

N° d'ordre :

RÉPUBLIQUE ALGERIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

UNIVERSITÉ MOULOUD MAMMERRI DE TIZI-OUZOU
FACULTÉ DES SCIENCES
DÉPARTEMENT DE CHIMIE



MEMOIRE DE MASTER
SPECIALITE : **CHIMIE PHYSIQUE**
THEME :

**ELABORATION ET CARACTERISATION D'UN ALLIAGE
Al-x%Mg (x=0, 3) : APPLICATION COMME CAPTEUR D'HUMIDITE**

Présenté par : BELAIDI LYLIA

Soutenu le 30/09/2023 devant le jury composé de :

CHAOUCHI Ahcène	Professeur	UMMTO	Président
AÏDROUS Hakima	MCB	UMMTO	Encadreur
AMAOUZ Nouara	Professeur	UMMTO	Co-encadreur
SAIDI Malika	MCB	UMMTO	Examinatrice

2022 /2023



Remerciements :

Je remercie au premier lieu le bon Dieu pour m'avoir donné le courage et la volonté pour achever ce travail.

Ce travail a été réalisé au laboratoire de chimie appliquée et génie chimique (LCAGC) de l'UMMTO dans l'équipe céramiques et polymères, sous la direction de madame AMAOUZ Nouara et madame AIDROUS Hakima, respectivement Professeur et Maître de Conférences à l'UMMTO. Je tiens à les remercier pour m'avoir suivi et dirigé durant ce projet ; d'avoir trouvé la patience et le courage d'assurer cette tâche et leur disponibilité. Leur aide et conseils pour la réalisation de ce travail ont été d'un grand apport.

Je remercie profondément le Professeur CHAOUCHI Ahcène directeur du laboratoire LCAGC, UMMTO, pour m'avoir accepté dans son laboratoire et plus particulièrement d'avoir accepté de présider le jury ce mémoire.

Je tiens à remercier également Mme SAIDI Malika Maître de conférences à l'UMMTO, qui me fait l'honneur de participer à ce jury et d'examiner ce travail.

Ainsi que tout ceux qui ont contribué de près ou de loin.





Dédicace :

*Je dédie ce travail à ma chère mère
ma raison de vivre , celle qui m'a encouragé à
aller de l'avant et qui n'a jamais cessé de
croire en moi ,*

*A mon père qui a été présent pour moi ,
A ma sœur Sabrina qui m'a aidé à devenir
meilleure ainsi que son mari Nabil*

A mon frère Azzedine et sa petite famille

Et enfin

A mon cher oncle Hamid



INTRODUCTION GENERALE.....	1
Chapitre I : Synthèse bibliographique	
I. GENERALITES SUR L'ALUMINIUM.....	3
II. PROPRIETES PRINCIPALES DE L'ALUMINIUM.....	3
II.1. Propriétés physiques et chimiques de l'aluminium	3
✓ Conductivité thermique.....	3
✓ Conductivité électrique	4
✓ Tenue à la corrosion	4
✓ Propriétés réfléchissantes	5
II.2. PROPRIETES MECANQUES	5
✓ Légèreté	5
✓ Résistance mécanique.....	5
✓ Ductilité, malléabilité.....	6
✓ Recyclable.....	6
III. DIVERSITE DES ALLIAGES D'ALUMINIUM	6
III.1. Alliages frites.....	7
III.2. Alliages corroyés	7
III.3. Alliages de moulage.....	7
VI. ALLIAGES ALUMINIUM-MAGNESIUM.....	7
VI.1 Généralités.....	7
VI.2. Diagramme d'équilibre Al-Mg.....	8
VI.3. Applications alliages Al-Mg	9
• a. Alliages pour métal d'apport en soudage.....	9
• b. Alliages pour décoration	9
• c. Alliages pour conducteurs électriques	9
V. CAPTEURS.....	10
VI. CAPTEURS D'HUMIDITE	10
VI.1. Air atmosphérique et air humide.....	10
<i>a- Air atmosphérique</i>	10
<i>b- Air humide</i>	10
VI.2. Détermination de l'humidité.....	10
VI.3. Définition de l'humidité relative	11

VI.4. Caractéristiques d'un capteur d'humidité	11
✓ La sensibilité ou la réponse	11
✓ La répétabilité	11
✓ Le temps de récupération	11
✓ Le temps de recouvrement :.....	11
✓ L'hystérésis.....	11
VI.5. Types de capteurs d'humidité	12
✓ Capteur capacitif.....	12
✓ Capteur résistif.....	12
VI.6. Domaines d'utilisations des capteurs d'humidité	12
<i>Chapitre II :Techniques expérimentales</i>	
I. PREPARATION DES ECHANTILLONS	13
I.1 Mélangeage.....	13
I.2. Broyage.....	13
I.3. Mise en forme	14
I.4. Frittage.....	15
II. TECHNIQUES DE CARACTERISATION	16
II.1. Diffraction des rayons x.....	16
II.2. Microscopie électronique a balayage (meb).....	17
II.3. Spectroscopie a énergie dispersive de rayons x (eds).....	18
• Préparation des échantillons.....	18
II.4. Mesures de densité.....	18
III. APPLICATION A LA DETECTION DE L'HUMIDITE	19
III.1. Préparation des solutions salines	19
III.2. Mesure des propriétés de détection de l'humidité	20
IV. ANALYSE PAR SPECTROSCOPIE D'IMPEDANCE COMPLEXE.....	20
<i>Chapitre III :résultats et discussions</i>	
I. CARACTERISATION STRUCTURALES ET TEXTURALES.....	22
I. 1. Caractérisation par diffraction des rayons x.....	22
I. 2. Observations microscopiques et microanalyse.....	23

I.3. Mesures de densité.....	24
II. ETUDE DES PROPRIETES DES CAPTEURS D'HUMIDITE.....	25
II.1. La variation de l'impédance en fonction de rh% différentes fréquences	25
II.2. Sensibilité des capteurs	26
II.3. Cycle d'hystérésis	29
II.4. Diagramme de nyquist.....	30
III. MECANISME DE DETECTION	32
Conclusion	34
Références bibliographiques	
<u>Liste des figures</u>	
Figure I.1 : Diagramme d'équilibre Aluminium-Magnésium	8
Figure I.2: Schéma de principe d'un capteur.....	10
Figure II.1 : Broyeur planétaire « la Pulvérisette 6 de Fritsch ».....	13
Figure II.2: Illustration et image de la presse uni axiale à froid utilisée pour le Compactage de la Poudre.....	14
Figure II.3 : Densification par diffusion à l'état solide, b) Evolution de la structure d'un composant au cours de l'étape de densification	15
Figure II.4 : Cycle thermique de frittage.....	16
Figure II.5 : Diffractomètre de type XPERT-PRO MPD de Panalytical.....	17
Figure II.6 : MEB type FEI modèle quanta 650.....	17
Figure II.7: Dispositif de mesure de la capacité et de l'impédance.....	20
Figure III.1 : Diagramme de DRX des frittés (a) aluminium pur, (b) Al-3%Mg.....	22
Figure III.2 : Microstructure des frittés d'aluminium pur et de l'alliage (Al-3%Mg) en masse.....	23
Figure III.3 : Spectres EDS (a) aluminium pur, (b) Al-3%Mg.....	24
Figure III.4.a : Variations de l'impédance en fonction de RH % des capteurs à différents fréquence. (Al pur) fritté.....	26
Figure III.4.b : Variations de l'impédance en fonction de RH % des capteurs à différents fréquence. (Al-3%Mg) fritté.....	26
Figure III.5 : Variations de la sensibilité en fonction de l'humidité relative pour les deux capteurs Al pur et Al-3%Mg.....	27
Figure III.6: Hystérésis des capteurs à base de : Al-pur et Al-3%Mg.....	29
Figure III.7 : Variations de Z'' en fonction de Z' à différents taux d'humidité pour les deux capteurs : (a) Al pur et (b) Al-3%Mg.....	31
Figure III.8 : Mécanisme de conduction ionique de Grotthuss.....	33
<u>Liste des tableaux</u>	
Tableau I.1 : Les propriétés de l'Aluminium pur	4
Tableau I.2. Familles des alliages d'aluminium.....	6
Tableau II.1 : Les solutions salines et les taux d'humidité.....	20

Tableau III.1. Paramètre de maille des alliages frittés de teneur 0 et 3% en Mg.....	23
Tableau III.2 : Compositions chimiques EDS des échantillons étudiés.....	24
Tableau III. 3 : Valeurs de densité des alliages frittés de teneur 0 et 3% en Mg.....	25

Les capteurs d'humidité sont largement utilisés dans différents domaines tel que l'aéronautique, l'automobile, le médical, l'agriculture et les équipements domestiques. Beaucoup de recherches menées dans les laboratoires et les universités du monde sont consacrées aux développements de capteurs moins chers, capables de générer une grande sensibilité, possédant un temps de réponse faible, une bonne réversibilité et une grande résistance à la température. On peut distinguer deux types de capteurs : capacitif et résistif. Divers matériaux sensibles à l'humidité telles que les oxydes métalliques et les polymères, ainsi que d'autres matériaux composites sont utilisés comme couches sensibles.

