

N° d'ordre :

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

-----  
UNIVERSITE MOULOUD MAMMERI DE TIZI-OUZOU

Faculté des Sciences  
Département de Chimie



*Domaine :* **Science de la matière**  
*Filière :* **Chimie**  
*Spécialité :* **Chimie Physique**

## Mémoire de Master

*Thème*

**Elaboration et caractérisation d'un capteur de gaz d'éthanol à  
base d'un biocomposite kératine/fibres de carbone  
fonctionnalisées.**

*Présenté par :*

**AIT MENGUELLET Ibtissem**  
**TABANI Kenza**

*Soutenu publiquement, le* 25 / 07 / 2021, *devant le Jury composé de :*

**CHAOUCHI Ahcène**  
**SAIDI Malika**  
**DOUANI Rachida**  
**HAMMOUCHE Hayat**

**Professeur**  
**MCA**  
**MCB**  
**Docteur**

**UMMTO** **Président**  
**UMMTO** **Examinatrice**  
**UMMTO** **Promotrice**  
**UMMTO** **Co-promotrice**

Session 2020 / 2021

## *Remerciements*

Ce travail a été réalisé au laboratoire de chimie appliquée et génie chimique (LCAGC) de l'université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou.

Nos remerciements s'adressent à M<sup>r</sup>. CHAOUCHI Ahcène pour nous avoir accueillies au sein de son laboratoire (LCAGC) et d'avoir bien voulu présider le jury de notre soutenance de ce mémoire de fin d'étude.

Nos remerciements vont à notre promotrice, M<sup>me</sup> Douani Rachida, pour avoir accepté de diriger ce travail. Ses compétences, ses conseils et ses orientations nous ont été d'une aide inestimable.

Nous remercions également notre Co-promotrice, M<sup>me</sup> HAMMOUCHE Hayat, pour son soutien et ses remarques pertinentes à chaque fois que nous la sollicitons.

Nous tenons aussi à remercier M<sup>me</sup> SAIDI Malika qui a accepté d'examiner notre travail.

Pour terminer, nous tenons à remercier tous les membres de l'équipe de recherche du laboratoire de chimie appliquée et génie chimique (LCAGC), nous saluons tout particulièrement OUGHANEM Mhand pour toute l'aide qu'il nous a apporté, comme nous remercions toutes celles et ceux ayant participé de loin ou de près à la réalisation de notre mémoire de fin d'étude.

## *Dédicaces*

Je dédie ce modeste travail à :

A ma grande mère, qui a toujours souhaité ma réussite.

A mes chers parents, pour l'amour qu'ils m'ont toujours donné, leurs encouragements et toute l'aide qu'ils m'ont apportée durant mes études.

A mes chères sœurs : Kahina, Faiza et Souhila, leurs maris et leurs enfants, qui ont toujours été la source de joie et de bonheur.

A ma sœur Nadia, mon exemple, qui n'a jamais cessé de m'encourager et de me prodiguer des conseils.

A tous mes amis.

A Kenza, chère amie avant d'être binôme.

A toute ma famille pour leurs encouragements permanents, et leur soutien moral.

A la mémoire de mon oncle Nordine disparu trop tôt, que son âme repose en paix.

**IBTISSEM**

## *Dédicaces*

*C'est avec une immense joie que je vais dédier ce modeste travail*

*A mes chers parents qui m'ont apporté toutes les facilitations et les encouragements nécessaires pour faire ce parcours scolaire dans de bonnes conditions.*

*A ma sœur cadette, Lina et à mon petit frère, Yanis qui ont été mes sources de joie et de bonheur intarissables.*

*A tous mes amis*

*A ma chère copine et binôme Ibtissem avec laquelle j'ai partagé les moments de travail et de joie.*

**KENZA**

## Liste des figures

<b>Figure I-1:</b> Schéma des structures de la kératine en hélice ( $\alpha$ ) et en feuille bêta ( $\beta$ ) [10].	6
<b>Figure I-2 :</b> Sections longitudinale et en coupe d'une fibre de laine Merinos [9].	7
<b>Figure I-3 :</b> Schéma représentant la structure d'une fibre de laine et ses différents constituants à différentes échelles [9].	8
<b>Figure I-4:</b> Images MEB : Fibre ex-brai (a). Fibre ex-PAN (b). Fibre ex-Cellulose (c) [13,14].	9
<b>Figure I-5 :</b> Structure cristallographique du graphite [17].	10
<b>Figure I-6 :</b> Schéma de traitement de surface des fibres de carbone par l'acide [19].	11
<b>Figure I-7 :</b> Schéma illustratif du principe d'un capteur [21].	12
<b>Figure I-8:</b> Exemples de géométries d'électrode : (a) et (b) parallèles, (c) spirale rectangulaire, (d) interdigitée [24,2].	13
<b>Figure I-9 :</b> Temps de réponse et de recouvrement typique d'un capteur de gaz [24].	15
<b>Figure I-10 :</b> Principe de la physisorption d'une molécule sur une surface [25].	16
<b>Figure I-11 :</b> Principe de la chimisorption d'une molécule sur une surface [25].	16
<b>Figure II-1 :</b> Laine du mouton.	19
<b>Figure II-2:</b> Présentation schématique de la réaction d'hydrolyse alcaline des ponts de cystines.	19
<b>Figure II-3:</b> Etapes de l'extraction de la laine : a) solution de NaOH b) solution de NaOH contenant la laine c) lavage et filtration de gel de kératine d) gel de kératine.	20
<b>Figure II-4 :</b> Etapes de la fonctionnalisation des fibres de carbone.	20
<b>Figure II-5 :</b> Photographie de l'impédance-mètre.	21
<b>Figure II-6 :</b> Microscopie Electronique à Balayage de type Philips ESEM XL.	22
<b>Figure II-7:</b> Spectromètre Infrarouge à Transformée de Fourier de type IRAffinity-1S.	23
<b>Figure II-8 :</b> Spectromètre UV-1601 SHIMADZU.	24
<b>Figure II-9:</b> Conception de l'électrode.	24
<b>Figure II-10:</b> Photographie des capteurs à base de :a) kératine, b) kératine/ fibres de carbone.	25
<b>Figure II-11 :</b> Représentation schématique du dispositif de détection gaz.	26
<b>Figure III-1 :</b> Images MEB des fibres de laine découpées.	28
<b>Figure III-2 :</b> Images MEB : a) structure poreuse, b) agglomérat de fibres gonflées.	29
<b>Figure III- 3 :</b> Images MEB de la surface du film biocomposite kératine/fibres de carbone.	29
<b>Figure III-4:</b> Spectre d'absorption UV-Visible de la kératine.	30
<b>Figure III-5:</b> Spectre FTIR de la kératine.	31
<b>Figure III-6:</b> Spectres FTIR : a) Fibres de carbone b) Fibres de carbone fonctionnalisé.	32
<b>Figure III-7 :</b> Variation de la sensibilité du capteur en fonction de la température, a) capteur de gaz à base de kératine pure, b) capteur de gaz à base de kératine/FC.	34

<b>FigureIII-8</b> : Effet de l'ajout des fibres de carbone sur la sensibilité des couches sensibles à 200ppm.....	35
<b>Figure III-9</b> : Variation du de la sensibilité en fonction de la concentration du gaz d'éthanol. ....	36
<b>Figure III-10</b> : Principe d'adsorption de l'oxygène sur la surface du capteur [33].....	37
<b>FigureIII-11</b> : Schéma représentant le mécanisme de détection du gaz d'éthanol. ....	38

## Liste des tableaux

<i>Tableau II-1</i> : Caractéristiques physico-chimiques des produits chimiques utilisés.....	18
---	----

# Sommaire

## Sommaire

<b>Introduction générale.....</b>	<b>1</b>
<b>Chapitre I : Etude bibliographique</b>	
I. Matériaux composites .....	4
I.1 Définition .....	4
I.2 Constituants d'un composite .....	4
I.2.1 Matrice.....	4
I.2.2 Charge.....	4
I.2.3 Interface charge/matrice .....	5
II. Kératine.....	5
II.1 Définition .....	5
II.2 Types de kératine .....	5
II.3 Structure de la kératine .....	6
II.4 Ressources de la kératine- Laine du mouton.....	7
II.5 Propriétés de la kératine et domaines d'application .....	8
III. Fibres de carbone (FCs) .....	9
III.1 Historique et Présentation des fibres de carbone.....	9
III.2 Propriétés des fibres de carbone .....	10
III.3 Méthodes de fonctionnalisation des fibres de carbone .....	10
III.3.1 Voie humide.....	10
III.3.2 Voie gazeuse .....	11
IV. Généralités sur les capteurs .....	12
IV.1 Définition d'un capteur .....	12
IV.2 Constitutions d'un capteur .....	12
IV.3 Grandeurs d'influence sur les performances d'un capteur .....	13
IV.4 Principaux paramètres d'un capteur de gaz.....	14
IV.5 Interactions gaz/surface du capteur.....	15
<b>Chapitre II : Procédés de synthèse et techniques de caractérisation</b>	
I. Procédés de synthèse .....	18
I.1 Extraction de la kératine.....	18
I.1.1 Préparation de la laine .....	18
I.1.2 Procédé d'extraction de la kératine- hydrolyse alcaline.....	19
I.2 Fonctionnalisation des fibres de carbone .....	20
II. Techniques de caractérisation .....	21

II.1	Spectroscopie d'Impédance.....	21
II.2	Microscopie Electronique à Balayage (MEB).....	21
II.3	Spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier (FTIR) .....	22
II.4	Spectrophotométrie UV-Visible .....	23
III.	Conception des capteurs de gaz.....	24
III.1	Préparation des électrodes / couches sensible .....	24
III.2	Dispositif de détection du gaz .....	25
<b>Chapitre III : Résultats et discussion</b>		
I.	Caractérisation morphologique de la kératine et des fibres de carbones (FCs) .....	28
I.1	Caractérisation de la laine .....	28
I.2	Caractérisation de la kératine .....	29
I.3	Caractérisation du biocomposite kératine/fibres de carbone.....	29
II.	Caractérisation par spectroscopie UV visible de la kératine.....	30
III.	Caractérisation par spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR)de la kératine et des fibres de carbones (FCs) .....	30
III.1	Spectre FTIR de la kératine.....	30
III.2	Spectre FTIR des fibres de carbone .....	32
IV.	Etude des propriétés de détection des capteurs de gaz d'éthanol.....	33
IV.1	Effet de l'ajout des fibres de carbone sur la température de fonctionnement du capteur.....	33
IV.2	Effet de l'ajout des fibres de carbone sur la sensibilité du capteur .....	34
IV.3	Effet de la concentration du gaz d'éthanol sur la sensibilité des capteurs .....	35
IV.4	Mécanisme de détection du d'éthanol.....	36
<b>Conclusion générale .....</b>		<b>39</b>
<b>Références bibliographiques.....</b>		<b>43</b>

# **Introduction générale**

### Introduction générale

Le développement des capteurs à faible coût et à faible consommation d'énergie avec de grandes capacités de détection augmente considérablement en raison du besoin croissant de surveillance des gaz à effet de serre, de la qualité de l'air et des composés organiques volatils connus sous l'abréviation COVs qui regroupent des milliers de substances et gaz pour la prévention de la santé publique et de l'environnement en accord avec les recommandations de l'organisation mondiale de la santé (OMS).

La recherche de nanomatériaux destinés à la détection de gaz a énormément augmenté au cours de ces dernières années, afin d'essayer de répondre aux besoins croissants en capteurs électroniques simples, sensibles, stables et réversibles.

Parmi ces nanomatériaux, figurent les matériaux composites carbonés qui sont de nos jours utilisés dans plusieurs domaines d'applications, allant du stockage d'énergie jusqu'aux biocapteurs. Ces matériaux à base de carbone ont des caractéristiques qui leur confèrent un vrai potentiel pour la prochaine génération de capteurs autonomes, puisqu'ils combinent une excellente sensibilité de détection des espèces chimiques par exemple, les composés organiques volatils (COVs) et le sulfure d'hydrogène ( $H_2S$ ) avec des propriétés de transduction intéressantes quand ils sont utilisés comme matériaux sensibles ou intégrés dans une couche de matériau [1].

Les biopolymères issus directement de la biomasse (amidon, chitosane, lignine, cellulose, collagène, kératine, caséine, soie, le gluten...etc.), sont également présentés aujourd'hui comme une matière première pour la réalisation de produits innovants qui sont très recherchés à l'heure où l'environnement et l'innovation sont des priorités vitales pour le présent et le futur de l'humanité.

Ce projet de fin d'étude vise donc à valoriser un biopolymère de kératine à partir de la laine de mouton et de fabriquer un biocomposite kératine/fibres de carbone pour leur utilisation comme couche sensible dans le domaine de la détection du gaz d'éthanol. 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. La possibilité de la mise en

forme de la kératine en poudre, film, fibre, membrane ou éponge et sa capacité d'absorber des molécules d'eau sans se dissoudre, sont les raisons qui nous ont poussées à exploiter la kératine comme une couche active pour la réalisation des capteurs de gaz [2].

Ce manuscrit sera divisé en trois chapitres :

Le premier chapitre de ce mémoire portera sur une étude bibliographique détaillée des différents points nécessaires à l'interprétation des résultats. On abordera également quelques détails sur la kératine, les fibres de carbone et les capteurs de gaz.

Dans le deuxième chapitre, on focalisera sur les procédés expérimentaux : l'extraction de la kératine, fonctionnalisation des fibres de carbone ; ainsi que la conception des capteurs de gaz et la présentation des différentes techniques d'analyse utilisées au cours de cette étude.

Quant au troisième chapitre, il sera dédié à la discussion et l'interprétation des résultats obtenus des différentes analyses.

Nous terminerons cette étude par une conclusion générale qui regroupera l'essentiel des résultats obtenus.

# **Chapitre I : Etude bibliographique**

Ce premier chapitre est un aperçu bibliographique sur les notions nécessaires pour la compréhension de la problématique. Il a pour premier objectif de définir quelques généralités sur les matériaux composites et ses différents composants (charge et matrice), ensuite de présenter la kératine qui est notre matrice de base et les fibres de carbone ainsi que leurs propriétés et leurs champs d'application. Pour enfin finir avec le principe de fonctionnement d'un capteur de gaz et un petit rappel sur les phénomènes d'adsorption surfacique.

## **I. Matériaux composites**

### **I.1 Définition**

Un matériau est dit composite lorsqu'il est constitué d'au moins deux phases [3] dont l'une est, en général, une phase continue qui représente la matrice ; et, l'autre qui constitue les charges dispersées à l'intérieur de cette matrice [4]. Il combine les avantages en termes de propriétés de chacun de ses constituants, pris indépendamment tout en minimisant leurs inconvénients [3].

Les biocomposites sont une catégorie de matériaux composites dont l'une des parties au moins, renfort ou matrice, est issue de ressources renouvelables. Au vue de leurs nombreux avantages, ils entrent en forte compétition avec les matériaux classiques déjà existant sur le marché [5].

### **I.2 Constituants d'un composite**

#### **I.2.1 Matrice**

C'est la phase majoritaire dans le composite, elle est indispensable à la liaison des divers éléments constitutifs. Elle assure la protection chimique contre les agents agressifs extérieurs tels que les acides, l'humidité, la corrosion, ...etc.

Le choix de la matrice dépend de l'utilisation à laquelle est destinée le matériau composite [6].

