKHIT, A.ALAA EL-DIN, «An improved method for solubilisation of wool keratin using peracetic acid». *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 5(2), 1977-1984, (2017).
- [16] M. Beledjilali , A. Zenasni « biosynthèse et application des nanoparticules d'Argent », Mémoire de Master Université Belhadj Bouchaib Ain Témouchent , (2017)

- [17] S. K. Srikar, D. D. Giri, D.B. Pal, P.K. Mishra, S.N. Upadhyay, « Green synthesis of silver Nanoparticules :A review », *Green and sustainable Chemistry*, 06(01), 34-56, (2016).
- [18] A. SIOT « Elaboration et caractérisation des polyméresnanochargé », Thèse de Doctorat école IMT Mines Alès France (2018).
- [19] S. CHAOUI « Elaboration et caractérisation de nanocomposite à matrice polymère : Approche expérimentale », Thèse de doctorat Université Ferhat ABBAS Sétif 2016
- [20] M. J. CARDAMONE, A. NUÑEZ, A. R. GARCIA, M. ALDEMA-RAMOS, « Characterizing Wool Keratin » *Fats, Oils, and Animal Coproducts Research Unit, WoolResearch, USDA ARS Eastern Regional Research Center*, doi:10.1155/2009/147175, (2009).
- [21] A. PATRUCCO, M. ZACCOLA, R. CONSONNI, C. TONIN, « Wool cortical cell-based porous films », *Textile Research Journal* 83 (15), 1563-1573, (2013).
- [22] D. WANG, C. TANG « Dissolution of wool in the choline chloride/oxalic acid deep eutectic solvent » *Materials Letters* , 231, 217-220, (2018).
- [23] M. GHAEDI, M. YOUSEFINJAD, M. SAFAROOR, H. ZARE KHFRI, M. K. PURKAIT, « Rosmarinus officinalis leaf extract mediated green synthesis of silver nanoparticles and investigation of its antimicrobial proprieties », *Journal of Industrial and Engineering chemistry*, 31, 167-172, (2015).
- [24] F. ALY FARGHALI, N. ALLAM NAFADY, « Green synthesis of silver nanoparticles using leaf extract of rosmarinus officinalis and its effect on tomato and wheat plants », *Journal of agricultural science*, 7 (11), DOI: 10.5539/jas.v7n11p277, (2015).
- [25] P. STARON, M. BANACH, Z. KOWALSKI, « keratin, origins, properties, application » *Institute of Inorganic Chemistry and Technology, Cracow University of Technology, Cracow, Chemik*, 65 (10), 1019-1026, (2011).
- [26] S. HAMASAKI, A. TACHIBANA, D. TAD, K. YAMOUCI, T. TANAB, « Fabrication of highly porous keratin sponges by freeze-drying in the presence of calcium alginate beads » *Materials Science and Engineering*, C28, 1250-1254, (2008).
- [27] Bi. HENGCHANG, K. YIN, X. XIE, J. JI, S. WAN, L. SUN, « Ultrahigh humidity sensitivity of graphene oxide », *Sci. Rep.*, 3, 2714, (2013).
- [28] A. TRIATHY, S. PRAMANIK, A. MANNA, S. BHUYAN, N. F. A. SHAH, Z. RADZI, N. A. A. OSMAN, « Design and Development for capacitive humidity sensor applications of lead-free Ca, Mg, Fe, Ti-Oxides based electro ceramic with improved sensing properties via physisorption », *Sensors* , 1135, (2016).
- [29] M. V. Fuke, P. Kanitkar, M. Kulkarni, B. B. Kale, R. C. Aiyer, « Effect of particle size variation of Ag nanoparticles in Polyaniline composite on humidity sensing », *Talanta*, 81(1-2), 320-326, (2010)
- [30] T. THIAWONG, T. ONLAOR, K. TUNHOO, « A humidity sensor based on silver nanoparticles thin film prepared by electrostatic spray deposition process », *Advances in Materials Science and Engineering*, doi.org/10.1155/2013/640428, (2013).

- [31] R. DOUANI, N.LAMRANI, M.OGHANEM, M.SAIDI, Y.GUHEL, A.CHAOUCHI, B.BOUDART, « Improvement of humidity sensing performance of BiFeO₃nanoparticules based sensor by addition of carbon fibers» *Sensors and Actuators A:Physical*, 307,111981, (2020).
- [32] Y. XINGLIN, C. XIANGDONG, D.XING,« High-sensitivity and low-hysteresis humidity sensor based on hydrothermally reduced graphene oxide/nanodiamond», *Sensors and Actuators B: Chemical*, 283, 761-768,(2019).
- [33] T. YANG, Y.Z.YU, L.S.ZHU, X.WU, X.H. WANG,J.ZHANG« Fabrication of silver interdigitate electrodes on polyimide films via surface modification and ion-exchange technique and its flexible humidity sensor application»,*Sens. Actuators B, Chem.*, 208, 327-333, (2015).
- [34] W. Genga, Q. Yuanb, X. Jiangc, J. Tud, L. Duana, J. Gua, Q.Zhanga, «Humidity sensing mechanism of mesoporousMgO/KCl–SiO composites analyzed by complex impedance spectra and bode diagrams»,*Sensors and Actuators B*, 174, 513-520,(2012).

Résumé

Ce travail a été consacré à l'étude des propriétés structurales, morphologiques et électriques des biocomposites kératine/Ag. La kératine a été extraite à partir de laine du mouton par la méthode d'hydrolyse alcaline et les nanoparticules d'Argent ont été synthétisées en utilisant l'extrait du romarin.

Les résultats de l'analyse MEB du gel de kératine, ont montré une surface lisse et poreuse avec apparition des cristaux dans la partie interne des micro-fibrilles. Les résultats de la spectroscopie UV-Visible ont confirmé la formation des nanoparticules d'argent, par la présence d'une bande intense au environs de 427 nm et une bande à 278 nm correspondant à l'absorption de la séquence d'acides aminés aromatiques de la kératine. La spectroscopie infrarouge a montré des bandes à 3279, 1638, 1542 et 1398 cm^{-1} correspondant au vibrations de l'amide I, C=O de l'amide I, vibration de la liaison N-H et la vibration de la liaison C=O de l'amide III, respectivement. La caractérisation par spectroscopie d'impédance des biocomposites kératine/Ag, déposées en couches minces sur des structures spirales, ont montré une sensibilité à la présence des molécules de vapeur d'eau, qui se traduit par l'augmentation des valeurs de la capacité (C_p) en fonction du taux d'humidité relative, et les courbes de sensibilité en fonction de RH%, ont montrés que l'ajout nanoparticules d'Argent améliore les propriétés de détection de l'humidité de la kératine, par conséquent le biocomposite kératine/Ag est un candidat prometteur comme capteur d'humidité.

Mots clés : *kératine, nanoparticules d'Argent, biocomposite, hydrolyse alcaline, biosynthèse, spectroscopie d'impédance, capteurs d'humidité.*