Les alliages légers comme l'aluminium et le magnésium, présentent une grande variété d'applications grâce à leurs bonnes propriétés telle que la densité légère et propriétés mécaniques excellentes. Les alliages d'aluminium ont une bonne conductivité électrique ($37,7 \times 10^6 \text{ Sm}^{-1}$) et une bonne résistance à la corrosion grâce à la couche d'oxyde qui se forme naturellement à la surface. Ils sont faciles à mettre en forme et recyclables avec moindre énergie grâce à leur faible température de fusion mais sont non biodégradables. La plupart de ces matériaux sont fabriqués par des techniques classiques (coulée, forgeage).

L'objectif primaire de cette étude est d'élaborer des alliages Al-Mg (série 5000) par l'utilisation de la technique de la métallurgie le poudres ; le frittage. Le deuxième objectif est d'étudier son application comme capteur d'humidité.

Ce mémoire s'articule en trois chapitres :

Le chapitre 1 est une synthèse bibliographique. Cette partie comprend, en premier lieu, les notions essentielles sur l'aluminium et ses alliages (propriétés, classification, leurs caractéristiques mécanique et physique). Ensuite, nous exposerons des rappels sur les capteurs d'humidité et leurs utilisations dans l'industrie.

Le deuxième chapitre est consacré aux techniques d'élaboration et de caractérisations des matériaux frittés.

Les résultats des caractérisations structurales, texturales et électriques obtenus et leurs interprétations sont présentés dans le troisième chapitre.

Enfin, ce mémoire se termine par une conclusion générale qui résume l'ensemble des résultats obtenus.

Dans ce chapitre, nous présentons des généralités sur l'aluminium et ses alliages, en citant ces principales nuances ainsi que ses propriétés et les différentes familles d'alliages d'aluminium. Ensuite, nous rappelons ses domaine d'utilisation et d'application. Nous nous intéressons, par ailleurs, aux capteurs, en particulier les capteurs d'humidité et leurs propriétés.

I. GENERALITES SUR L'ALUMINIUM

L'aluminium est l'élément métallique le plus abondant dans la croûte terrestre (8,3 % en poids) [1] après l'oxygène et le silicium (éléments non métalliques). Il est le métal le plus récemment exploité puisqu'il n'est utilisé industriellement que depuis la fin du XIX^e siècle [2]. Ce développement débute en 1886 avec la présentation de l'électrolyse de l'alumine par Paul Héroult en France et par Charles Martin Hall aux Etats-Unis [3]. L'aluminium est un élément très réactif. À l'état naturel, il n'existe pas sous forme de métal pur mais combiné avec l'oxygène et autres éléments ; principalement dans la bauxite qui est facile à extraire mais sa transformation en aluminium pur est complexe. La production de l'aluminium ne représente que 2% environ de celle des aciers. Cependant, il est le métal le plus utilisé après le fer et l'acier [4]. Les nombreux attributs et qualités de l'aluminium expliquent sa popularité croissante en particulier sa résistance à l'oxydation et sa faible densité [5]. C'est un métal malléable, de couleur argentée.

II. PROPRIETES PRINCIPALES DE L'ALUMINIUM

II.1. Propriétés physiques et chimiques de l'aluminium

L'aluminium, de symbole chimique Al est le 13^{ème} élément de la classification périodique de Mendeleïev. Son état d'oxydation le plus stable est (+III). Il se cristallise dans une maille cubique à faces centrées ($a = 4.05 \text{ \AA}$) à température inférieure à sa température de fusion (660 °C). Les propriétés physico-chimique de l'aluminium sont résumées dans le tableau I.1.

✓ Conductivité thermique

L'aluminium offre une excellente conductivité thermique, de l'ordre de 60% de celle du cuivre, le plus performant des matériaux usuels. La conductivité thermique des alliages d'aluminium dépend de leur composition et de leur état métallurgique. Cette caractéristique a été à l'origine du remplacement dès la fin du XIX^{ème} siècle du cuivre utilisé dans la fabrication des ustensiles de cuisine domestiques et collectifs en alliage d'aluminium. Dès qu'il est question d'échange thermique, l'utilisation de l'aluminium est toujours envisagée. Les applications des

échangeurs en aluminium sont très nombreuses : automobiles, véhicules industriels, aérorefrigerants, climatisation, énergie solaire, refroidisseurs dans l'électronique [6].

Tableau I.1 : Les propriétés de l'Aluminium pur [7].

Propriété	Valeur et caractéristique
Masse molaire atomique	27 g. mol ⁻¹
Système cristallin	Cubique à faces centrées
Densité	2,7
Point de fusion	660,323 °C
Point d'ébullition	2056 °C
Conductivité électrique	37,7×10 ⁶ S·m ⁻¹
Conductivité thermique (20 °C)	217.6 W/m. K.
Coefficient de dilatation	24.10 ⁻⁶ K ⁻¹
Résistance électrique	2,7.10 ⁻⁸ Ohm. m
Résistivité électrique à 20 °C	2.63 μΩ cm
Résistance à la traction	65 à 90 N/mm ²
Module d'élasticité	68000 MPa
Limite d'élasticité (0,2%)	30 à 40 MPa.
Retrait volumique	5.6 %
Rayon atomique	1,43Å
Rayon ionique	0,5 Å

✓ Conductivité électrique

La conductivité électrique de l'aluminium est de l'ordre des deux tiers de celle du cuivre (237 W/m. k à température ambiante), ce qui explique son emploi privilégié dans les applications de transport d'électricité à haute tension sur grande distance [8]. Ainsi un composant conducteur en aluminium, dont la masse est inférieure à celle d'un composant en cuivre, s'échauffe moins. L'aluminium est utilisé dans les câbles téléphoniques, sous terrains et sous- marins, dans la réalisation des postes blindés isolés sous hexafluorure de soufre (SF6), pour la protection contre les champs électriques ou magnétiques [6].

✓ Tenue à la corrosion

La position de l'aluminium dans la série des potentiels électrochimiques le rend très réactif ($E^\circ(\text{Al}/\text{Al}^{3+}) = -1,66 \text{ V/ENH}$), ce qui pourrait faire craindre une grande corrodabilité.

Cette grande réactivité implique une très forte affinité pour l'oxygène, ce qui fait que l'aluminium se recouvre d'une pellicule très dure et adhérente d'oxyde Al_2O_3 qui stoppe la réaction d'oxydation en profondeur et permet à l'aluminium de s'auto protéger par passivation [9]. Cette couche d'oxyde plus ou moins hydratée est caractérisée par une bonne résistance dans les milieux acides contrairement aux milieux basiques, où le métal est violemment attaqué. Le contact physique entre l'aluminium et d'autres matériaux, entraîne des corrosions locales. Par exemple, le contact de l'aluminium avec le fer est susceptible de produire le phénomène de pile. Celui-ci est d'ordre électrochimique et se produit lorsque deux métaux de potentiels électriques différents en atmosphère, sont plongés dans un milieu ionique conducteur (de l'eau légèrement salée, par exemple). Il est donc tout à fait imprudent de concevoir un assemblage hétérogène sans prendre de précautions particulières [9].

✓ **Propriétés réfléchissantes**

L'aluminium possède un pouvoir réfléchissant élevé de la lumière avec un indice de réfraction de l'ordre de 1.44, ce qui, ajouté à son faible poids, en fait un matériau idéal pour les réflecteurs dans les matériels d'éclairage ou les couvertures de survie [10].

II.2. PROPRIETES MECANIQUES

Les propriétés mécaniques de l'aluminium pur sont largement rapportées dans la littérature [11]. L'aluminium possède, à l'état pur, des propriétés mécaniques faibles. Ces dernières peuvent être améliorées considérablement par addition d'éléments sous forme d'alliage ou par traitements thermiques grâce à une combinaison unique de propriétés telles que légèreté, résistance mécanique et résistance à la corrosion, conductivité, ductilité, recyclabilité et de nombreuses autres propriétés.

✓ **Légèreté**

C'est le premier des atouts de l'aluminium. Ce dernier est le plus léger de tous les métaux usuels ; sa masse volumique est de 2700 kg/m^3 , soit trois fois moindres que celle du fer. De ce fait, l'aluminium constitue 80% du poids des avions actuels. Il est très utilisé aussi dans le transport maritime et terrestre rapide TGV, et de plus en plus dans l'automobile [12].