#### **I.2.2 Charge**

Les charges sont généralement des substances solides, inorganiques ou organiques, qui sont dispersées dans une matrice sous forme de poudres ou fibres, destinées à modifier de manière sensible les propriétés mécaniques, électriques ou thermiques de cette matrice [7].

### **I.2.3 Interface charge/matrice**

Pour assurer une bonne cohésion dans le composite, la création d'une interface entre la matrice et la charge est donc nécessaire par l'ajout des agents de liaison et par la dispersion uniforme de nanoparticules dans la matrice. Les propriétés finales de ces matériaux dépendront des propriétés propres aux composants et de l'interface créée entre ces mêmes constituants [8].

Pour des matériaux comme les polymères un traitement de surface peut être effectué pour augmenter l'adhérence et pallier le manque d'affinité des charges chimiquement inertes [7].

## **II. Kératine**

### **II.1 Définition**

Les kératines représentent une famille de protéines fibreuses produites dans certaines cellules épithéliales des vertébrés supérieurs (reptiles, oiseaux, et mammifères). La kératine n'est donc pas une substance seule, mais un mélange complexe de protéines. Toutefois, il est commun de parler de la kératine pour décrire les protéines des phanères.

Elles forment la plus grande partie des couches cornées de l'épiderme, et de ses appendices comme les cheveux, les poils, les ongles, les plumes, les écailles et les griffes [9].

### **II.2 Types de kératine**

On distingue deux types de kératine selon leurs caractéristiques physiques, l'histologie et leurs compositions chimiques : les kératines molles et les kératines dures. La laine, comme les cheveux, la corne ou encore les ongles et les plumes, appartient à la famille des kératines dures. Celles-ci contiennent beaucoup de soufre provenant majoritairement de la présence de cystéines et montrent une transition plus graduelle entre les zones de formation et les zones kératinisées. Une fibre de laine contient 17 ou 18 des 20 acides aminés naturels, formant plus de 170 protéines différentes réparties de façon non uniforme tout au long de la fibre et dont, à ce jour, seules 28 ont été séquencées [10].

### II.3 Structure de la kératine

La kératine est un biopolymère complexe, composé de 19 acides aminés (A.A) reliés entre eux par des liaisons peptidiques dans des chaînes polypeptidiques en forme d'échelle. Ses chaînes moléculaires consistent en un empilement serré de structures en hélice alpha ( $\alpha$ ) ou en feuille bêta ( $\beta$ ) (Figure I-1).

✦ *La kératine alpha ( $\alpha$ )* : C'est une structure en bâtonnet. La chaîne polypeptidique principale étroitement enroulée forme la partie interne du bâtonnet et les chaînes latérales se disposent à l'extérieur en un arrangement hélicoïdal. L'hélice est stabilisée par des liaisons hydrogène entre les groupes NH et CO de la chaîne principale [10]. Dans ces liaisons hydrogène, la distance entre l'atome N et l'atome O est de 2,86 Å. De plus, les liaisons hydrogène ne sont pas toutes parallèles à l'axe de l'hélice [11].

✦ *La kératine bêta ( $\beta$ )* : La chaîne polypeptidique du feuillet  $\beta$  est presque totalement étirée. La distance axiale entre les A.A. adjacents est de 3,5 Å. Le feuillet est stabilisé par des liaisons hydrogènes entre le CO et NH de chaînes polypeptidiques différentes. Les brins adjacents d'un feuillet plissé peuvent être de même sens ou de sens opposés (feuillet antiparallèles). La fibroïne de la soie est constituée presque entièrement de feuillet antiparallèles. Des unités structurales comprenant de 2 à 5 feuillet parallèles ou antiparallèles sont très répandues [10].

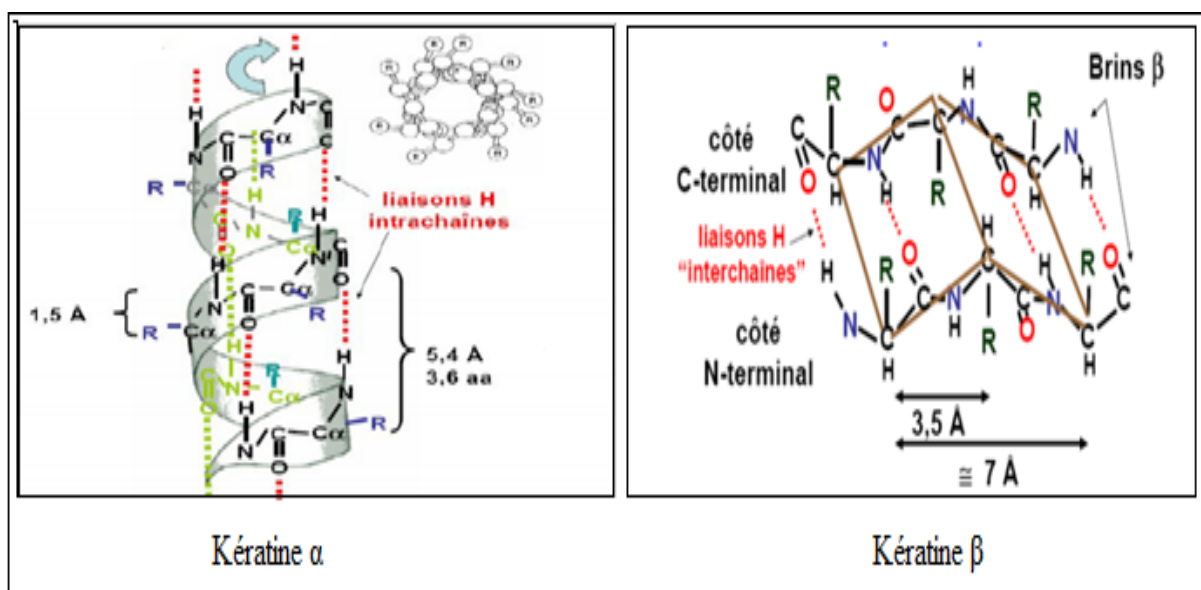
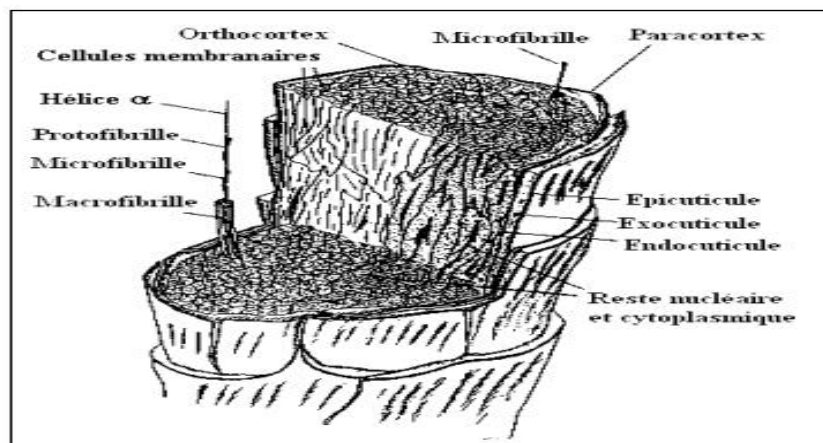


Figure I-1 : Schéma des structures de la kératine en hélice ( $\alpha$ ) et en feuille bêta ( $\beta$ ) [10].

## II.4 Ressources de la kératine- Laine du mouton

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



**Figure I-2 : Sections longitudinale et en coupe d'une fibre de laine Merinos [9].**

Une fibre de laine est constituée de trois types de cellules [9] :

✦ *La cuticule* : elle est constituée d'écailles qui recouvrent la fibre sur toute sa longueur. Chaque cellule cuticulaire est composée de trois couches ayant des teneurs en cystine et isodipeptides différentes : l'épicuticule, sur la face externe de la fibre, l'exocuticule et l'endocuticule [9].

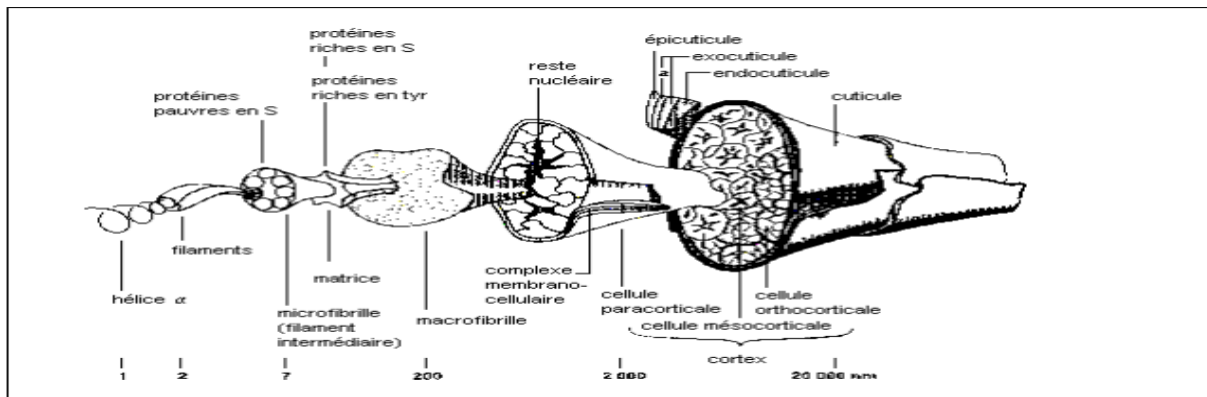
✦ L'épicuticule : elle contient des acides gras qui recouvrent toute la surface de la membrane. C'est la partie responsable de son caractère hydrophobe marqué. En plus, c'est cette partie externe qui lui confère sa résistance aux agressions chimiques et environnementales [10].

✦ L'exocuticule : c'est la couche externe de la fibre. Elle représente plus de la moitié des cellules cuticulaires (64% pour la laine Mérinos), et est constituée de protéines riches en soufre [9].

✦ L'endocuticule : c'est la partie interne de la cuticule. Elle est sensible aux attaques enzymatiques et présente une faible teneur en soufre. L'endocuticule est séparée de l'exocuticule par un complexe membrano-cellulaire, ce même complexe sépare également les cellules corticales [9,11].

⊕ Le cortex : il est constitué de cellules en forme de fuseau. Il se divise en deux types de cellules, le para- et l'ortho-cortex qui diffèrent par leur composition, notamment leur teneur en cystine. Alors que le para-cortex présente de larges domaines de matière non kératinique, le para-cortex présente une teneur en cystine plus élevée [9].

⊕ 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 [9].



**Figure I-3 : Schéma représentant la structure d'une fibre de laine et ses différents constituants à différentes échelles [9].**

## II.5 Propriétés de la kératine et domaines d'application

La kératine possède des propriétés uniques de biodégradabilité, de biocompatibilité et n'est pas toxique. Elle peut être modifiée et développée sous diverses formes telles que des gels, des films, des perles et des nano-/microparticules. Grâce à toutes ces propriétés, la kératine trouve de nombreuses applications dans la chimie verte, les sciences de l'alimentation, l'industrie pharmaceutique, biomédicale et cosmétique, ainsi que dans le domaine de la santé et dans les matériaux composites.

- Elle est utilisée dans la fabrication des tissus et pansements antibactériens.
- Elle est considérée comme un soin incontournable pour les cheveux que ce soit par application directe ou par fabrication de shampooing et masques à base de la kératine.
- Elle est une matière innovante dans le domaine de la biotechnologie : c'est un biopolymère 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.

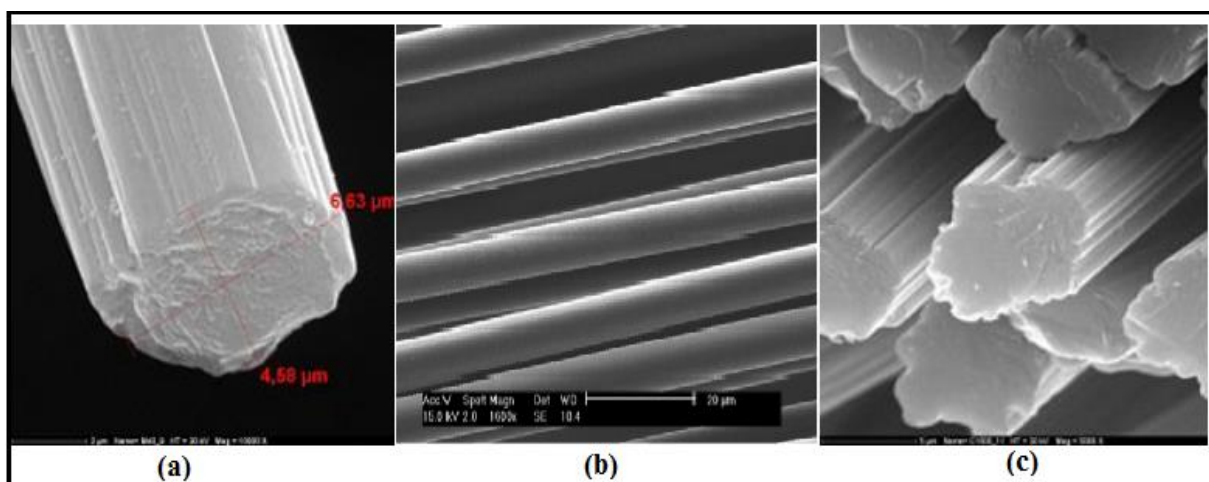
- Son caractère hydrophobe lui confère la capacité d'absorber de l'eau sans se dissoudre, cette propriété a été utilisée dans la fabrication des capteurs d'humidité [12].

### III. Fibres de carbone (FCs)

#### III.1 Historique et Présentation des fibres de carbone

Les fibres de carbone sont des matériaux de haute performance composés principalement de 90% d'atomes de carbone, ce matériau est caractérisé par sa faible densité, sa résistance élevée à la traction et à la compression, sa bonne conductivité électrique et thermique, sa tenue en température et son inertie chimique en l'absence d'agents oxydant [13].

La première application connue des fibres de carbone date de 1879, Thomas Edison invente une lampe à incandescence avec un filament en bambou carbonisé. Vers 1955, elles ont été réinventées par la National Carbon Company aux États-Unis et le groupe industriel Carbone Lorraine en France, par traitements thermiques de fibres ou de tissus de rayonne (cellulose) [14]. Ce n'est qu'à partir des années 60 que la production industrielle de fibres de carbone démarra [15]. On distingue trois types de fibres de carbone : les fibres obtenues à partir de rayonne (cellulose), celles obtenues à partir de fils de polyacrylonitrile (PAN) et celles obtenues à partir de brai (mélange d'hydrocarbures aromatiques issu de la distillation de résidus de houille ou de pétrole) [14]. La figure I-4 représente les trois types de fibres de carbone :

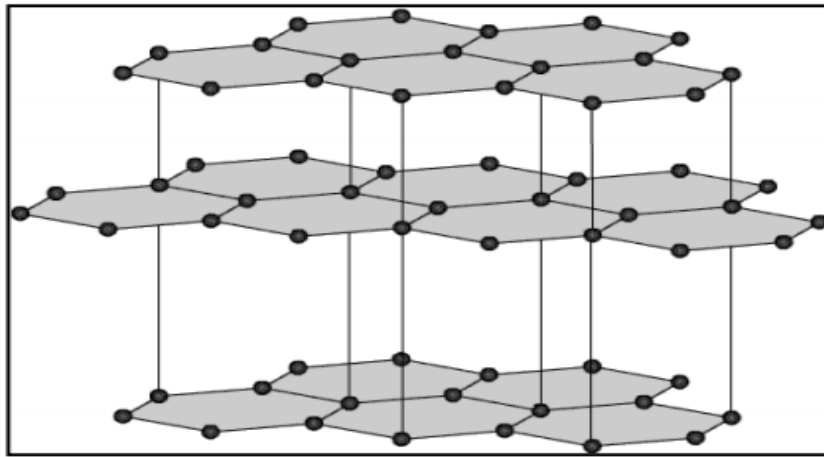


**Figure I-4 : Images MEB : Fibre ex-brai (a). Fibre ex-PAN (b). Fibre ex-Cellulose (c) [13,14].**

### III.2 Propriétés des fibres de carbone

La structure de base d'une fibre de carbone découle de celle du graphite. Celui-ci est formé par la superposition de plans où les atomes de carbone sont disposés au sommet d'hexagones réguliers (Figure I-5). La structure du graphite est fortement anisotrope, ce qui entraîne une très grande anisotropie de ses propriétés mécaniques et physiques [14].

Les liaisons carbone – carbone d'une couche peuvent être covalentes, métalliques ou encore de type  $\pi$ - $\pi$ . Les liaisons entre les couches sont de type Van Der Waals [15]. Les fibres de carbone ont une nanostructure ordonnée ce qui offre un bien meilleur module d'élasticité et une meilleure résistance à la traction [16].



*Figure I-5 : Structure cristallographique du graphite [17].*

### III.3 Méthodes de fonctionnalisation des fibres de carbone

De nombreux traitements de surface des fibres de carbone sont utilisés industriellement afin de moduler les propriétés de surface de ces dernières par l'ajout de groupements fonctionnels réactifs, ce qui permet d'améliorer l'adhérence entre renfort/matrice dans le matériau composite. Ils sont généralement regroupés en deux catégories :

#### III.3.1 Voie humide

✦ **Traitement chimique** : c'est l'oxydation de la surface des fibres de carbone par des acides forts (Figure I-6). Il introduit des perforations profondes, une rugosité accrue et l'ajout de groupes fonctionnels contenant de l'oxygène (carboxyle, hydroxyle, carbonyle, ...etc.) sur la surface. Ce qui implique l'augmentation de la conductivité électrique, la rigidité diélectrique et la résistance à la flexion [18].

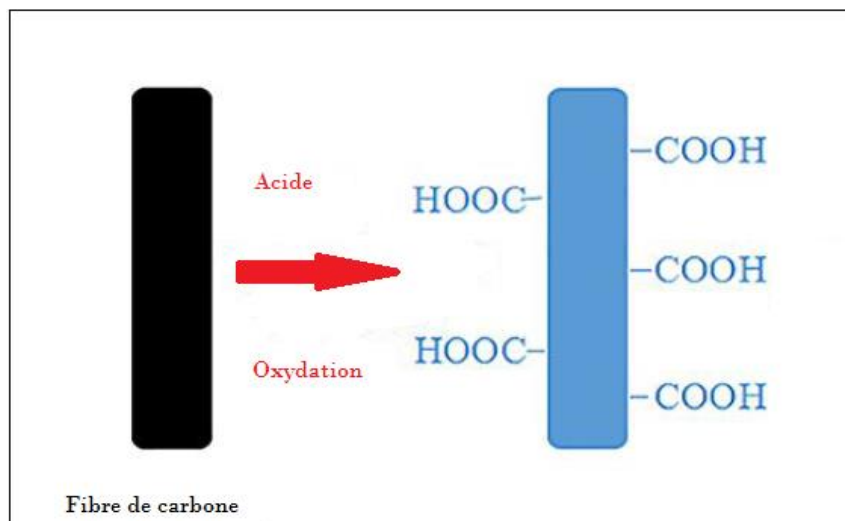


Figure I-6 : Schéma de traitement de surface des fibres de carbone par l'acide [19].

⊕ **Traitement électrochimique** : l'oxydation anodique est la plus utilisée pour le traitement des fibres de carbone commerciales. Elle est rapide, uniforme et adaptée à la production de masse. Les fibres de carbone agissent comme une anode dans un bain d'électrolyte approprié. Un potentiel est appliqué à la fibre pour libérer de l'oxygène à la surface. Les électrolytes typiques sont l'acide nitrique, l'acide sulfurique, le chlorure de sodium, le nitrate de potassium, l'hydroxyde de sodium, l'hydroxyde d'ammonium, ... etc. [20].

### III.3.2 Voie gazeuse

⊕ **Traitement au plasma** : le plasma est un gaz partiellement ou totalement ionisé, contenant des électrons, des radicaux, des ions et des atomes ou molécules neutres.

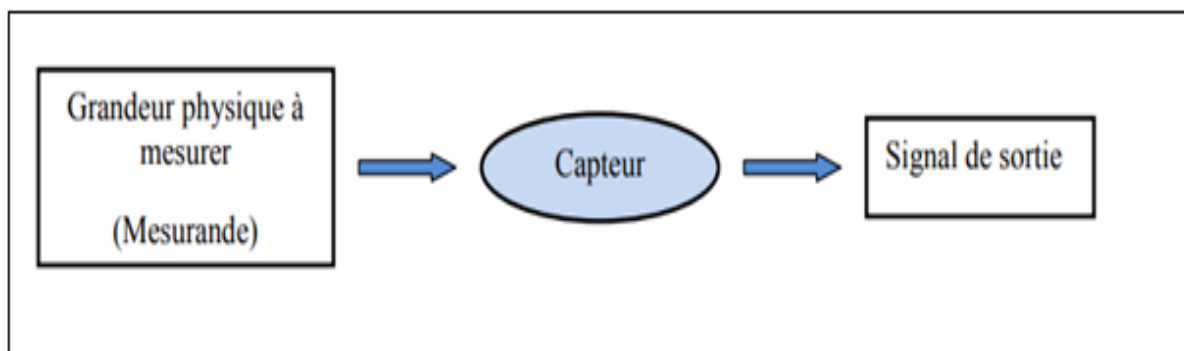
Le principe d'un traitement au plasma est la formation d'espèces actives dans un gaz induit par un transfert d'énergie approprié pour introduire des fonctions d'oxygène à la surface des fibres de carbone. Les gaz typiquement utilisés pour créer un plasma sont l'oxygène, l'ammoniac, l'azote et l'argon [18].

Dans le cadre de la recherche rapportée dans ce mémoire, la méthode étudiée sera la fonctionnalisation chimique par le mélange d'acide nitrique et d'acide sulfurique, permettant une oxydation efficace de la surface des fibres de carbone [18].

## IV. Généralités sur les capteurs

### IV.1 Définition d'un capteur

Un capteur est un organe de prélèvement d'informations qui élabore à partir d'une grandeur physique (information entrante), une autre grandeur physique de nature différente (la plupart du temps électrique : tension, courant,...). Cette grandeur prélevée est utilisable à des fins de mesure ou de commande [21]. Cette mesure peut être physique (lumière, pression, chaleur...) ou chimique (gaz, liquide, acide...) d'un processus ou d'une installation en signaux électriques (Figure I-7).



*Figure I-8 : Schéma illustratif du principe d'un capteur [21].*

### IV.2 Constitutions d'un capteur

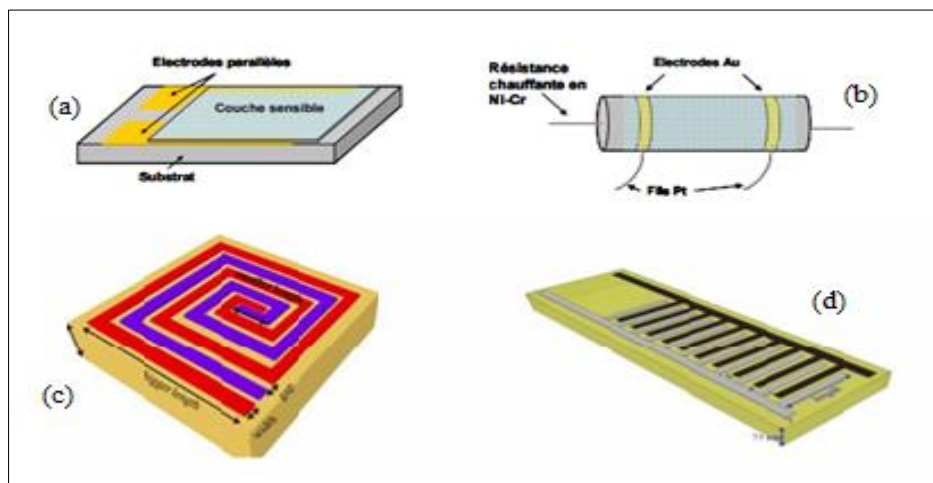
La majorité des capteurs sont composés de 3 parties chacune ayant un rôle bien défini [22,23] :

⊕ La couche sensible (Le corps d'épreuve) : C'est un élément qui réagit sélectivement aux variations de la grandeur à mesurer. Son rôle est de transformer cette grandeur en une autre grandeur physique dite mesurable. Le corps d'épreuve est appelé aussi élément de reconnaissance moléculaire ou couche sensible. Le développement de nouvelles couches sensibles pour l'élaboration des capteurs chimiques a été un sujet de recherche jusqu'à présent. Le choix de la couche sensible est la base du fonctionnement de ces capteurs du fait qu'elle est choisie pour entrer en réaction spécifique avec l'analyte, ce qui assure une bonne sensibilité et une bonne sélectivité. Pour cela plusieurs revêtements ont été développés dans lesquels le choix du matériau utilisé comme couche sensible se fait selon le type des molécules à détecter. Parmi les matériaux utilisés, on trouve les polymères, les oxydes métalliques, les matériaux semi-conducteurs, les matériaux hybrides (composites)... etc.

### ⊕ Electrodes

Les électrodes permettent d'établir un contact électrique avec la couche sensible de manière à mesurer sa réponse au gaz en conduisant les charges du matériau hôte au circuit de mesure extérieur. La géométrie et la nature du matériau choisi pour les électrodes doivent favoriser le transfert d'un maximum de charges de la couche sensible vers le circuit de mesure. Le matériau le plus couramment utilisé pour réaliser les électrodes est l'or (Au) pour sa stabilité à long terme en milieu gazeux et sous température. Bien que d'autres éléments tels que le platine (Pt) ou l'aluminium (Al) soient également employés pour l'élaboration des électrodes dans les capteurs de gaz.

La Figure I-8 représente quelques exemples de géométries d'électrode parmi les plus répondues dans la littérature [24].



**Figure I-9 : Exemples de géométries d'électrode : (a) et (b) parallèles, (c) spirale rectangulaire, (d) interdigitée [24,2].**

### IV.3 Grandeurs d'influence sur les performances d'un capteur

Parmi les nombreux paramètres qui peuvent altérer les performances d'un capteur quel que soit son type, on distingue :

- ⊕ La température qui modifie les caractéristiques électriques, et mécaniques des composants du capteur.
- ⊕ La pression, l'accélération et les vibrations susceptibles de créer dans certains éléments constitutifs du capteur des déformations et des contraintes qui altèrent la réponse.

⊕ L'humidité à laquelle certaines propriétés électriques comme la constante diélectrique ou la résistivité peuvent être sensibles et qui risque de dégrader l'isolation électrique entre les composants du capteur ou entre le capteur et son environnement.

⊕ Les champs magnétiques variables ou statiques, les premiers créent des f.é.m. d'induction qui se superposent au signal utile mais les seconds peuvent modifier une propriété électrique [24].

#### IV.4 Principaux paramètres d'un capteur de gaz

Les auteurs définissent souvent les performances d'un capteur de gaz par « la règle des 3S » (Sensibilité, Stabilité, Sélectivité), la réversibilité et la reproductibilité, la limite de détection et les temps de réponse/recouvrement [24].

⊕ **Sensibilité:** la sensibilité est définie comme étant le rapport entre la résistance du capteur  $R_0$  dans l'air pur et la résistance  $R$  en présence d'une certaine concentration de gaz dans l'air. Elle dépend généralement de la concentration du gaz et suivant la tendance oxydante ou réductrice du gaz la résistance du capteur augmente ou diminue.

⊕ **Stabilité:** ce paramètre est utilisé pour caractériser la dérivé du signal du capteur dans le temps. Le vieillissement du capteur limite son utilisation à long terme. Différentes solutions sont proposées pour y remédier, notamment par un traitement préalable de la couche sensible.

⊕ **Sélectivité:** la sélectivité est définie comme étant la capacité d'un capteur à répondre à un certain gaz en présence des gaz interférents. C'est le paramètre le plus important car le capteur est souvent utilisé pour détecter un gaz dans une atmosphère contenant plusieurs gaz. Contrairement à la sensibilité, la sélectivité des capteurs conçus à base d'oxydes métalliques apparaît comme leur point faible. En effet, ceux-ci apparaissent peu sélectifs vis-à-vis d'un gaz à moins de recourir à des traitements de dopage du semi-conducteur.

⊕ **Réversibilité:** elle définit la capacité du capteur à revenir à son état initial lorsqu'on supprime l'excitation gazeuse. Dans ce cas, nous devons, dans toutes nos expériences, vérifier cette réversibilité car dans le cas contraire nous parlons d'empoisonnement du capteur.

⊕ **Reproductibilité**: ce paramètre est probablement le plus important, tant pour les capteurs physiques que chimiques. C'est l'aptitude d'un capteur à donner, dans des conditions définies, des réponses très voisines lors de l'application répétée d'un même signal d'entrée.

⊕ **Limite de détection**: c'est la plus petite valeur de la grandeur à mesurer pouvant être détectée, avec une incertitude acceptable, et qui sort significativement du bruit de fond.

⊕ **Temps de réponse et de recouvrement** : il s'agit de quantifier le temps que met le capteur à réagir avec le gaz à détecter (temps de réponse) et le temps mis pour revenir à l'état initial une fois le gaz disparu (temps de recouvrement).

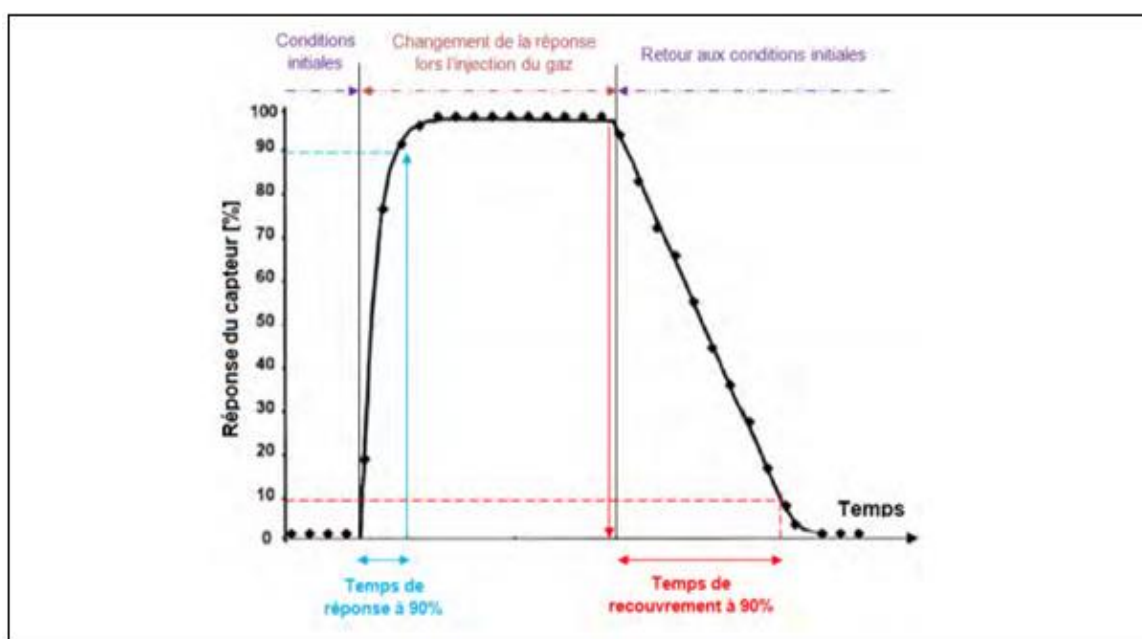
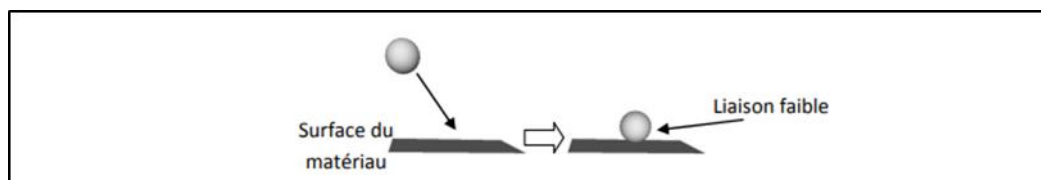


Figure I-10 : Temps de réponse et de recouvrement typique d'un capteur de gaz [24].