✓ **Résistance mécanique**

L'aluminium commercialement pur possède, à l'état recuit, des propriétés mécaniques faibles. On peut toutefois améliorer considérablement ces propriétés par écrouissage, par addition d'éléments d'alliage ou par traitements thermiques. L'aluminium et ses alliages ont une structure cristalline cubique à faces centrées. Ils font donc preuve, à l'état recuit, d'une

excellente ductilité par rapport aux aciers. Sa ductilité à l'état solide permet de l'usiner facilement. Parmi les principales différences avec l'acier, notons l'élasticité (module de Young) et la densité qui sont trois fois moins élevées. La résistance mécanique et la résistance à la fatigue de l'aluminium sont tout aussi différentes de celles de l'acier. Contrairement à l'acier, la soudure de l'aluminium peut présenter certaines difficultés.

✓ **Ductilité, malléabilité**

L'aluminium, avec une ductilité élevée ($A\% \approx 40\%$), peut être facilement travaillé à basse température et déformé sans se rompre, ce qui permet de lui donner des formes très variées.

✓ **Recyclable**

L'aluminium est recyclable à 100% sans dégradation de ses propriétés. Son recyclage ne nécessite que peu d'énergie : 5% seulement de l'énergie utilisée pour la production de métal primaire

III. DIVERSITE DES ALLIAGES D'ALUMINIUM

L'aluminium est capable de s'associer avec un grand nombre d'autres éléments d'alliages donnant ainsi naissance à beaucoup d'alliages différents ayant un faisceau de propriétés très large et permettant de satisfaire un grand nombre d'applications. Les alliages d'aluminium sont classés en sept familles selon l'élément d'alliage principal (Tab. I.2) et la huitième famille pour les alliages qui ne peuvent pas figurer dans les 7 premières séries [3,13,14].

Tableau I.2. Familles des alliages d'aluminium.

Série	Système
1000	Aluminium non allié
2000	Aluminium allié au cuivre
3000	Aluminium allié au manganèse
4000	Aluminium allié au silicium
6000	Aluminium allié au magnésium et au silicium ;
7000	Aluminium allié au zinc et au magnésium
8000	Divers

Dans chaque famille, les différents alliages ont des caractères communs mais ont aussi chacun leurs propres caractéristiques (Tableau. I.2). Les éléments d'alliage les plus courants sont le

magnésium, le silicium, le cuivre, le manganèse et le zinc, seuls ou en combinaison. Les teneurs sont en général de l'ordre de quelques pourcents % [14]. Les alliages d'aluminium peuvent être rangés en trois familles principales selon la technique d'élaboration ; on distingue :

III.1. Alliages frittés

La technique du frittage est très prometteuse pour l'obtention d'alliages d'aluminium à performances élevées et à faible coût. Elle comprend comme étapes la préparation de mélanges, dégazage et compression à basse ou haute température suivi d'un frittage (consolidation) et mise en forme [15].

III.2. Alliages corroyés

Les alliages corroyés sont obtenus par des procédés de déformations plastiques à chaud, coulés en plaques ou billettes puis transformés à chaud par laminage, forgeage, matriçage... Les principales propriétés requises de ces alliages sont : résistance mécanique, ductilité, résistance à la propagation des fissures, résistance à la fatigue, résistance aux multiples formes de corrosion, conductibilité électrique [16,17].

III.3. Alliages de moulage

Les alliages de moulage sont obtenus par coulées dans des moules en sable, ou en coquille, ou sous pression. Leurs caractéristiques mécaniques dépendent de leur composition chimique, les modes d'élaboration et de coulée ainsi que des traitements thermiques ou mécaniques. Selon les applications, ils présentent de bonnes qualités telles que coulabilité, retrait faible à la solidification et aucune formation de criques. Une grande part des alliages de moulage provient de métal recyclé refondu [17,18].

VI. ALLIAGES ALUMINIUM-MAGNESIUM

VI.1 Généralités

L'addition du magnésium à la matrice de l'aluminium donne une bonne dureté, une bonne soudabilité et une résistance à la corrosion favorable [19]. Les alliages dans lesquels le magnésium constitue le principal élément sont utilisés dans les coques de bateaux, les planches de passages et d'autres produits exposés aux milieux marins, en raison de leur excellente résistance à la corrosion [6,20].

Les alliages « aluminium-magnésium » présentent certaines caractéristiques qui peuvent être énumérées comme suit [19] :

- ✓ Des caractéristiques mécaniques proportionnelles au taux de magnésium ;

- ✓ Une bonne aptitude à la déformation, qui diminue avec l'augmentation du taux de magnésium ;
- ✓ Une très grande susceptibilité à la corrosion inter-granulaire et la corrosion sous contrainte pour les forts pourcentages de magnésium et l'exposition à des températures supérieures à 60°C, en particulier en atmosphère marine ou dans l'eau de mer ;
- ✓ Un excellent comportement à la soudure ;
- ✓ Un bon comportement aux basses températures, d'où leur application en cryogénie [14].
- ✓ Possibilité de présenter de belles surfaces par brillantage ou anodisation (bonne pour décoration) lorsqu'ils sont élaborés à partir d'aluminium suffisamment pur. [21,22]
- ✓ Usinage facile.

VI.2. Diagramme d'équilibre Al-Mg

Le diagramme de phases permet de prédire quelles seront les phases en présence et leurs proportions respectives, à toute température, mais toujours aux conditions d'équilibre.

Le diagramme d'équilibre Aluminium – Magnésium est représenté sur la figure (I.1). On constate que la solubilité du magnésium dans la phase mère α est aux environs de 17% en masse à une température de 450°C, cette concentration diminue avec l'abaissement de la température pour atteindre la valeur de 1.4% à la température ambiante.

Les alliages Al-Mg forment une solution solide mais la variation importante de solubilité de Mg et sa faible vitesse de diffusion à l'état solide, font que les alliages contenant plus de 6% de Mg ne sont pas homogènes à l'état brut de coulée : on trouve α et l'eutectique $\alpha+\beta$. Un traitement d'homogénéisation est alors nécessaire (voir figure I. 1).

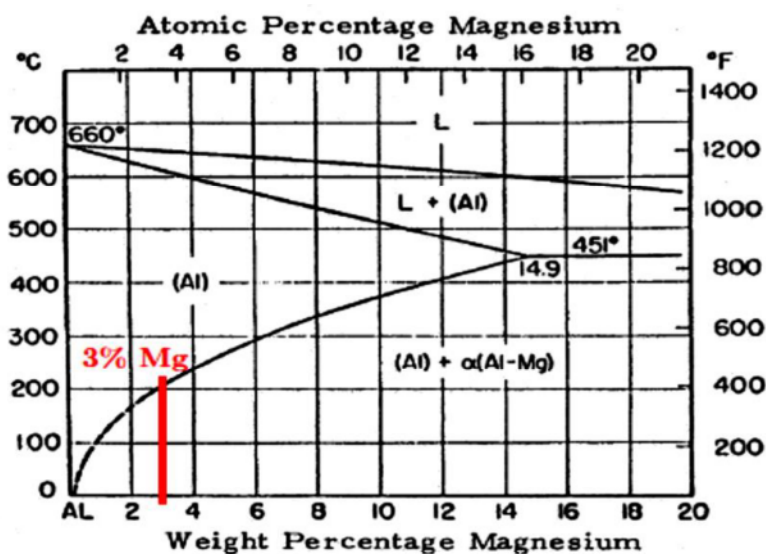


Figure I.1 : Diagramme d'équilibre Aluminium-Magnésium [23].

VI.3. Applications alliages Al-Mg

Les alliages légers d'aluminium et le magnésium sont largement utilisés dans les applications technologiques et industrielles. On cite ci-dessous quelques applications :

a. Alliages pour métal d'apport en soudage

En raison de leur bonne soudabilité opératoire, les alliages Al-Mg sont très utilisés en tant que métal d'apport lors du soudage des différents alliages d'aluminium. Différentes nuances d'alliages ont été spécialement mises au point à cet égard, tant du point de vue composition (présence de titane pour affiner le grain de la zone fondue, de béryllium pour limiter l'oxydation) que du point de vue fabrication du fil lui-même (états de surface spéciaux). [24,25]

b. Alliages pour décoration

Ils sont spécialement adaptés à la décoration en raison des beaux états de surface obtenus après brillantage ou oxydation anodique et de leur très bonne résistance à la corrosion. [24,25]

c. Alliages pour conducteurs électriques

L'alliage **5000** peut être utilisé sous forme de fils élaborés par des procédés de coulée et laminage en continu pour des applications électriques :

- ✓ Conducteurs nus et aériens de lignes de transport et de distribution d'électricité. Les fils écrouis à l'état H19 présentent, par rapport aux fils en aluminium non allié, une résistance mécanique supérieure (*résistance à la rupture supérieure à 230-275 MPa suivant le diamètre du fil, par contre 160-200 MPa pour l'aluminium non allié*) ; mais, en contrepartie, la conductivité électrique de l'alliage **5000** décroît du fait de la présence de magnésium.
- ✓ Câbles souples isolés. [24,25]

V. CAPTEURS

Un capteur est un dispositif électronique capable de transformer une grandeur physique, chimique ou biologique en une grandeur électrique, généralement une tension ou un courant électrique. On parle aussi de transducteur (**figure I.2**), puisque la grandeur physique d'entrée est généralement transformée en une autre grandeur physique de sortie comme un signal électrique tel qu'un courant, une tension, une charge, une impédance, etc.