#### IV.5 Interactions gaz/surface du capteur

Le mécanisme de fixation d'une molécule gazeuse sur la surface d'un solide est appelé adsorption. La molécule gazeuse (appelée adsorbat) est adsorbée sur la surface du solide (appelé adsorbant) par des sites d'adsorption : atomes de métal ou d'oxygène, ou des lacunes. Selon la force de l'interaction entre les deux objets considérés, on distingue deux types d'adsorption : la physisorption et la chimisorption.

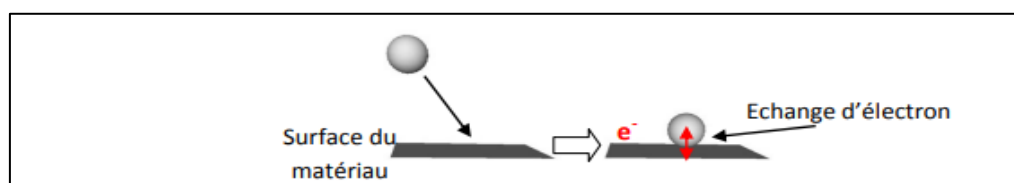
⊕ *La physisorption* : ce type d'adsorption signifie une faible interaction entre la molécule gazeuse et la surface du solide (le matériau hôte en l'occurrence). Des forces de type Van der Waals ou électrostatiques sont mises en jeu, avec des chaleurs d'adsorption de 1 à 20 kJ/mol, mais aucun échange électronique n'a lieu entre la molécule et la surface du matériau. Cette interaction ne nous permet pas de caractériser aisément la mise en présence d'un gaz.



**Figure I-11 : Principe de la physisorption d'une molécule sur une surface [25].**

⊕ *La chimisorption* : est due à l'interaction entre la molécule gazeuse et la surface qui fait intervenir des forces d'énergies plus élevées, avec des chaleurs d'adsorption de l'ordre de 40 à 200 kJ/mol, avec des échanges électroniques ayant lieu en même temps. Ce type d'interaction est l'un des pivots dans le processus de détection de gaz puisque l'échange d'électrons entre les deux espèces va modifier les propriétés électroniques en surface du matériau hôte.

La chimisorption peut être moléculaire ou dissociative si la molécule se décompose en surface de l'adsorbant pour former des ions (aussi appelée ionosorption) [24].



**Figure I-12 : Principe de la chimisorption d'une molécule sur une surface [25].**

# **Chapitre II : Procédés de synthèse et techniques de caractérisation**

Ce chapitre sera consacré à la description des procédés d'extraction de la kératine, de la fonctionnalisation des fibres de carbone et de la conception des détecteurs du gaz. Pour finir sur une description des techniques d'analyse physicochimiques utilisées dans la caractérisation de nos matériaux.

## I. Procédés de synthèse

La kératine utilisée dans cette étude a été extraite par le procédé d'hydrolyse alcaline à partir de la laine du mouton. Quant à la fonctionnalisation des fibres de carbone, elle a été réalisée par une oxydation acide. Les réactifs utilisés dans les différentes synthèses ainsi que leurs caractéristiques sont regroupés dans le tableau (II-1).

*Tableau II-1 : Caractéristiques physico-chimiques des produits chimiques utilisés.*

Nom commercial	Formule chimique	Masse molaire (g/mol)	Etat physique	Pureté (%)
Acide sulfurique	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	98.08	Liquide	95-97
Acide nitrique	HNO <sub>3</sub>	63.01	Liquide	69
L'hydroxyde de sodium	NaOH	40.00	Solide	98
Ethanol	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH	46.07	Liquide	96

### I.1 Extraction de la kératine

#### I.1.1 Préparation de la laine

Une masse de 20 g de laine préalablement nettoyée avec un détergent et rincée avec de l'eau puis séchée à l'air libre est coupée en fibres très courtes de longueur d'environ de 1 mm.

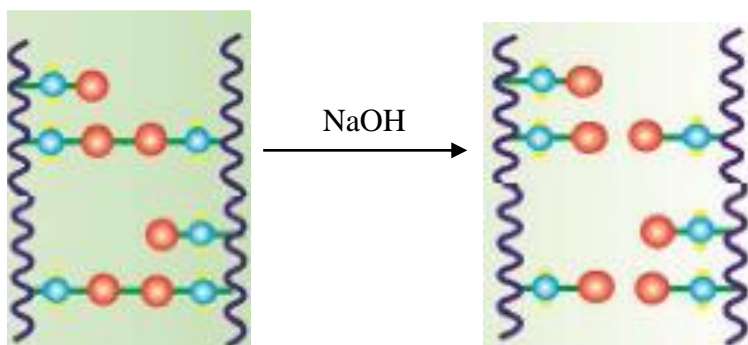
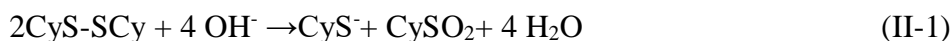


*Figure II-1 : Laine du mouton.*

### I.1.2 Procédé d'extraction de la kératine- hydrolyse alcaline

La kératine est une protéine de structure riche en acides aminés essentiels, tels que la L-cystéine, ce qui en fait un ingrédient précieux pour la peau et le soin des cheveux. Il existe une forte demande pour les méthodes d'extraction qui préservent les éléments précieux de la kératine.

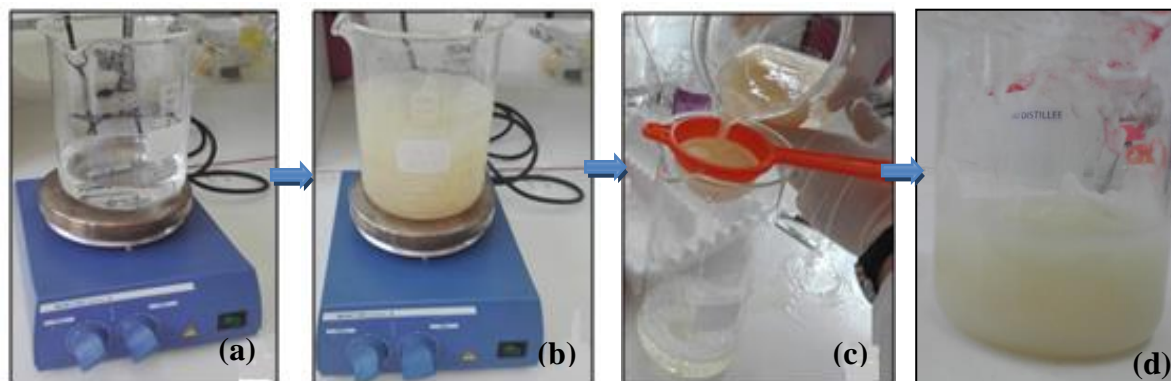
L'hydrolyse alcaline conduit à la rupture de toutes les liaisons peptidiques d'une protéine si la base est forte, afin d'y remédier plusieurs chercheurs ont procédé par des solutions de NaOH de faible concentration (0,5 N, 0,1N) qui provoquent essentiellement la rupture des ponts de cystines (Equation II-1) :



*Figure II-2 : Présentation schématique de la réaction d'hydrolyse alcaline des ponts de cystines.*

Durant notre démarche, une solution de NaOH (2%) est préparée par dissolution de 10 g de ce sel dans 500 ml d'eau distillée sous agitation magnétique. Puis, 10g de laine sont introduites dans la solution en maintenant l'agitation pendant 10 minutes. Le mélange est

ensuite placé dans une étuve réglée à 60°C jusqu'à l'obtention d'un gel de couleur jaune qui provient des acides aminés gras existants à la surface de la cuticule. Enfin le gel est rincé abondamment avec de l'eau distillée jusqu'à pH neutre. La figure suivante (Figure II-3) illustre les différentes étapes du procédé d'extraction.

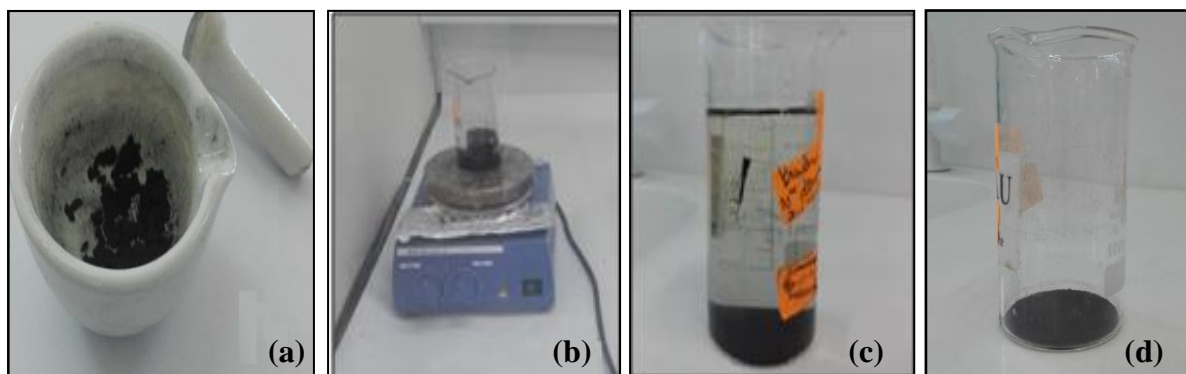


**Figure II-3 : Etapes de l'extraction de la laine : a) solution de NaOH b) solution de NaOH contenant la laine c) lavage et filtration de gel de kératine d) gel de kératine.**

## I.2 Fonctionnalisation des fibres de carbone

Une quantité de fibres de carbone a été finement broyé au préalable puis fonctionnalisée par traitement chimique (figure II-4a).

Dans un bécher contenant 40ml d'un mélange d'acide sulfurique et d'acide nitrique (3 :1), nous avons incorporé une masse de 0.3 g de fibres de carbone. Le mélange est chauffé à 60°C sous agitation magnétique pendant 4 heures. Le produit récupéré est lavé avec de l'eau distillée jusqu'à pH neutre puis séché à l'étuve à 40° C pendant 24 heures.



**Figure II-4 : Etapes de la fonctionnalisation des fibres de carbone.**

## II. Techniques de caractérisation

### II.1 Spectroscopie d'Impédance

La spectroscopie d'impédance est une technique d'analyse non destructive qui a présenté une large contribution à la recherche et au développement des propriétés des matériaux tels que: la corrosion, les propriétés diélectriques et l'influence de la composition sur la conductivité électrique des solides. Elle consiste à appliquer une tension sinusoïdale aux bornes de l'échantillon étudié dans une gamme de fréquence, elle sert à mesurer l'impédance électrique  $Z$  et la capacité  $C$  en fonction des fréquences 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 expérimentaux afin d'extraire les paramètres nécessaires à la compréhension du système étudié.

Au cours de cette étude nous avons utilisé un impédance-mètre de type HP 4284A.



*Figure II-5 : Photographie de l'impédance-mètre.*

### II.2 Microscopie Electronique à Balayage (MEB)

Le microscope électronique à balayage est un outil d'analyse qualitatif de la morphologie d'échantillon. Il permet d'obtenir des renseignements sur la morphologie de la surface de l'échantillon à analyser, de son mode de cristallisation, d'estimer parfois les

tailles des particules qui forment l'échantillon et d'accéder à l'épaisseur de l'échantillon par une vue latérale. Le principe du MEB est basé sur l'interaction forte entre les électrons et la matière, ce sont les électrons secondaires émis et rétrodiffusés qui permettent de reconstituer l'image de l'objet.

Le microscope électronique à balayage utilisé pour la caractérisation de nos échantillons est de type Philips ESEM XL 30 à filament du tungstène.



**Figure II-6 : Microscopie Electronique à Balayage de type Philips ESEM XL.**

### II.3 Spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier (FTIR)

La Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge ( $2,5 - 25 \mu\text{m}$ ) par l'échantillon à analyser. Elle permet via la détection des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques, d'effectuer l'analyse des fonctions chimiques présentes dans le matériau. Le principe de la technique repose sur l'absorption du rayonnement infrarouge lorsque la longueur d'onde (l'énergie) du faisceau est égale à l'énergie de vibration de la liaison.

L'appareil utilisé est un spectromètre FTIR de type IRAffinity-1S sa gamme spectrale s'étend de  $7800$  à  $350 \text{ cm}^{-1}$  et la résolution maximale est de  $0,5 \text{ cm}^{-1}$ .



**Figure II-7 : Spectromètre Infrarouge à Transformée de Fourier de type IRAffinity-1S.**

#### II.4 Spectrophotométrie UV-Visible

La spectrophotométrie UV-Visible est une méthode analytique quantitative qui consiste à mesurer l'absorbance ou la densité optique et la longueur d'onde d'absorption maximale d'une substance chimique donnée, généralement en solution. Cette technique repose sur l'absorption d'une substance chimique du rayonnement électromagnétique dans la gamme de l'ultraviolet (185-400 nm) et du visible (400-700 nm). Soumis à un rayonnement dans cette gamme de longueurs d'onde, les molécules, les ions ou les complexes sont susceptibles de subir une ou plusieurs transitions électroniques.

L'absorbance est fonction de la concentration du soluté comme le montre la loi de Beer – Lambert (équation II-2):

$$A = \log \left( \frac{I_0}{I} \right) = \varepsilon \cdot \ell \cdot C \quad (\text{II-2})$$

Avec :

A : absorbance,

$I_0$  : intensité lumineuse incidente,

I : intensité lumineuse transmise,

$\varepsilon$  : coefficient d'extinction ( $\text{L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ ),

$\ell$  : longueur du trajet optique (en cm),

C : est la concentration du soluté ( $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ).

L'analyse de nos échantillons a été faite par un spectromètre UV-1601 SHIMADZU.



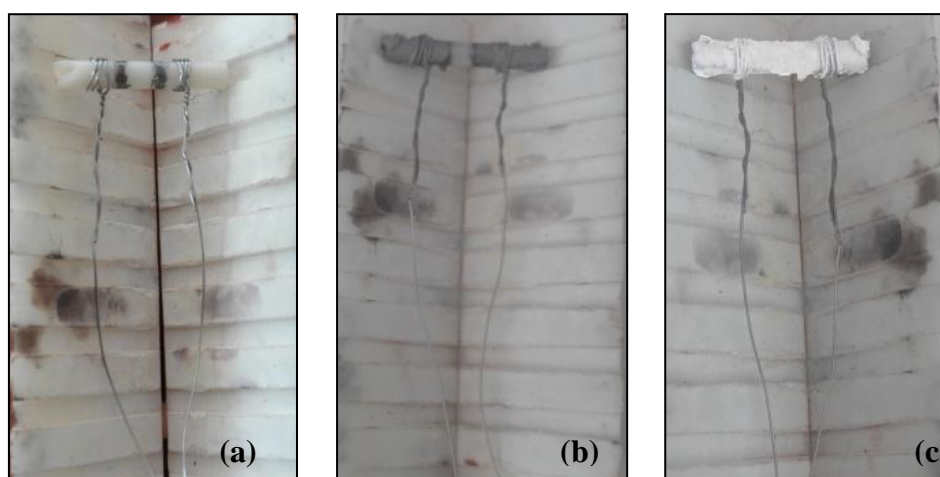
*Figure II-8 : Spectromètre UV-1601 SHIMADZU.*

### III. Conception des capteurs de gaz

#### III.1 Préparation des électrodes / couches sensible

Dans notre étude nous avons déposé deux types de couches sensibles : Kératine et Kératine/Fibres de carbone (2%) sur des électrodes parallèles.

L'électrode est constituée d'un tube d'alumine et d'un fil résistif d'alliage nickel-chrome. Pour assurer le contact électrique nous avons appliqué au préalable la laque d'argent sur le tube.

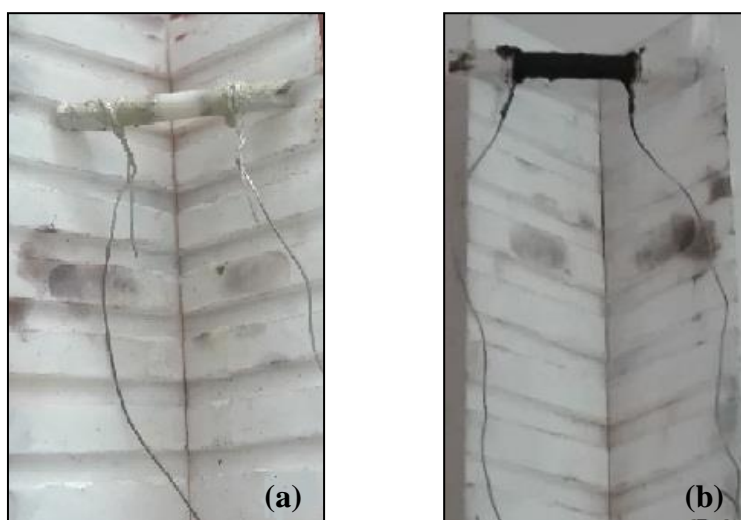


*Figure II-9 : Conception de l'électrode.*

Une masse de 0,125 g de kératine est mélangée avec une goutte d'alcool polyvinylique (PVA) sur un verre de montre. Le mélange est ensuite étalé sur l'électrode pour obtenir le capteur à base de la kératine pure.

Une masse de 0,25 g de kératine et 0,005 g de fibres de carbone sont mélangées avec une goutte d'alcool polyvinylique sur un verre de montre. Le mélange est ensuite étalé sur l'électrode pour obtenir le capteur à base du biocomposite kératine/ fibre de carbone (2%).

Les capteurs sont ensuite séchés à 150° C pendant une heure pour éliminer 95% du PVA.



**Figure II-10 : Photographie des capteurs à base de :a) kératine, b) kératine/ fibres de carbone.**

### III.2 Dispositif de détection du gaz

Le dispositif de détection du gaz qui est l'éthanol, comprend une chambre de test de volume égale à 4,2 L (étuve) et un ballon unicol dans le quel gaz à détecter est injecté. Les électrodes sont ensuite connectées à l'aide de deux fils électriques à l'impédance mètre, qui nous a permis de prélever les valeurs de l'impédance ( $Z$ ) à différentes températures (50°C, 70°C, 90°C, 110°C, 130°C, 150°C, 170°C, 190°C et 210°C) et à différentes concentrations du gaz d'éthanol (50 ppm, 70ppm, 100 ppm et 200 ppm). La fréquence a été variée de 1KHz jusqu'à 1MHz.

Le volume d'éthanol à injecter dans la chambre est calculé par l'équation suivante (Equation II-3):

$$V_{Liquide} = \frac{V_{Chambre} \times C \times M}{22.4 \times \rho \times P} 10^{-6} \quad (\text{II-3})$$

Avec :

$V_{Liquide}(L)$  : volume de l'éthanol en état liquide,

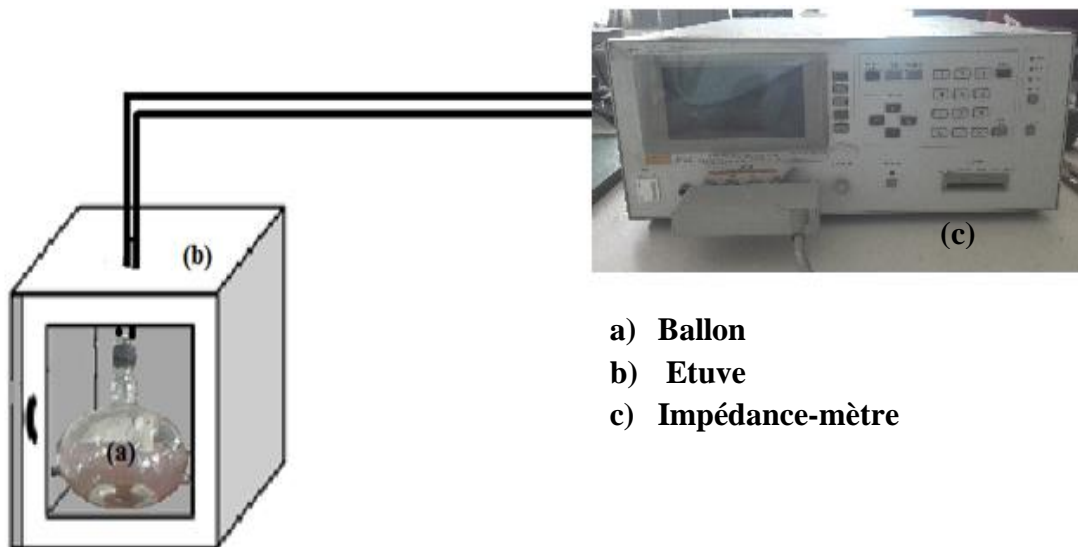
$V_{Chambre}(L)$  : est le volume de la chambre de teste,

$C$  (ppm) : est la concentration du gaz testé,

$M$  (g/mol) : est la masse moléculaire du liquide,

$\rho$  (g/ml) : est la densité du liquide,

$P$  : est le pourcentage de pureté du liquide.



**Figure II-11 : Représentation schématique du dispositif de détection gaz.**

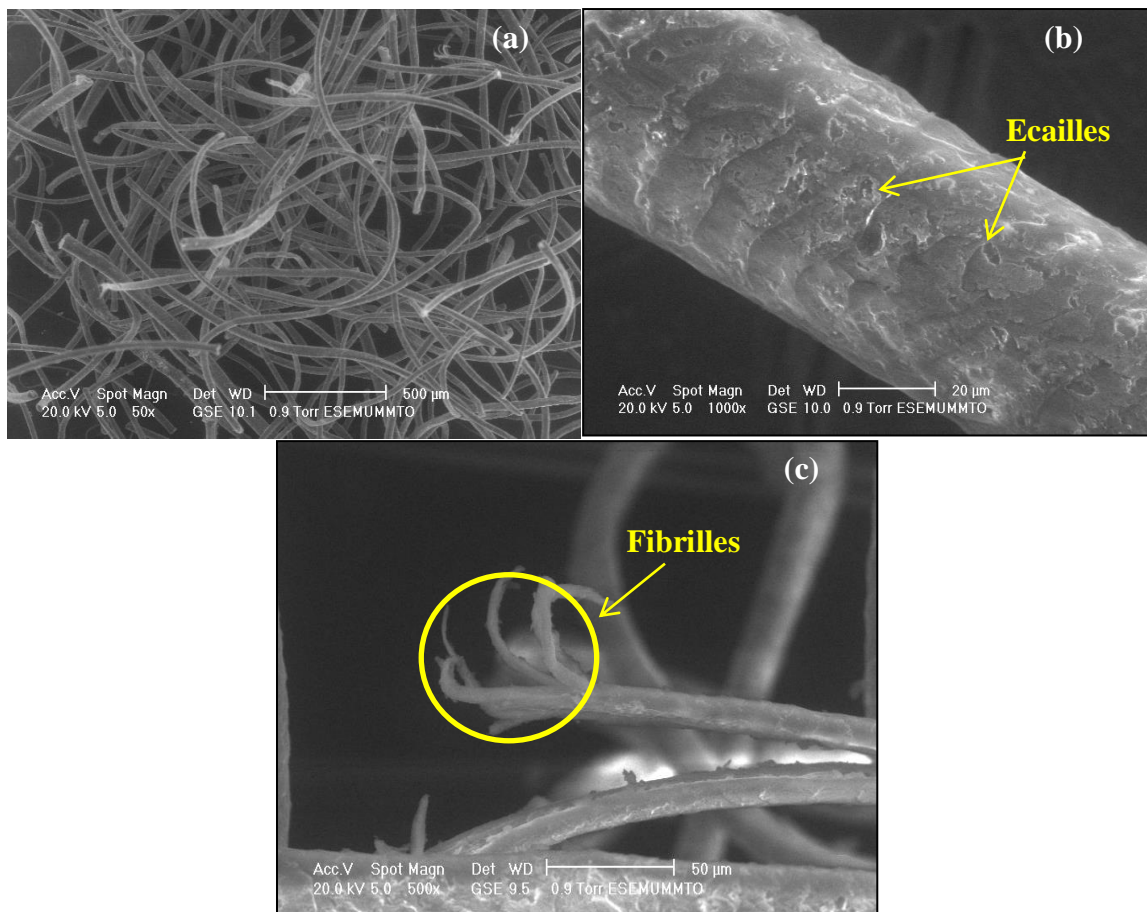
## **Chapitre III : Résultats et discussion**

Dans ce chapitre nous présenterons d'abord les résultats de caractérisation des matériaux utilisés par les techniques du microscope électronique à balayage (MEB), UV-Visible et Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR). Puis nous allons évaluer la réponse des différents capteurs élaborés pour la détection du gaz d'éthanol.

## I. Caractérisation morphologique de la kératine et des fibres de carbonés (FCs)

### I.1 Caractérisation de la laine

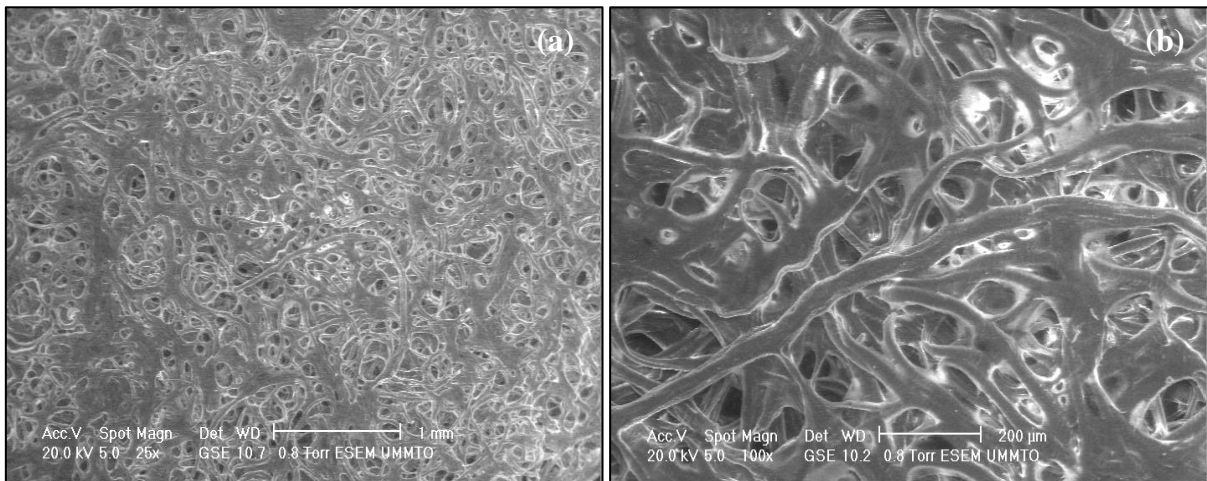
Les observations au microscope électronique à balayage (MEB) illustrées par la figure III-1 montrent que la laine est constituée de fibres d'environ 20 à 25  $\mu\text{m}$  de diamètre disposées de façon aléatoire. La figure III-1b révèle que la fibre de la laine est enrobée par des écailles qui couvrent la surface de la cuticule. L'agrandissement (Figure III-1c) dans les zones cassées sous l'action de découpage montre que chaque fibre est constituée à son tour de fines fibrilles.



**Figure III-1 : Images MEB des fibres de laine découpées.**

## I.2 Caractérisation de la kératine

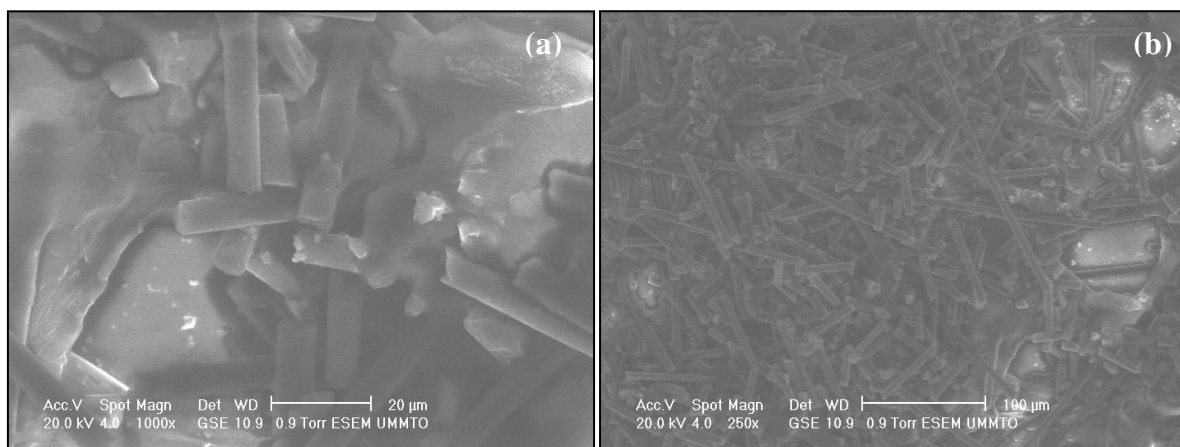
La figure III-2 représente les clichés MEB des films de kératine déposés sur des lames de verre. Les films montrent une surface poreuse constituée de fibres dégonflés et lisses. On note également l'absence des écailles en surface des fibres ce qui s'explique par leur destruction par le traitement chimique.



**Figure III-2 : Images MEB : a) structure poreuse, b) agglomérat de fibres gonflées.**

## I.3 Caractérisation du biocomposite kératine/fibres de carbone

La figure III-3 présente les clichés MEB de la surface du film biocomposite kératine/FCs déposées sur des lames de verre. Elle illustre une bonne dispersion des fibres de carbone broyées dans la matrice kératine. La figure III-3b qui est un grossissement d'une zone de la figure III-3a montre que le diamètre des fibres de carbone est d'environ 10 µm.