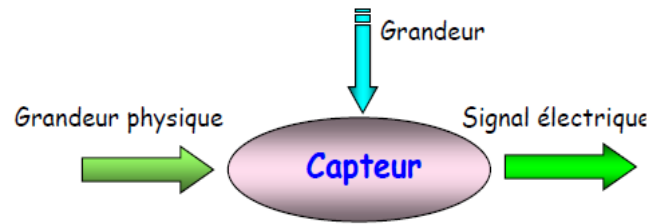


Figure I.2: Schéma de principe d'un capteur

VI. CAPTEURS D'HUMIDITE

VI.1. Air atmosphérique et air humide

a- Air atmosphérique

D'après l'Organisation de l'Aviation Civile International (OACI), l'air sec est défini par les postulats suivants [26] :

- ✓ L'air est considéré comme un gaz parfait ;
- ✓ L'humidité est négligée ;

b- Air humide

L'humidité exprime la présence d'un mélange d'air sec et de vapeur d'eau dans l'air ambiant. En général, quand on parle de mesure d'humidité, on fait allusion au taux d'humidité exprimé en (%) qui est en fait l'humidité relative. La détermination de cette mesure est complexe, car elle est étroitement liée à d'autres grandeurs physiques telles que la température et la pression [26].

VI.2. Détermination de l'humidité

La détermination de l'humidité est basée sur la quantité de vapeur d'eau par unité de la masse de l'atmosphère. Comme tous les gaz dans l'atmosphère, la vapeur d'eau constitue une partie finie de toute la pression atmosphérique. Cette pression partielle de vapeur d'eau est proportionnelle au contenu d'humidité atmosphérique et fournit ainsi une mesure de la quantité absolue d'humidité dans l'air. Si un échantillon d'air est saturé de molécules d'eau à une température donnée, il atteint, par la suite, un état d'équilibre dans lequel le taux des molécules d'eau sortants du liquide est le même que le taux des entrants au liquide. En conséquence, le contenu de vapeur d'eau dans l'air et la pression de vapeur d'eau devient constant. La pression de vapeur dans cet état s'appelle la pression de vapeur d'eau de saturation et elle augmente avec l'augmentation de la température [27].

VI.3. Définition de l'humidité relative

L'humidité relative est le rapport entre la pression partielle de vapeur d'eau dans un gaz (PW) et la pression de vapeur saturante (la pression à laquelle la phase gazeuse d'une substance est en équilibre avec sa phase liquide ou solide) à une température donnée [Pw (sat)] [28].

$$HR(\%) = \left[\frac{PW}{PW_{sat}} \right] \times 100 \quad (I.1)$$

VI.4. Caractéristiques d'un capteur d'humidité

L'humidité relative est une caractéristique importante de l'environnement qui doit être mesurée et contrôlée dans différents domaines tel que l'industrie gazière, l'industrie pharmaceutique, l'industrie agroalimentaire, l'équipement électronique et médicale [29].

Le principe de fonctionnement d'un capteur d'humidité est basé sur la variation des propriétés électriques (impédance électrique ou capacité) due à l'adsorption des molécules d'eau à la surface d'une couche sensible. De manière générale, on distingue les critères de performances suivants utilisés pour évaluer la qualité d'un capteur : sensibilité élevée - hystérésis faible, - temps de réponse et la stabilité [30, 31]. Ces différentes propriétés sont définies ci-dessous.

❖ **La sensibilité ou la réponse** : c'est la relation entre les variations du signal du capteur et la concentration en humidité. Elle est calculée à partir des variations de la capacité (Cp) ou l'impédance (Z) par rapport aux valeurs de l'humidité relative. la réponse d'humidité est définie par la relation suivante :

$$R = \left(\frac{C_{RH} - C_{12}}{C_{12}} \right) \times 100 \quad (I.2)$$

Où C_{12} et C_{RH} représentent respectivement la capacité à $RH=12\%$ et à certain niveau d'humidité relative (RH).

Plus un capteur est sensible plus la mesure pourra être précise. C'est une caractéristique importante pour l'exploitation et l'interprétation des mesures.

❖ **La répétabilité** : Elle exprime reproductibilité de la mesure de l'impédance (Z) du film exposé à une humidité relative de plus petite au plus grande.

❖ **Le temps de récupération** : c'est le temps requis pour revenir à la valeur de base du signal.

❖ **Le temps de recouvrement** : c'est l'une des caractéristiques les plus importantes pour évaluer les performances des capteurs d'humidité, il est défini comme le temps pris par le film pour réaliser 90 % de sa variation totale de capacité (ou l'impédance).

❖ **L'hystérésis** : est une caractéristique importante d'humidité définie par la relation

$$Y_H = \frac{\Delta C_{max}}{Y_{FS}} \times 100 \quad (I.3)$$

Où $\Delta C_{max} = C_{p\ ads} - C_{p\ des}$: représente la variation maximale de la capacité pendant le cycle de l'humidité à certain niveau d'humidité relative

$Y_{FS} = C_{p\ RH=89\%} - C_{p\ RH=12\%}$: est le rendement complet de la capacité ou la valeur la plus élevé de la capacité.

VI.5. Types de capteurs d'humidité

Suivant la variation des propriétés électriques mesurées en fonction du taux d'humidité relatives, les capteurs sont classés dans deux catégories : capteur résistif [32] et capteur capacitif [33].

❖ Capteur capacitif

Représentant la majeure partie des systèmes dotés d'un capteur d'humidité. Ils sont basés sur la variation de capacité d'une couche diélectrique exposée à un changement du taux d'humidité [34].

❖ Capteur résistif

Les capteurs résistifs sont basés sur le changement d'impédance d'une couche sensible après adsorption d'humidité. Le circuit électrique est simple et de faible coût de fabrication [35].

VI.6. Domaines d'utilisations des capteurs d'humidité

Le taux d'humidité la température comptent parmi les grandeurs physiques les plus fréquemment mesurées, de par l'influence de ces paramètres sur le fonctionnement des systèmes [36]. La miniaturisation des dispositifs a généralisé la diffusion des capteurs. Les champs d'application comprennent :

- ✓ Agroalimentaire où l'humidité joue un rôle dans l'altération de stocks et développement de moisissure.
- ✓ Pharmaceutique où le taux d'humidité des produits sous forme de poudre doit être étroitement contrôlé.
- ✓ Industrie gazière, une pollution de gaz par l'humidité pouvant entraîner un changement de la composition chimique.
- ✓ Agriculture, où le taux d'humidité est prépondérant dans le développement des cultures.....
- ✓ Médicale : mesure du taux d'humidité de l'air expiré, détection de fuite dans un système fluide de traitement du sang...
- ✓ Électronique, et notamment la fiabilité des systèmes.

Dans ce chapitre nous détaillerons le procédé d'élaboration de la poudre initiale et les produits frittés, par la suite nous présenterons les différentes techniques de caractérisations utilisées.

I. PREPARATION DES ECHANTILLONS

I.1 Mélangeage

Cette étape consiste l'élaboration d'un alliage Al-Mg, à partir de poudre de Al et de Mg purs. La composition désirée est réalisée par pesage au moyen d'une balance Denver instrument SI-2002 (max 2000g-d=0.01g). Le mélange de poudres a été traité au turbula pendant deux heures dans des flacons en plastique afin d'avoir une poudre homogène.

I.2. Broyage

Cette étape consiste à homogénéiser la mixture de poudre et affiner la taille des grains, ce qui augmente la surface de contact des réactifs [37].