**Figure III- 3 : Images MEB de la surface du film biocomposite kératine/fibres de carbone.**

## II. Caractérisation par spectroscopie UV visible de la kératine

Le spectre d'adsorption UV-Visible obtenu pour la solution de la kératine est représenté dans la figure III-4. Il montre une bande d'absorption de forte intensité à 200 nm, correspondant aux transitions  $\pi \rightarrow \pi^*$  des liaisons peptidiques. Une deuxième bande de faible intensité (épaulement) est enregistrée aux alentours de 282 nm caractéristique de la transition  $\pi \rightarrow \pi^*$  des acides aminés aromatiques (le tryptophane, la tyrosine et la phénylalanine) [26, 27].

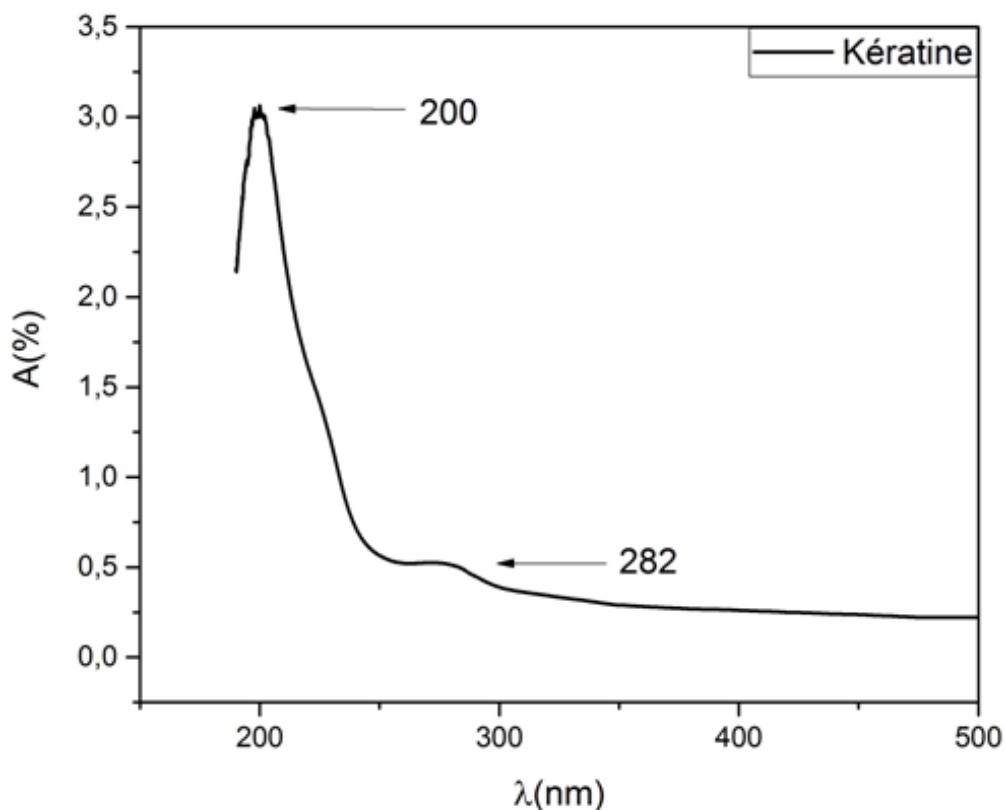


Figure III-4 : Spectre d'absorption UV-Visible de la kératine.

## III. Caractérisation par spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR) de la kératine et des fibres de carbones (FCs)

### III.1 Spectre FTIR de la kératine

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier a été utilisée pour caractériser la structure secondaire (Amide I, Amide II et Amide III) de la kératine obtenue par hydrolyse alcaline de fibres de laine.

Les résultats de l'analyse FTIR de la kératine illustrés par la figure III-5 ont montré la présence de plusieurs bandes d'adsorption. On observe une bande située à  $3298 \text{ cm}^{-1}$

caractéristique de la liaison N-H à laquelle s'ajoute une forte contribution d'élongation de la liaison O-H. La bande située à  $1650\text{ cm}^{-1}$  est attribuée au groupement amide I, elle correspond principalement à l'élongation de la liaison C=O couplée aux modes d'élongation de la liaison C-N et de déformation dans le plan de la liaison N-H. La bande caractéristique des groupements amide II est observée autour de  $1531\text{ cm}^{-1}$ , Elle est attribuée aux vibrations de déformation N-H fortement couplées aux vibrations d'élongation C-N résultants de la vibration de l'angle de liaison C-N-H. Une bande de faible intensité enregistrée au environ de  $1320\text{ cm}^{-1}$  caractérise le groupement amide III qui correspond principalement à une combinaison en phase du mode de déformation dans le plan de la liaison N-H et du mode d'élongation de la liaison C-N. La bande située à  $410\text{ cm}^{-1}$  correspond à la déformation hors plan de la liaison N-H [28,29].

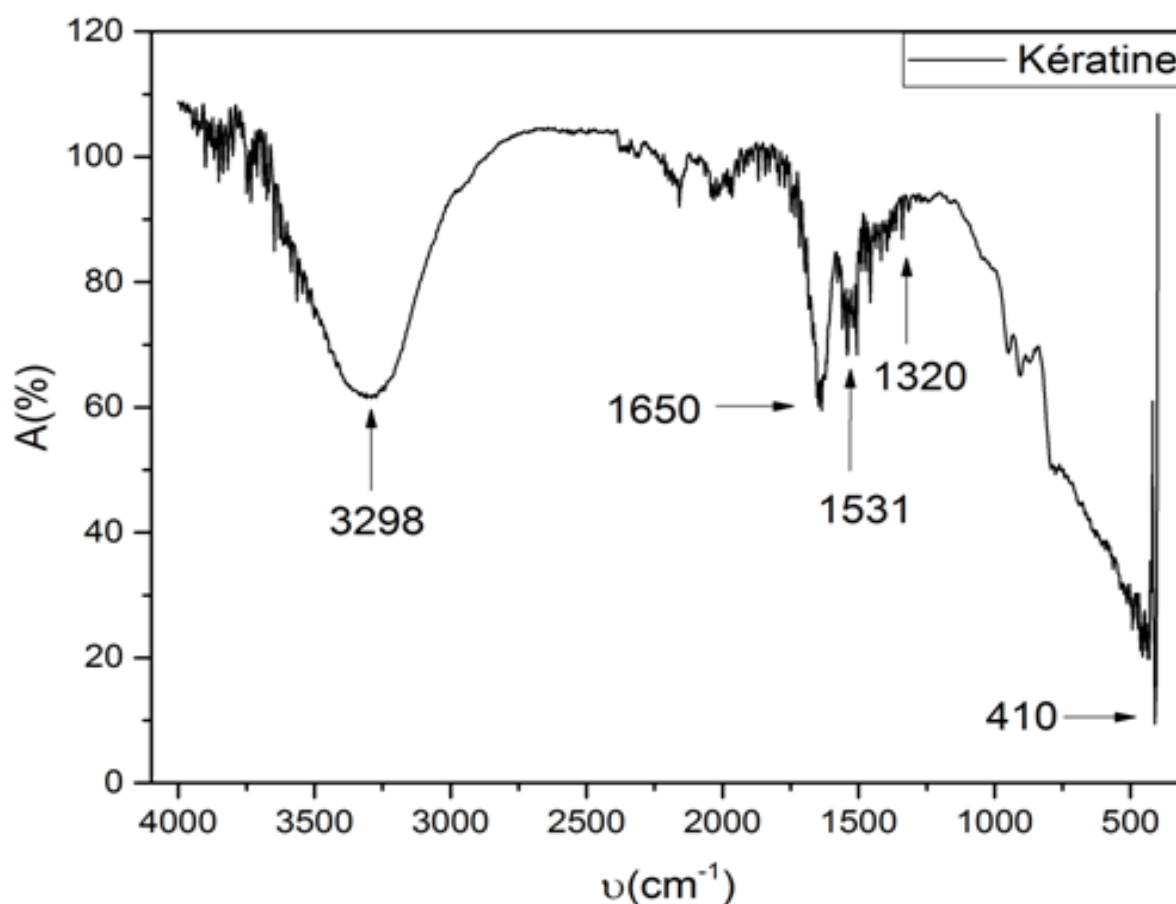


Figure III-5 : Spectre FTIR de la kératine.

### III.2 Spectre FTIR des fibres de carbone

La figure III-6 présente les résultats FTIR observés en absorbance pour les fibres de carbone non traités et les fibres de carbone fonctionnalisés.

La superposition des deux spectres montre l'apparition de mêmes bandes d'absorption pour les deux substances. Par contre on remarque que l'intensité de ces pics est plus importante dans le cas des fibres de carbone fonctionnalisés (figure III-6b). Les résultats obtenus ont montrés la présence de bandes d'adsorptions aux environs de  $3154\text{ cm}^{-1}$  attribuées à l'élongation de la liaison O-H, une autre bande est enregistrée aux alentours de  $1555\text{ cm}^{-1}$  caractéristique de vibration d'élongation du groupement C=O de l'acide carboxylique ionisé. Les bandes signalées aux environ de  $1445\text{ cm}^{-1}$ ,  $1164\text{ cm}^{-1}$  et  $936\text{ cm}^{-1}$  attribuées respectivement à l'élongation de la liaison O-H des acides carboxyliques, de la liaison C-O et à la liaison C-H.

Il a été prouvé qu'un grand nombre de groupes contenant de l'oxygène ont été introduits de manière significative à la surface de la fibre de carbone après le traitement avec l'acide nitrique [19].

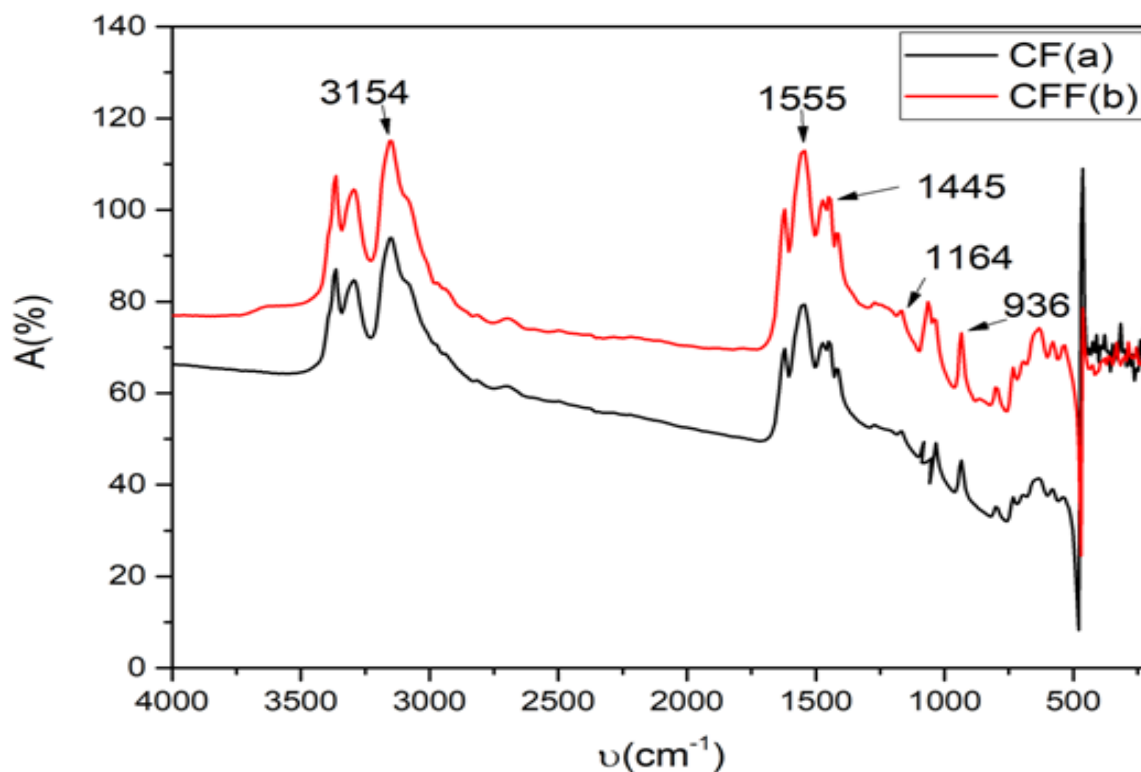


Figure III-6 : Spectres FTIR : a) Fibres de carbone b) Fibres de carbone fonctionnalisés.

#### IV. Etude des propriétés de détection des capteurs de gaz d'éthanol

##### IV.1 Effet de l'ajout des fibres de carbone sur la température de fonctionnement du capteur

Afin de déterminer la température de fonctionnement optimale de nos capteurs à base de la kératine pure et de la kératine/fibres de carbone, des mesures d'impédance électrique ont été effectuées à différentes températures (50°C-210°C). Les dispositifs préparés ont été mis dans le système de détection de gaz d'éthanol et testés à différentes concentrations (50 ppm, 70 ppm, 100 ppm et 200ppm). L'impédance ( $Z$ ) mesurée sous une fréquence de 1KHz pour chaque structure a été transformée en une valeur de sensibilité en utilisant la formule (III-1):

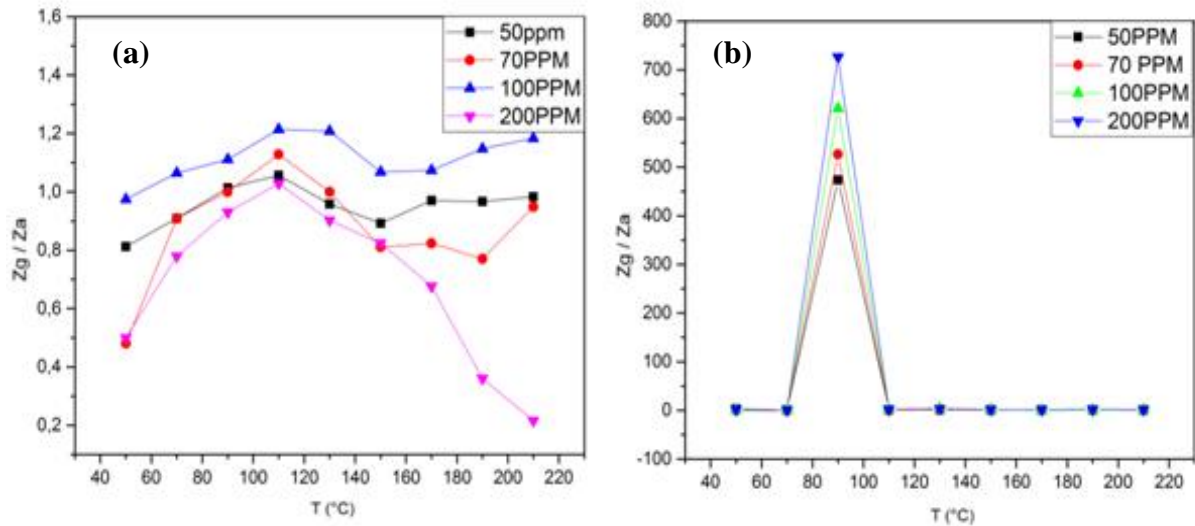
$$S = \frac{Z_g}{Z_a} \quad (\text{III-1})$$

Où

$Z_g$  est l'impédance de la couche sensible dans le gaz testé

$Z_a$  est l'impédance de la couche sensible à l'air

La figure III-7 représente la variation de la sensibilité du capteur kératine pure et du capteur kératine / fibres de carbone de 50°C à 210°C. Elle révèle une augmentation de la valeur de sensibilité avec l'augmentation de la température jusqu'à atteindre une valeur maximale de 110°C pour la kératine pure contre seulement une valeur de 90°C pour la couche sensible à base du biocomposite kératine/fibres de carbone. Au-delà de ces températures, on observe une diminution progressive de la sensibilité pour les deux capteurs. Les résultats révèlent également la sensibilité maximale est atteinte pour la même température quelle que soit la concentration du gaz d'éthanol.