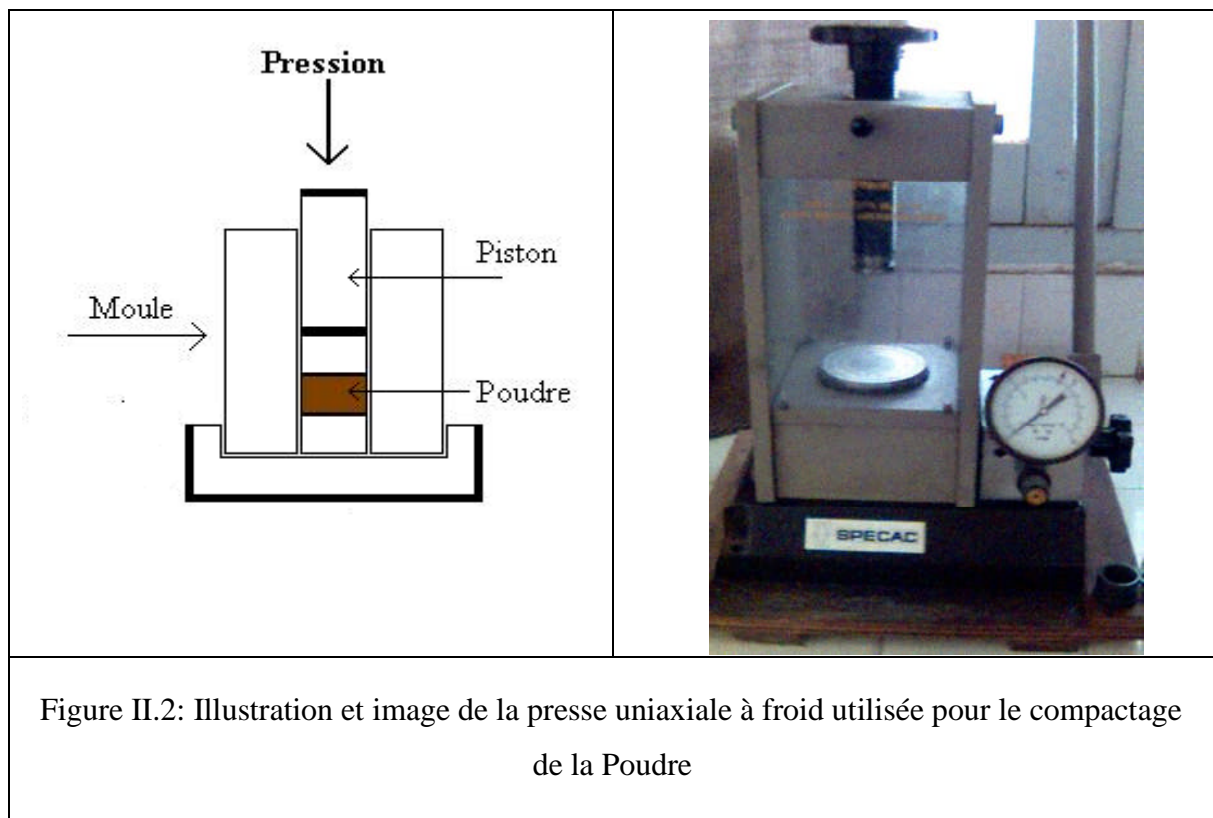
Le broyeur utilisé dans cette étude pour l'élaboration de nos échantillons est un broyeur mono planétaire à bille Pulvérisette P6 de Fritsch., avec une jarre en acier inoxydable et des billes en agate. On a utilisé deux tailles des billes à une vitesse de broyage fixée $V = 300$ tr/min pendant 3 heures (figure II.1).

	<ul style="list-style-type: none">-La vitesse : 300 /mn à ne pas dépasser-Le rapport masse/billes(1/10) à respecter-3Kg à ne pas dépasser(la contre masse)-Bien nettoyer la jarre après chaque manipulation
Figure II.1 : Broyeur planétaire « la Pulvérisette 6 de Fritsch »	

I.3. Mise en forme

Ce type de mise en forme permet généralement d'atteindre des densités relatives en cru (avant frittage) de l'ordre de 60 à 70% de la densité théorique du matériau.

Pour faciliter le compactage de la poudre. Cette dernière est mélangée à un liant organique l'alcools polyvinyliques ((PVA) commercialisé sous le nom de rodoviol, dilué dans un milieu aqueux à 5% en poids). Ce liant organique permet d'améliorer la tenue mécanique à cru des échantillons pressés et d'assurer un démoulage plus aisé. Cette dernière est séchée à 100°C et désagglomérée manuellement dans un mortier en agate pour obtenir une poudre fine. La poudre est ensuite pressée sous forme de pastille de 13mm de diamètre à l'aide d'une presse uniaxiale. La pression exercée correspond à l'application d'une charge de 60Kn (figure II.2). Après la compression uniaxiale, on obtient des comprimés qui ont une bonne résistance mécanique, ce qui permet de les manipuler sans risque.



I.4. Frittage

Le frittage est un processus de traitement thermique conduisant à la consolidation d'un agglomérat à partir de poudres plus ou moins fines. Ce processus s'effectue grâce à la formation de liaisons entre les grains. Le frittage est accompagné d'un retrait (réduction des dimensions de la pièce) et par conséquent une densification (réduction de volume de la pièce). Le cycle de frittage comprend généralement une étape de chauffage à la température de frittage, un palier isotherme et finalement un refroidissement.

L'élimination du liant ajouté à la poudre avant la mise en forme se déroule au début de chauffage. Le palier isotherme permet la réduction des liaisons inter particulaires et la densification du matériau et entraîne parfois un grossissement des grains (diminution du nombre de grains) [38].

On distingue communément trois étapes dans le frittage qui se produisent successivement pendant la montée en température et le palier de frittage :

- ✓ Réarrangement et formation des ponts, quelque fois favorisées par la présence d'une phase liquide.
- ✓ Densification et élimination des porosités inter granulaires.
- ✓ Grossissement des grains et élimination progressive des porosités fermées (figure II.3).

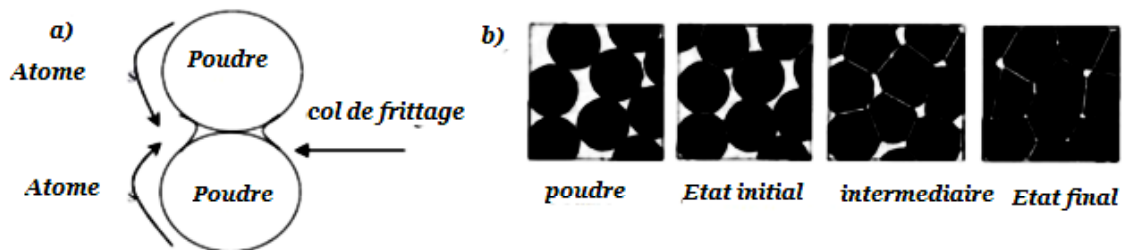


Figure II.3 : a) Densification par diffusion à l'état solide, b) Evolution de la structure d'un composant au cours de l'étape de densification [39].

Frittage naturel et frittage sous charge peuvent eux-mêmes être divisés en trois modes, suivant les réactions qui se produisent pendant la consolidation :

- ✓ Le frittage en phase solide (tous les constituants restent solides).
- ✓ La vitrification (apparition d'une phase vitreuse).
- ✓ Le frittage en phase liquide (apparition d'une quantité de liquide suffisante pour le frittage).

Il est également possible de distinguer le frittage non réactif ($A \rightarrow A$), c'est-à-dire sans aucune réaction chimique, du frittage réactif ($A + B \rightarrow C$).

Nos échantillons ont été frittés sous vide, dans un four programmable, pendant 5 heures à 550°C avec une vitesse de $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ en montée/descente en température. Le schéma de processus de frittage est représenté dans la figure II.4.

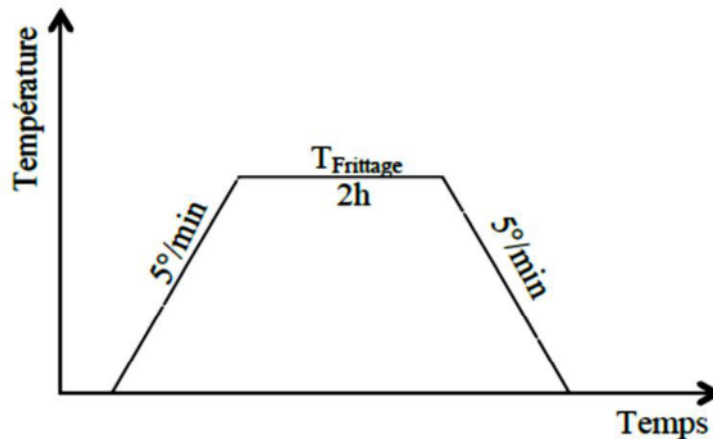


Figure II.4 : Cycle thermique de frittage

II. TECHNIQUES DE CARACTERISATION

II.1. Diffraction des rayons x

La diffraction des rayons x (DRX) a été utilisée dans le but d'accéder à des informations qualitatives et quantitatives sur les matériaux polycristallins (poudres, céramiques, métaux et alliages métalliques). Le diagramme de diffraction des rayons X est un bon moyen pour donner avec précision les informations suivantes :

- ✓ L'analyse de la position des pics de diffraction permet de connaître : la structure, la composition de la solution solide et l'identification des phases ;
- ✓ La variation de position d'un pic de diffraction peut informer sur les contraintes résiduelles ;
- ✓ D'après la variation de l'intensité et la forme d'un pic on peut distinguer les structures cristallographiques et estimer la taille de grain cristallite.