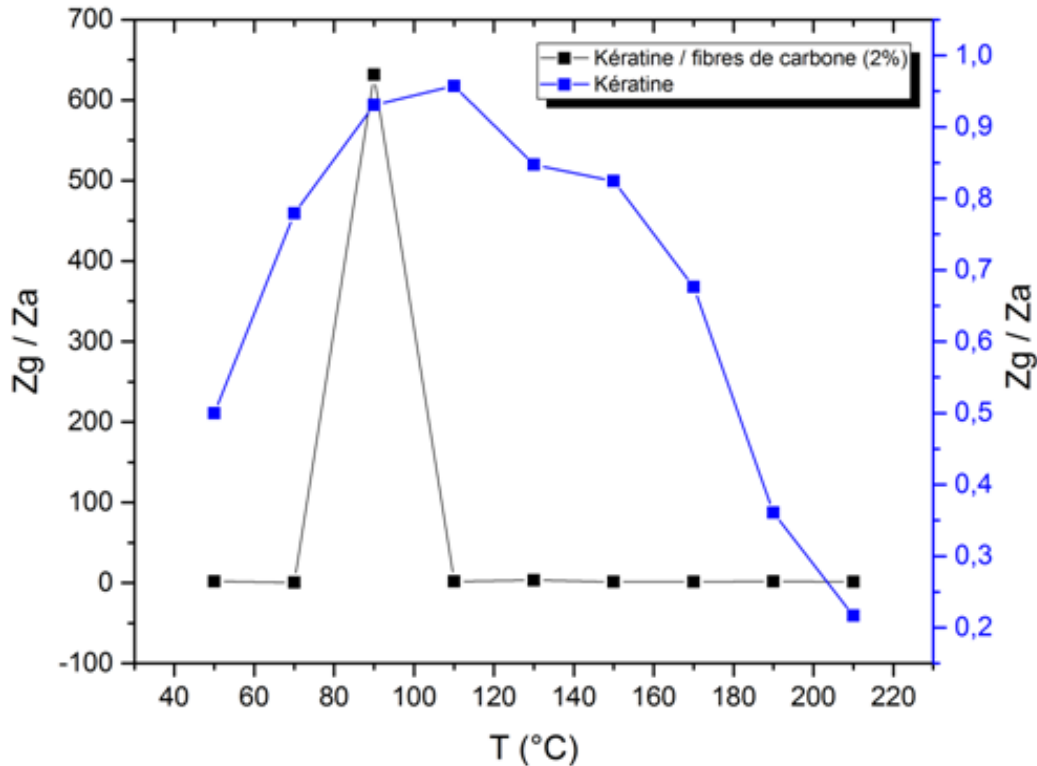


**Figure III-7 : Variation de la sensibilité du capteur en fonction de la température, a) capteur de gaz à base de kératine pure, b) capteur de gaz à base de kératine/FC.**

Ce phénomène peut être expliqué par l'existence d'un équilibre entre la vitesse de réaction chimique et la diffusion du gaz. À des basses températures, l'éthanol gazeux n'a pas assez d'énergie thermique pour réagir avec les électrons de surface de la couche sensible, ce qui entraîne une faible réaction. A la température de fonctionnement, l'énergie thermique est suffisamment élevée pour atteindre l'énergie d'activation de la réaction de surface donc la sensibilité maximale. La diminution de la valeur de la sensibilité au-delà de la température de fonctionnement est probablement attribuée au taux de désorption de l'éthanol gazeux qui est plus important que celui de l'adsorption [30].

#### IV.2 Effet de l'ajout des fibres de carbone sur la sensibilité du capteur

La figure III-8 illustre la variation de la sensibilité de nos capteurs en fonction de la température pour une concentration de 200ppm. Les résultats montrent une nette amélioration de la sensibilité de la kératine par l'incorporation des fibres de carbone fonctionnalisés. Le capteur à base du biocomposite enregistre une valeur de sensibilité qui est 631, tandis que le capteur à base de la kératine pur n'excède pas une valeur de 0,95.



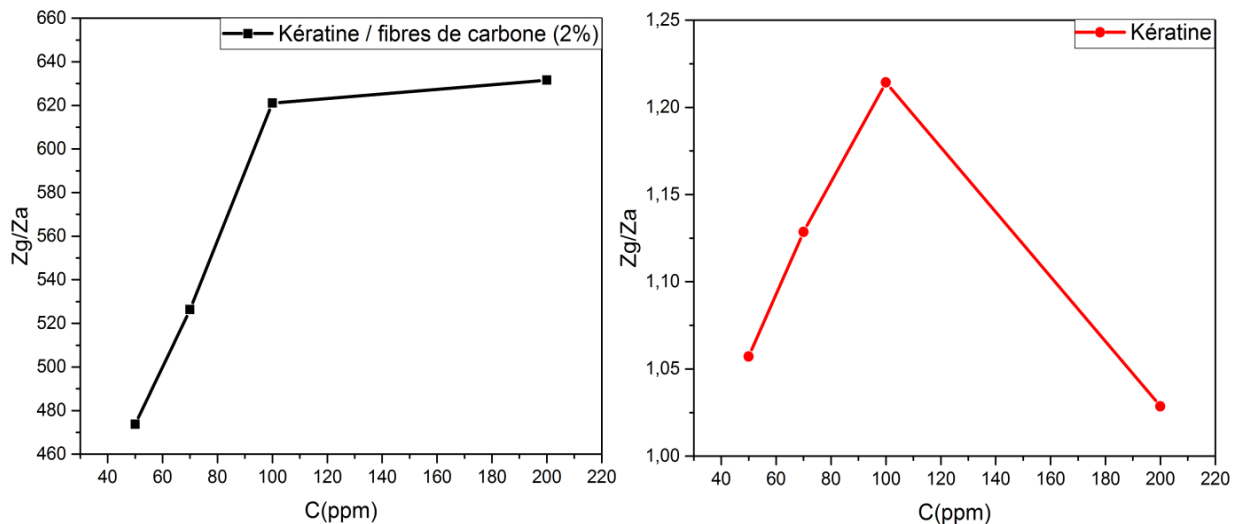
**Figure III-8 : Effet de l'ajout des fibres de carbone sur la sensibilité des couches sensibles à 200ppm.**

D'après les résultats obtenus, on constate que le capteur à film kératine/FC est plus sensible aux molécules d'éthanol que le film kératine pur. En effet, comme il a été déjà précisé précédemment, la kératine possède des propriétés physico-chimiques exceptionnelles, comme le rapport surface/volume élevé, la porosité et les groupements fonctionnels. La haute performance du capteur à film kératine/FC peut être attribuée au fait que les fibres de carbone ont une grande surface spécifique, en raison de leur structure tubulaire et leurs groupements fonctionnels oxygénés fixés à la surface des fibres de carbone, qui fournissent des sites réactifs pour l'absorption de l'éthanol et entraînent donc un transfert d'électrons entre la surface et l'intérieur du film, ce qui se traduit par une modification de l'impédance électrique lors de l'exposition à l'éthanol [30].

#### IV.3 Effet de la concentration du gaz d'éthanol sur la sensibilité des capteurs

La figure III-9 représente la variation de la sensibilité en fonction de la concentration d'éthanol des différents capteurs. Pour cela on a pris la sensibilité à la température de fonctionnement pour les différentes concentrations (50 ppm, 70 ppm, 100ppm et 200 ppm). Les tracés montrent que pour le capteur à base du biocomposite, la sensibilité augmente avec l'augmentation de la concentration du gaz d'éthanol de 50 ppm à 200 ppm. Cette tendance est

due à l'activation de plus de sites d'adsorption et à la non saturation de surface en molécules de gaz adsorbées ; alors que pour le capteur à base de la Kératine pure, on remarque une augmentation de 50 ppm à 100 ppm puis une diminution à partir de 100 ppm. Ce qui peut se traduire par une saturation des sites d'adsorption, le phénomène de saturation se produit lorsque la couverture d'interface est maximisée. Ce comportement des capteurs est probablement lié au mécanisme d'interface de piégeage des molécules de gaz. Pour des concentrations de gaz élevées, un grand nombre de pièges est déjà occupé par d'autres molécules de gaz [31,32].



**Figure III- 9 : Variation de la sensibilité en fonction de la concentration du gaz d'éthanol.**

#### IV.4 Mécanisme de détection du d'éthanol

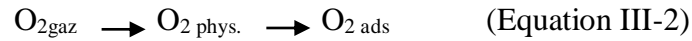
Le principe de fonctionnement des capteurs de gaz repose sur les variations de la conductivité due au dopage par l'adsorption de gaz cible sur la surface du matériau hôte. Le mécanisme réactionnel qui se déroule entre le capteur et le gaz cible (ou l'air), repose sur l'interaction entre ce dernier et les espèces oxygénées adsorbées à la surface du matériau hôte.

L'oxygène est donc le précurseur de la réaction de détection. Adsorbé en surface, il peut exister sous plusieurs formes suivant la température, chaque forme ayant sa propre réactivité. A température ambiante, l'oxygène est présent en surface sous forme physisorbée  $O_{2\text{phys}}$ , mais il ne participe pas au mécanisme de détection. Pour des températures supérieures (à partir de  $T = 160^{\circ}\text{C}$ ), l'oxygène va être chimisorbé sous la forme  $O_{2\text{ads}}$ . A plus haute température ( $T > 300^{\circ}\text{C}$ ), la chimisorption s'opérera sous forme dissociative  $O_{\text{ads}}^-$  et  $O_{\text{ads}}^{2-}$

(forme instable). Si toutefois la température est devenue trop importante ( $T > 600^{\circ}\text{C}$ ), les oxygènes du réseau vont alors se mettre à migrer vers la surface et se désorber (Figure III-10).

Les équilibres correspondants sont les suivants :

- Physisorption de l'oxygène



- Chimisorption de l'oxygène

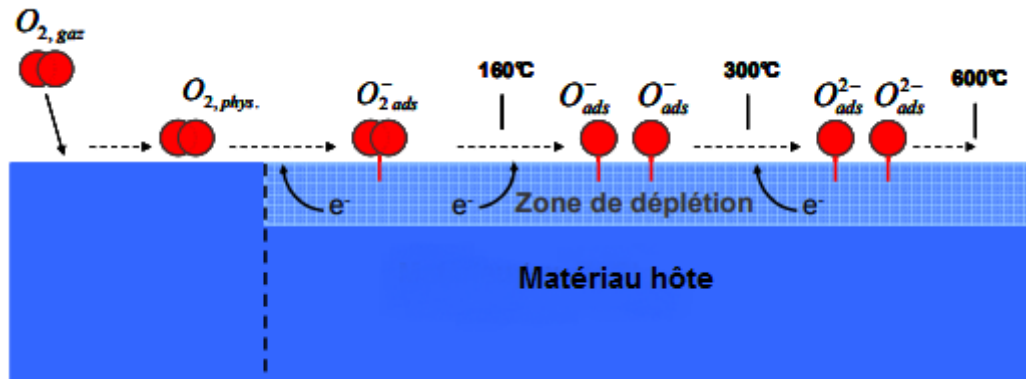
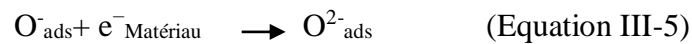
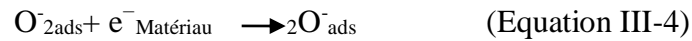
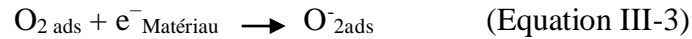
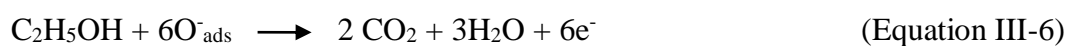


Figure III-10 : Principe d'adsorption de l'oxygène sur la surface du capteur [33].

Les molécules de gaz donnent des électrons aux espèces oxygénées précédemment adsorbées. Ainsi, les électrons sont libérés dans la bande de conduction du matériau hôte, ce qui permet d'augmenter la conductivité.

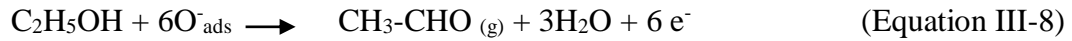
Plusieurs mécanismes réactionnels sont proposés dans la littérature suivant le gaz considéré, ainsi lorsque le matériau soumis à des vapeurs d'éthanol Santra et al. Propose un mécanisme passant par une dégradation de l'éthanol pour former du gaz carbonique et de l'eau suivant la réaction suivante :



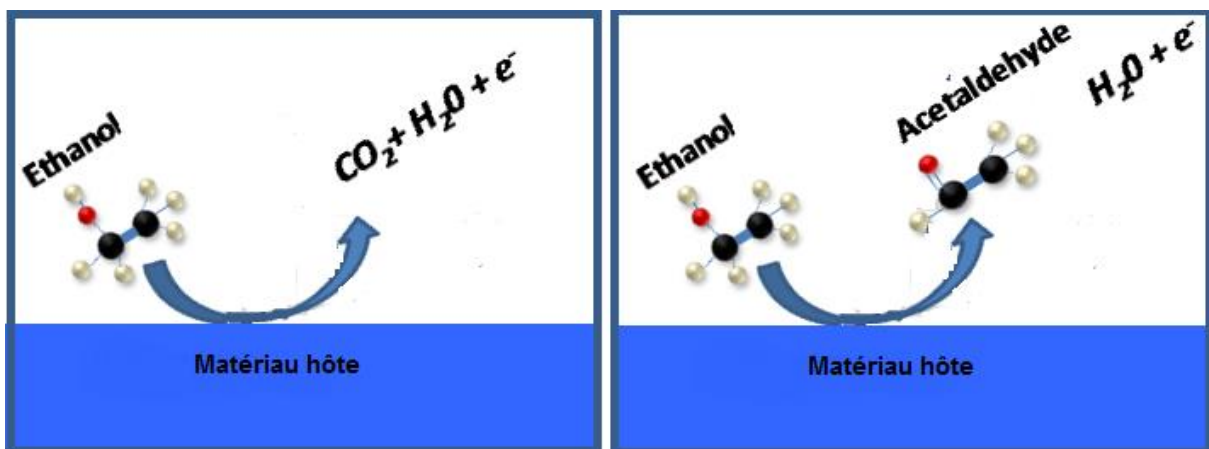
La réversibilité du processus est assurée par la ré-adsorption de l'oxygène ambiant impliquant des électrons de la bande de conduction du matériau hôte :



Le second mécanisme suggéré pour la détection de l'éthanol rend compte de la formation d'acétaldéhyde  $\text{CH}_3\text{-CHO}$  selon le mécanisme suivant :



La réversibilité s'effectuant suivant le processus décrit par l'Equation III-7 [33,34].



*Figure III-11* : Schéma représentant le mécanisme de détection du gaz d'éthanol.

# **Conclusion générale**

Dans ce travail nous avons procédé à l'extraction de la kératine par l'hydrolyse alcaline de la laine du mouton et l'élaboration d'un film biocomposite kératine/ fibre de carbone. Les matériaux ainsi synthétisés ont été déposés sur des électrodes parallèles pour le développement des capteurs de gaz d'éthanol.