L'identification des phases a été effectuée à l'aide d'un diffractomètre **XPERT-PRO MPD de Panalytical** (figure II.5).



Figure II.5 : Diffractomètre de type XPERT-PRO MPD de Panalytical.

II.2. Microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage est un appareil qui permet d'observer et d'analyser qualitativement la morphologie de l'échantillon : la microstructure, la taille et la forme des grains élémentaires ou agglomérats. Le fonctionnement 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. Les images sur une fracture d'un échantillon permettent d'obtenir des informations générales sur son état de densification, l'organisation ou l'arrangement des grains et la porosité. Les micrographies sont réalisées à l'aide du microscope électronique **FEI** modèle **quanta 650** (figure II.6).

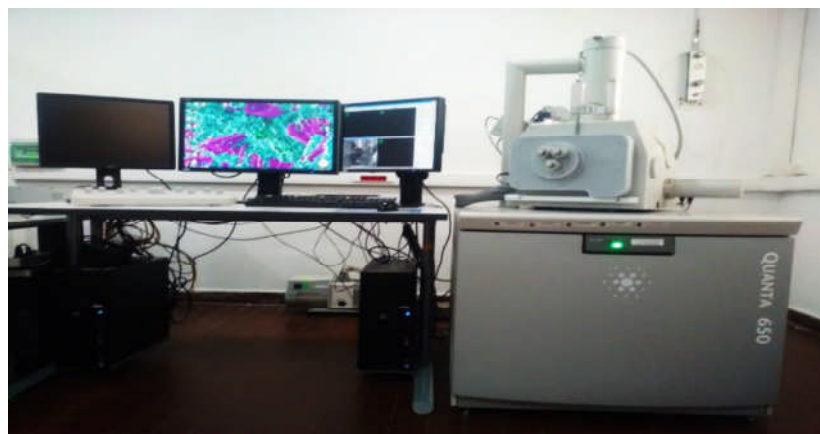


Figure II.6 : MEB type FEI modèle quanta 650.

II.3. Spectroscopie à énergie dispersive de rayons X (EDS)

La spectroscopie de dispersion d'énergie (analyse EDS) permet de faire des analyses de compositions chimiques des éléments des différentes phases présentes dans l'échantillon analysé. Ces analyses sont effectuées sur un microscope électronique à balayage MEB type **FEI** modèle **quanta 650**, équipé d'un spectromètre de dispersion d'énergie. En analysant le nombre et l'énergie des photons émis par l'échantillon, il est possible de connaître la composition chimique de l'échantillon au point d'analyse de volume en général d'environ 1µm.

• Préparation des échantillons

Pour observation au MEB, les échantillons d'alliage nécessitent des polissages mécaniques, suivi d'une attaque chimique par le réactif de Keller. L'attaque est effectuée pendant un temps fixé (30 seconds-2mn), après attaque, l'échantillon est soigneusement lavé à l'eau puis sécher.

La composition chimique du réactif de Keller est la suivant :

- ✓ Acide nitrique (HNO₃) :2.5ml.
- ✓ Acide chlorhydrique (HCl) : 1.5 ml.
- ✓ Acide fluorhydrique (HF) : 1 ml.
- ✓ Eau distillée (H₂O) : 95 ml.

II.4. Mesures de densité

La densité relative ou compacité (taux de densification), définie par la relation (II-1), donne les premières informations sur l'état de densification du matériau après le frittage. Plus on élimine la porosité, plus la densité relative est élevée (matériau dense).

$$d = \frac{\rho_{exp}}{\rho_{thé}} * 100 \quad (\text{II.1})$$

$\rho_{thé}$: Masse volumique théorique. Elle est donnée par la relation suivante [40]

$$\rho_{thé}(mélange) = \frac{100}{\frac{X}{d_{th}(A)} + \frac{Y}{d_{th}(B)}} \quad (\text{II.2})$$

$d_{th}(A)$ et $d_{th}(B)$: densités théoriques respectivement des constituants purs A et B.

Dans notre étude : * Constituant A = Aluminium * Constituant B = Magnésium ;

X et Y et les quantités (%) des constituants A et B ;

ρ_{exp} : Masse volumique expérimentale calculée par la poussée d'Archimède expérimentalement. Elle tient compte de la porosité fermée et de la porosité ouverte.

Les mesures ont été faites à température ambiante dans de l'eau distillée à l'aide d'une balance électronique.

- L'échantillon est pesé à l'air (m_s). Ensuite, on le pèse dans l'eau distillée (m_i).

L'échantillon ainsi imprégné d'eau distillée est essuyé avec un papier humide (m_h).

La masse volumique ρ_{exp} est ensuite calculée à partir des différentes masses mesurées précédemment selon l'équation suivante :

$$\rho_{exp} = \frac{m_s}{m_h - m_i} \rho_{eau} \quad (\text{II.3})$$

m_s : masse de l'échantillon sec.

m_i : masse de l'échantillon immergé.

m_h : masse de l'échantillon humide.

ρ_{eau} : densité de l'eau distillée = 1 g/cm³

III. APPLICATION A LA DETECTION DE L'HUMIDITE

III.1. Préparation des solutions salines

Une solution saline saturée est une solution saturée d'un sel spécifié en équilibre thermodynamique entre trois phases (solide, liquide, gazeuse), obtenues à température ambiante et une pression atmosphérique [41]. La préparation des solutions salines est simple et rapide. Les solutions ont été préparées en faisant dissoudre, sous agitation magnétique constante, du sel correspondant à l'humidité relative dans 200 ml d'eau distillée jusqu'à ce que le sel ne dissolve plus dans l'eau. Ensuite, les solutions salines préparées sont versées dans des flacons bien fermés et conservées à l'abri de la lumière.

Après 36 heures, l'humidité relative de l'atmosphère au-dessus de la solution saline saturée va s'équilibrer à une valeur d'humidité relative qui est en fonction du sel utilisé et la stabilité de la température de la solution [41].

Les solutions salines réalisées pour produire des milieux avec un taux d'humidité relative contrôlé sont : MgCl₂, NH₄(NO₃), NaCl, KCl, KNO₃ et le gel de silice. La valeur de l'humidité relative est déterminée en utilisant un thermo-hygromètre.

Le tableau suivant regroupe les différentes solutions salines utilisées avec le taux d'humidité correspondant. (On note que l'humidité relative du gel de silice est de 12%)

Tableau II.1 : Les solutions salines et les taux d'humidité

Solutions salines	MgCl ₂	MgNO ₃	NH ₄ (NO ₃)	NaCl	KCl	K ₂ SO ₄
Taux d'humidité (%)	30	50	60	70	79	89

III.2. Mesure des propriétés de détection de l'humidité

La figure II.7 montre notre schéma du système de détection que nous avons réalisé. Le dispositif de mesure final est composé d'une enceinte étanche qui porte la solution saline, un thermo hygromètre pour mesurer l'humidité relative et les capteurs, dont les extrémités reliées à l'impédancemètre, sont placés à l'intérieur de l'enceinte. Les mesures de la capacité et l'impédance ont été réalisées, sous une tension de 1 V, à différentes valeurs de fréquence. Toutes les mesures ont été effectuées en mode d'adsorption et de désorption afin d'évaluer la réversibilité (hystérésis).



Figure II.7: Dispositif de mesure de la capacité et de l'impédance.

IV. ANALYSE PAR SPECTROSCOPIE D'IMPEDANCE COMPLEXE

La spectroscopie d'impédance complexe (SIC) est une technique de caractérisation puissante non destructive, largement utilisée pour analyser les matériaux [42, 43]. Elle permet de déterminer les propriétés de conduction (électronique et ionique), en séparant la contribution

des différents éléments constituant le matériau (grains, joints de grains, électrodes et défauts...) [44].

La spectroscopie d'impédance consiste à mesurer l'impédance électrique Z et la capacité C_p en fonction des fréquences d'entrée. Dans cette étude la gamme des fréquences étudiée est de 100Hz à 1MHz. L'impédance peut être décrite comme une quantité composée d'une partie réelle (Z') et une partie imaginaire (Z''), telle que :

$$Z = Z'(\omega) + jZ''(\omega)$$

Cette technique nous permet de tracer dans le plan, les variations de « $-Z''(\Omega)$ en fonction de $Z'(\Omega)$ » pour différentes valeurs de « ω ». Cette représentation est appelée diagramme de Nyquist.

Avec :

$\omega = 2\pi f$	ω : La pulsation
$Z' = R_s$	Z' : La partie réelle (Ω)
$Z'' = R_s / \tan\delta$	Z'' : la partie imaginaire (Ω)
Tan δ : Les pertes diélectriques	R_s : Résistance en série (Ω).

L'appareil utilisé est de type Impédancemètre HP 4284A (20Hz-1MHz) (figure II.7).

Ce chapitre est consacré à la présentation et l'interprétation des résultats des caractérisations structurale, texturale et électriques des matériaux frittés

I. CARACTERISATION STRUCTURALES ET TEXTURALES

I.1. Caractérisation par diffraction des rayons x

Les résultats de la diffraction des rayons X des pastilles d'aluminium pur et de l'alliage (Al-3%Mg) en masse, frittées sous vide pendant 5 heure à 550°C dans les mêmes conditions opératoires, sont rassemblés dans la figure III.1.

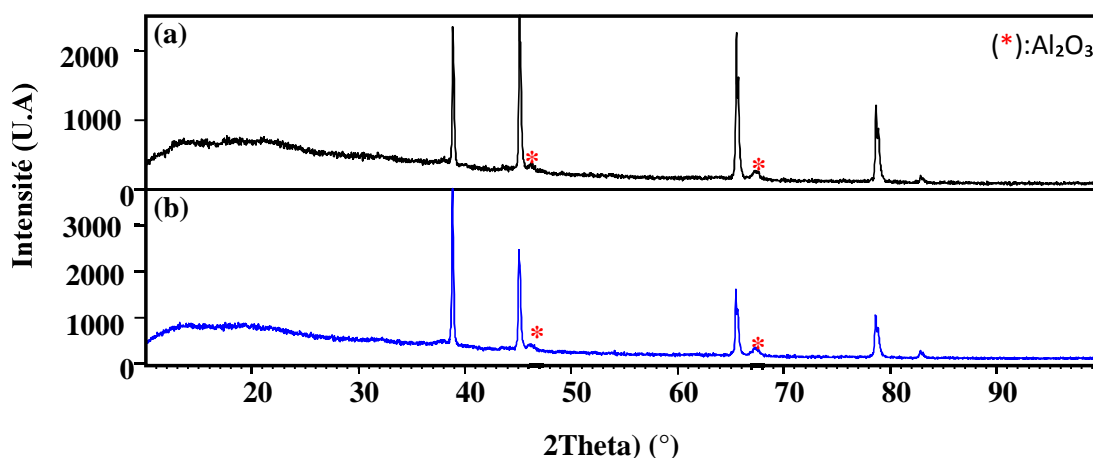


Figure III.1 : Diagramme de DRX des frittés (a) aluminium pur, (b) Al-3%Mg.

Le diffractogramme du fritté d'aluminium pur (Fig. III.1.a), révèle les raies propres de Al selon la fiche JCPDF n° [98-005-3775] accompagnées de deux pics de très faible intensités (*). Ces pics sont indexés comme étant l'alumine (Al_2O_3) conformément à fiches d'identification JCPDF n° [00-013-0373]. La formation de cet oxyde est due à la présence d'oxygène résiduel dans l'atmosphère de frittage.

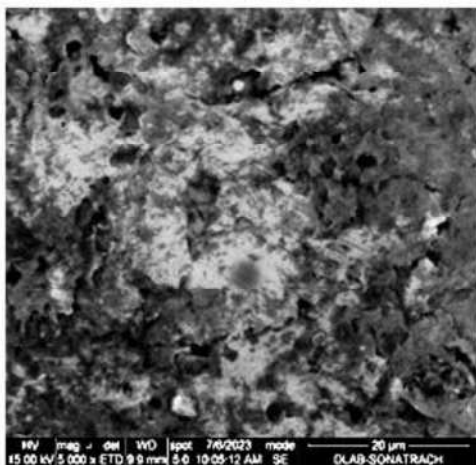
Sur le diffractogramme de l'alliage (Al-3%Mg) nous remarquons la présence des pics caractéristiques de l'aluminium et ceux de l'oxyde d'aluminium uniquement. Aucun pic caractéristique de Mg est observé ceci peut être dû à la faible quantité de Mg incorporée dans la matrice de Al. Toutefois, il est important de noter une augmentation de l'intensité des pics et un léger décalage vers les petits angles (Figure III.1. b). Ce décalage des pics est dû à une augmentation du paramètre de maille suite à l'ajout de Mg (Tableau 1). Ces résultats confirment la formation d'une solution solide de substitution de magnésium dans l'aluminium.

Tableau III.1. Paramètre de maille des alliages frittés de teneur 0 et 3% en Mg.

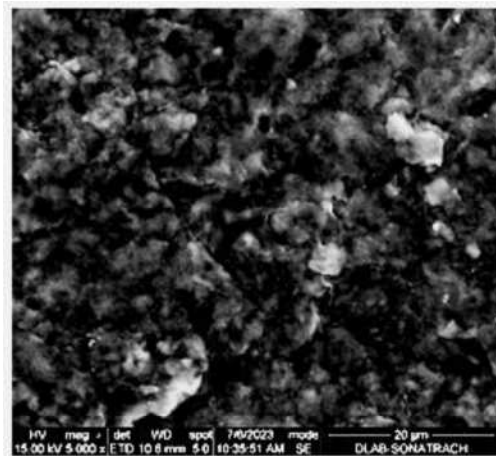
Frittés (Al-x%Mg)	Paramètre de maille (Å)
0	4.029303
3	4.031532

I. 2. Observations microscopiques (MEB) et microanalyse par EDS

Les observations microstructurales au microscope électronique à balayage des frittés d'aluminium pur et de l'alliage (Al-Mg) 3% en masse (figure III.2), montrent une porosité importante en surface. Elle est plus marquée dans le composé Al-3%Mg. La résolution du microscope ne permet pas d'observer la forme et la taille des grains mais on peut voir des grains de taille nanométrique noyés dans le volume de l'alliage Al-3%Mg. Contrairement à celle de l'aluminium pur où les grains semblent plus liés. La présence de cette porosité montre que la température de frittage est insuffisante pour la densification complète du matériau.



Aluminium pur fritté



Alliage (Al-3%Mg) fritté

Figure III.2 : Microstructure des frittés d'aluminium pur et de l'alliage (Al-3%Mg) en masse.

La microanalyse X couplée au microscopie électronique à balayage (figure III.3) confirme la coexistence des éléments Al et Mg, de plus les spectres EDS identifient clairement les raies d'émission de l'oxygène, que l'on peut attribuer à la formation de α -Al₂O₃.

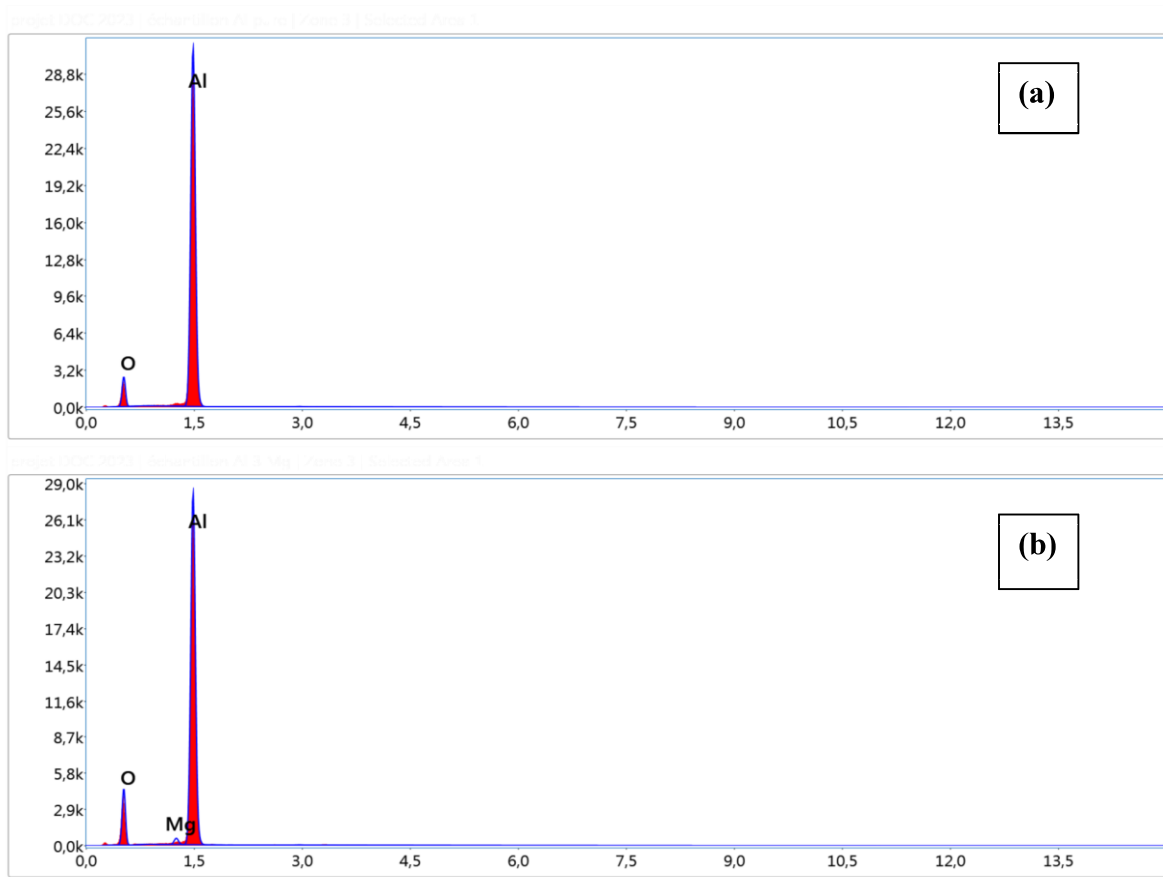


Figure III.3 : Spectres EDS (a) aluminium pur, (b) Al-3%Mg.