Le travail a été effectué en deux parties :

Au cours de la première partie, nous nous sommes intéressés premièrement à l'élaboration des couches minces à base de kératine par un traitement alcalin doux en utilisant une solution NaOH 0.5 N. Puis à la fonctionnalisation des fibres de carbone par un traitement chimique d'acide fort pour but de développer un biocomposite kératine /fibre de carbone. Ensuite, Nous avons caractérisé les matériaux élaborés en utilisant la microscopie électronique à balayage (MEB), la spectrophotométrie UV-Visible et la spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FT-IR).

Les analyses MEB révèlent que la fibre de la laine est enrobée par des écailles qui couvrent la surface de la cuticule. Les films de la kératine présentent une surface poreuse produite par aplatissement des fibrilles extraites de la laine lors de la décomposition. La morphologie du biocomposite kératine/fibres de carbone évalué par MEB a montré que la surface du biocomposite n'est pas poreuse, cela s'explique par la diffusion homogène des renforts dans la surface poreuse de la kératine.

Les résultats des caractéristiques UV -Visible et FTIR ont montré que le traitement alcalin utilisé a préservé la séquence d'acides aminés aromatiques, le squelette carboné du polypeptide et la structure secondaire (amide I, amide II et amide III) qui caractérise les protéines.

La caractérisation par la spectroscopie FTIR de la kératine a montré la présence de plusieurs bandes d'adsorptions. Les bandes  $3298\text{ cm}^{-1}$ ,  $1650\text{ cm}^{-1}$ ,  $1531\text{ cm}^{-1}$  et  $1320\text{ cm}^{-1}$  attribuées respectivement à la superposition d'élongation de la liaison N-H et O-H, au mode amide I, au mode amide II et au mode amide III. Quant au spectre FTIR des fibres de carbone, il a révélé l'introduction de groupes contenant de l'oxygène après le traitement chimique. Nous avons remarqué la présence des bandes d'adsorptions aux environs de  $3154\text{ cm}^{-1}$ ,  $1555\text{ cm}^{-1}$ ,  $1445\text{ cm}^{-1}$ ,  $1164\text{ cm}^{-1}$  et  $936\text{ cm}^{-1}$  attribuées respectivement à la liaison OH, à l'acide

carboxylique ionisé C=O, à la liaison O-H des acides carboxyliques, à la liaison C-O et à la liaison C-H.

Les résultats des analyses UV –Visible ont confirmé la structure de la kératine par l'apparition de deux bandes d'absorption aux alentours de 200 nm et de 282 nm correspondant aux transitions  $\pi \rightarrow \pi^*$  des liaisons peptidiques, des acides aminés aromatiques (le tryptophane, la tyrosine et la phénylalanine), respectivement.

Dans la deuxième partie de ce travail, nous avons étudié la sensibilité des capteurs de gaz d'éthanol à base de deux couches sensibles : kératine pure et un biocomposite kératine/fibres de carbone (2%), chaque couche sensible a été déposée sur des électrodes parallèles constituées d'un tube d'alumine et d'un fil résistif d'alliage nickel-chrome. Les capteurs préparés à base de kératine ont été mis dans un système de détection de gaz, les valeurs de l'impédance (Z) ont été prélevés à des températures allant de 50°C à 210°C pour différentes concentrations du gaz d'éthanol (50 ppm, 70ppm, 100 ppm et 200 ppm) sous différentes valeurs de fréquence (1KHz à 1MHz).

Les résultats ont montré une augmentation de la valeur de sensibilité avec l'augmentation de la température jusqu'à atteindre une valeur maximale de 110°C pour la kératine pure contre seulement une valeur de 90°C pour la couche sensible à base du biocomposite kératine/fibres de carbone. Au-delà de ces températures, on a observé une diminution progressive de la sensibilité pour les deux capteurs. D'après ces résultats, nous avons conclu que l'ajout des fibres de carbone dans la matrice kératine permet de diminuer la température de fonctionnement du capteur. Les résultats ont révélé également que la sensibilité maximale est atteinte pour la même température quelle que soit la concentration du gaz d'éthanol.

Nous avons aussi constaté d'après les courbes de la variation de la sensibilité en fonction de la concentration d'éthanol des différents capteurs que pour le capteur à base du biocomposite la sensibilité augmente avec l'augmentation de la concentration du gaz d'éthanol de 50 ppm à 200 ppm. Alors que pour le capteur à base de la kératine pure, on a remarqué une augmentation de 50 ppm à 100 ppm puis une diminution à partir de 100 ppm. Ce qui peut se traduire par une saturation des sites d'adsorption.

L'étude expérimentale a montré que le capteur de gaz à base de kératine/fibres de carbone (2%) possède une meilleure sensibilité par rapport au capteur à base de kératine. Le capteur à base du biocomposite a enregistré une valeur de sensibilité de 631, tandis que le capteur à base de la kératine pure n'excède pas une valeur de 0,95.

D'après les résultats de cette étude, on peut conclure que l'incorporation de fibres de carbone à la matrice kératine permet de créer un nouveau biocomposite fonctionnel ayant une bonne sensibilité à la détection du gaz d'éthanol.

# **Références bibliographiques**

- [1] BAHOUNINA, P. Développement d'une plateforme de détection de gaz, utilisant un capteur différentiel flexible imprimé à transducteurs micro-ondes et matériaux composites carbonés. 2018. Thèse de doctorat. Université de Bordeaux.
- [2] HAMMOUCHE, H. Conception et réalisation d'un capteur d'humidité à base des polymères hygroscopiques. 2019. Thèse de doctorat. Université Mouloud Mammeri
- [3] CHAOUI, S. Elaboration et caractérisation de nanocomposite à matrice polymère: Approche expérimentale. 2018. Thèse de doctorat. Université Ferhat Abbas - Sétif.
- [4] DALMAS, F. Composites à matrice polymère et nano-renforts flexibles: propriétés mécaniques et électriques. 2005. Thèse de doctorat. Institut National Polytechnique de Grenoble-INPG.
- [5] BOUDJEMA, H. L. Elaboration de matériaux composites biodégradables issus de ressources renouvelables. 2016. Thèse de doctorat. Université d'Oran 2 Mohamed Ben Ahmed
- [6] TADJEDIT, S. Optimisation par un algorithme génétique de l'endommagement de l'interface fibre. 2014. Thèse de doctorat. Université Mohamed Boudiaf des sciences et de la technologie
- [7] LASMI, S. Effets des taux de l'agent traitant et de l'agent compatibilisant sur les propriétés des nanocomposites Polypropylène /Silice. Génie des Polymères. 2014. Université Ferhat Abbas - Sétif.
- [8] GOUMRI, M. Nanocomposites à base de polymères chargés par des nanocarbones: Etudes physico-chimiques et application aux dispositifs électroniques. 2017. Université Sidi Mohammed Ben Abdellah.
- [9] JACQUES, C. Etude de la valorisation des déchets d'origine kératinique par voie thermo-mécano-chimique en vue de l'obtention de filaments continus: cas spécifique de la laine. 2003. Thèse de doctorat. Institut National Polytechnique de Toulouse.
- [10] POURJAVAHERI, F., POUR, S. O., JONES, O. A., SMOOKER, P. M., BRKLJAČA, R., SHERKAT, F., & Shanks R. A. Extraction of keratin from waste chicken feathers using sodium sulfide and l-cysteine. *Process Biochemistry*, 2019, vol. 82, p. 205-214.
- [11] KHEDACHE, S. Elaboration et caractérisation thermomécanique d'un mortier renforcé par des fibres animales. 2011. Thèse de doctorat. Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou.

- [12] HAMOUCHE, H. Caractérisation des fibres kératiniques en vue de leur utilisation comme capteur d'humidité. 2012. Université Mouloud Mammeri.
- [13] PARK, S. J., & HEO, G. Y. Precursors and manufacturing of carbon fibers. In : Carbon Fibers. Springer, Dordrecht, 2015. p. 31-66.
- [14] VEILLERE, A. Drains thermiques adaptatifs: cuivre allié/fibre de carbone. 2009. Thèse de doctorat. Université Sciences et Technologies-Bordeaux I.
- [15] GIRAUD, I. Elaboration d'ensimages thermoplastiques thermostables: influence sur le comportement mécanique des composites PEEK/fibres de carbone. 2011. Thèse de doctorat. Université de Toulouse, Université Toulouse III-Paul Sabatier.
- [16] CHAABANI, C. Composites à fibres de carbone: récupération des fibres par solvolysé hydrothermale. Impact sur la qualité des fibres et valorisation de la phase liquide. 2017. Thèse de doctorat. Ecole des Mines d'Albi-Carmaux.
- [17] KHADOUMA, S. Etude de vieillissement naturel d'un biopolymère renforcé par une charge organique. 2020. Université Mohamed Khider de Biskra.
- [18] SHARMA, M., GAO, S., MÄDER, E., SHARMA, H., WEI, L. Y., & BIJWE J. Carbon fiber surfaces and composite interphases. Composites Science and Technology, 2014, vol. 102, p. 35-50.
- [19] XIE, J., SONG, M., & FU, H. Synthesis and properties of electrical conductive and antibacterial siloxane-modified carbon fiber–silver–acrylate nanocomposites. International Journal of Polymeric Materials and Polymeric Biomaterials, 2018, vol. 67, no 16, p. 951-960.
- [20] ZHANG, J. Different surface treatments of carbon fibers and their influence on the interfacial properties of carbon fiber/epoxy composites. 2012. Thèse de doctorat. Ecole Centrale Paris.
- [21] GHANEM, S. Elaboration et caractérisation des matériaux en couches minces d'oxydes de zinc pour applications capteurs. 2016. Université des Frères Mentouri Constantine.
- [22] MOUSSOUNI, M. A. Etude d'un capteur de gaz à base de TCO: Cas du SnO<sub>2</sub> obtenu par APCVD. 2010. Thèse de doctorat. Université Mouloud Mammeri.
- [23] EROL, A., OKUR, S., COMBA, B., MERMER, Ö., & ARIKAN M. C. Humidity sensing properties of ZnO nanoparticles synthesized by sol–gel process. Sensors and Actuators B: Chemical, 2010, vol. 145, no 1, p. 174-180.

- [24] CÉSAR, C. C. Élaboration et caractérisation de capteurs de gaz à base de nanofils de ZnO. 2013. Thèse de doctorat. Université Paris-Est.
- [25] BENBAIT, R. Synthèse et caractérisation des couches minces de V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. 2019. Thèse de doctorat. Ecole Nationale Supérieure des Mines et de la Métallurgie d'Annaba.
- [26] NIEZBORALA, C. Dynamique de repliement des protéines étudiées par dichroïsme circulaire résolu en temps. 2008. Thèse de doctorat. Ecole Polytechnique.
- [27] SIONKOWSKA, A., SKOPINSKA-WISNIEWSKA, J., KOZLOWSKA, J., PLANECKA, A., & KURZAWA, M. Photo chemical behaviour of hydrolysed keratin. *International Journal Of Cosmetic Science*, 2011, vol. 33, no 6, p. 503-508.
- [28] HAMOUCHE H., MAKHLOUF, S., & LAGHROUCHE, M. Étude et caractérisation des fibres kératinique obtenues par hydrolyse alcaline de la laine du mouton. *Journal of Materials, Processes and Environment*. 2016. Vol.4, no 1. P. 16-20.
- [29] LOQUAIS, Y. Chaînes peptidiques modèles en détente supersonique : refroidissement conformationnel, structures et dynamique des états excités étudiés par modélisation Monte-Carlo, spectroscopies laser et chimie quantique. 2013. Thèse de doctorat. Université Paris Sud-Paris XI.
- [30] Li, X., Li, D., Xu, J., Jin, H., Jin, D., Peng, X., & Wang, X. Calcination-temperature-dependent gas-sensing properties of mesoporous nickel oxides nanowires as ethanol sensors. *Powder Technology*, 2017, vol. 318, p. 40-45.
- [31] HALFAYA, Y. Optimisation, fabrication et caractérisation d'un capteur de gaz à base d'hétérostructure AlGa<sub>N</sub>/Ga<sub>N</sub> HEMT pour des applications automobiles. 2016. Thèse de doctorat. Université de Lorraine.
- [32] SUTKA, A., MEZINSKIS, G., LUSIS, A. & JAKOVLEVS, D. Influence of iron non-stoichiometry on spinel zinc ferrite gas sensing properties. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 2012, vol. 171, p. 204-209.
- [33] CÉSAR, C. C. Élaboration et caractérisation de capteurs de gaz à base de nanofils de ZnO. 2013. Thèse de doctorat. Université Paris-Est.
- [34] SANTRA, S., GUHA, P. K., ALI, S. Z., et al. ZnO nanowires grown on SOI CMOS substrate for ethanol sensing. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 2010, vol. 146, no 2, p. 559-565.

## Résumé

L'objectif de ce travail est la valorisation d'un biopolymère de kératine extrait à partir de la laine de mouton et l'élaboration d'un biocomposite kératine/fibres de carbone pour leur utilisation comme couche sensible dans le domaine de la détection du gaz d'éthanol. Au cours de la première partie, nous nous sommes intéressés premièrement à l'élaboration des couches minces à base de kératine par un traitement alcalin doux en utilisant une solution NaOH 0.5 N. Puis à la fonctionnalisation des fibres de carbone par un traitement chimique d'acide fort pour but de développer un biocomposite kératine /fibre de carbone. Dans la deuxième partie de ce travail, nous avons étudié la sensibilité des capteurs de gaz d'éthanol à base de deux couches sensibles : kératine pure et un biocomposite kératine/fibres de carbone (2%). Les capteurs préparés à base de kératine ont été mis dans un système de détection de gaz, les valeurs de l'impédance ( $Z$ ) ont été prélevés à des températures allant de 50°C à 210°C pour différentes concentrations du gaz d'éthanol à différentes valeurs de fréquence (1KHz à 1MHz). Les résultats obtenus montrent que le capteur de gaz à base de kératine/fibres de carbone (2%) possède une meilleure sensibilité par rapport au capteur à base de kératine. Le capteur à base du biocomposite a enregistré une valeur de sensibilité de 631, tandis que le capteur à base de la kératine pure n'excède pas une valeur de 0,95.

*Mots-clés : kératine, fibres de carbone, biocomposite, capteurs de gaz.*

## Abstract

The objective of this work is the valorisation of a keratin biopolymer extracted from sheep wool and the elaboration of a keratin/carbon fiber biocomposite for their use as a sensitive layer in the field of ethanol gas detection. In the first part, we were interested first in the elaboration of keratin-based thin films by a mild alkaline treatment using a 0.5 N NaOH solution. Then, the functionalization of carbon fibers by a strong acid chemical treatment in order to develop a keratin/carbon fiber biocomposite. In the second part of this work, we studied the sensitivity of ethanol gas sensors based on two sensitive layers: pure keratin and a keratin/carbon fiber biocomposite (2%) . The prepared keratin-based sensors were put in a gas detection system, the impedance values ( $Z$ ) were taken at temperatures ranging from 50°C to 210°C for different concentrations of ethanol gas at different frequency values (1KHz to 1MHz). The results obtained show that the keratin/carbon fiber based gas sensor (2%) has better sensitivity compared to the keratin based sensor. The biocomposite based sensor recorded a sensitivity value of 631, while the pure keratin based sensor does not exceed a value of 0.95.

*Keywords: keratin, carbon fiber, biocomposite, gas sensors.*