Les résultats de l'analyse quantitative EDS des différents constituants d'éléments chimiques des phases dans les échantillons étudiés sont résumés dans le tableau (III.2).

Tableau III.2 : Compositions chimiques EDS des échantillons étudiés.

Echantillon	Analyse EDS					
	Teneur : wt%			Teneur : at%		
	Al	O	Mg	Al	O	Mg
Al pur	85,25	14,75	-----	77,42	22,58	-----
Al-3%Mg	76,12	22,62	1,26	65,81	32,98	1,21

I.3. Mesures de densité

D'après les valeurs de densité mesurées par poussé d'Archimède, on note que la densité finale des matériaux frittés décroît lorsqu'on ajoute de magnésium ; elle passe en effet de 85%

pour l'aluminium pur à 79% pour l'alliage à 3% en masse de magnésium (Tableau III.3). ces résultats sont en accord avec les observations MEB.

Tableau III. 3 : Valeurs de densité des alliages frittés de teneur 0 et 3% en Mg.

Echantillon fritté (Al-x%Mg)	Taux de densification (%)
0	85
3	79

II. ETUDE DES PROPRIETES DES CAPTEURS D'HUMIDITE

II.1. La variation de l'impédance en fonction de RH% à différentes fréquences

Les variations de l'impédance en fonction de l'humidité relative, à température ambiante, à différentes fréquences des pastilles d'aluminium pur et d'alliage (Al-3%Mg) en masse frittées sont illustrées dans la figure III.4. (a, b).

L'impédance diminue avec l'augmentation de la fréquence et de l'humidité quel que soit la composition de la couche sensible. Les valeurs maximales de l'impédance sont obtenues pour une fréquence de 100Hz sur tout l'intervalle de RH% étudié. Ce comportement est dû à la polarisation des molécules d'eaux adsorbées à la surface des capteurs qui suivent la variation du champ électrique aux basse fréquence [45,46]. Au-delà de 10kHz, l'impédance du capteur à base de Al-3%Mg, est indépendante de l'humidité. A hautes fréquences, la direction du champ électrique change rapidement ainsi les molécules ne peuvent plus suivre les variations du champ électrique [46,47].

D'après ces résultats, la fréquence de fonctionnement des capteurs conçus dans la suite de cette étude est fixée à 100Hz.

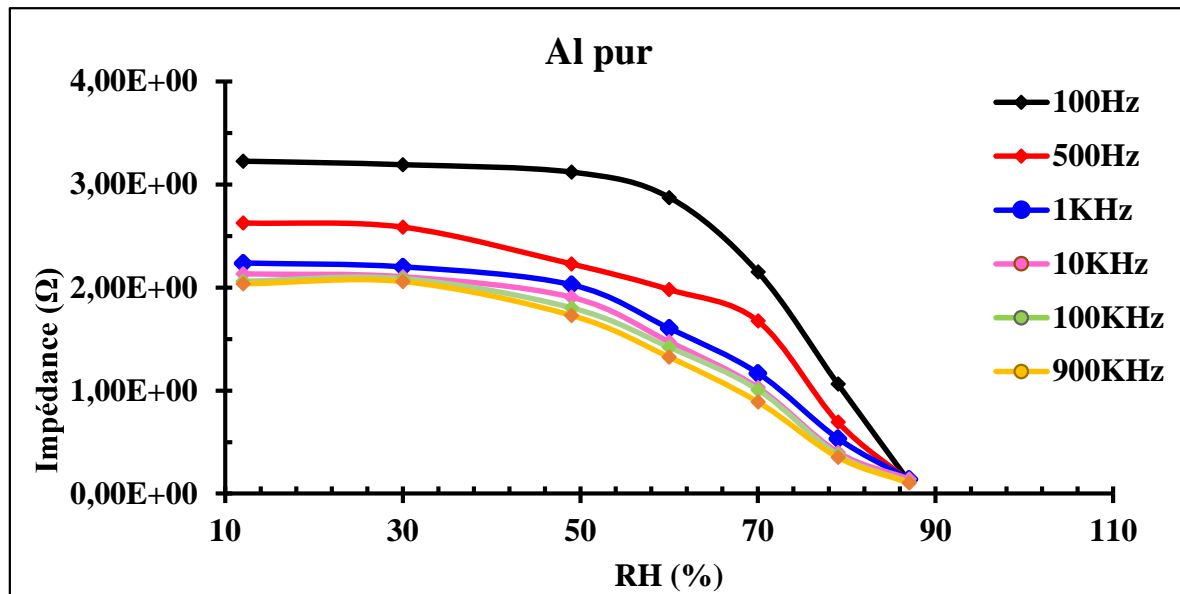


Figure III.4.a : Variations de l'impédance en fonction de RH % des capteurs à différents fréquence. (Al pur) fritté

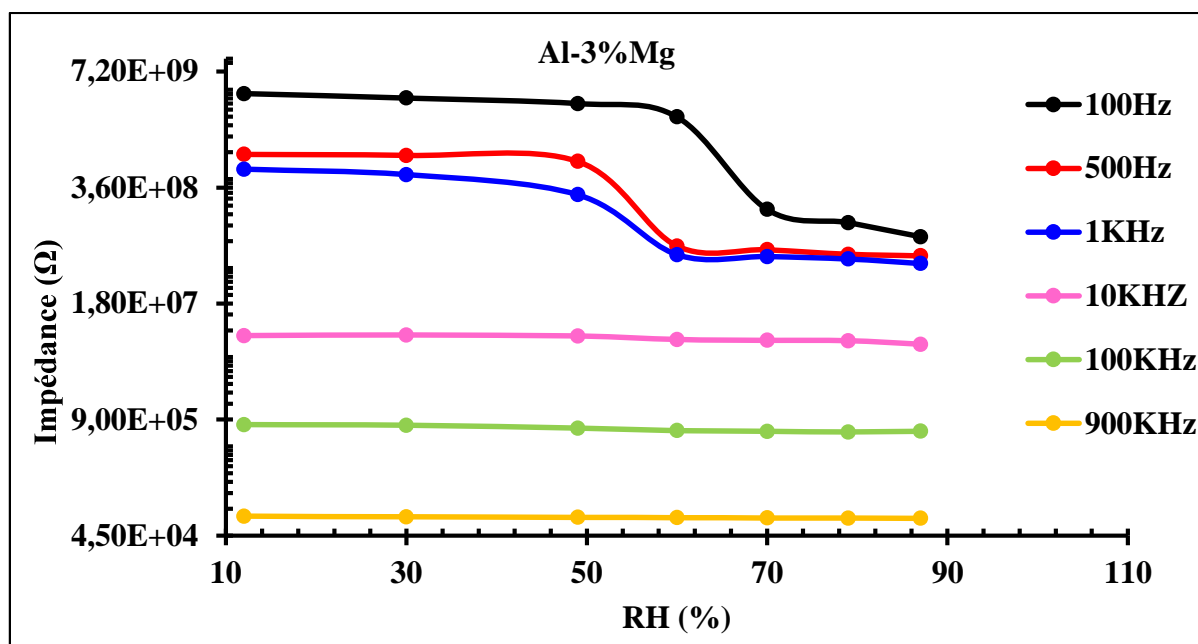


Figure III.4.b : Variations de l'impédance en fonction de RH % des capteurs à différents fréquence. (Al-3%Mg) fritté.

II.2. Sensibilité des capteurs

La figure III.5 montre la variation de la sensibilité des capteurs en fonction de l'humidité (RH%) à 100Hz, lors du processus d'adsorption. La sensibilité est calculée à partir de la relation suivante [48,49] :

$$R = \left(\frac{C_{RH} - C_{12}}{C_{12}} \right) \times 100 \quad (III.1)$$

Avec C_{RH} : la capacité au taux d'humidité étudié et C_{RH12} : la capacité au taux d'humidité RH=12%.

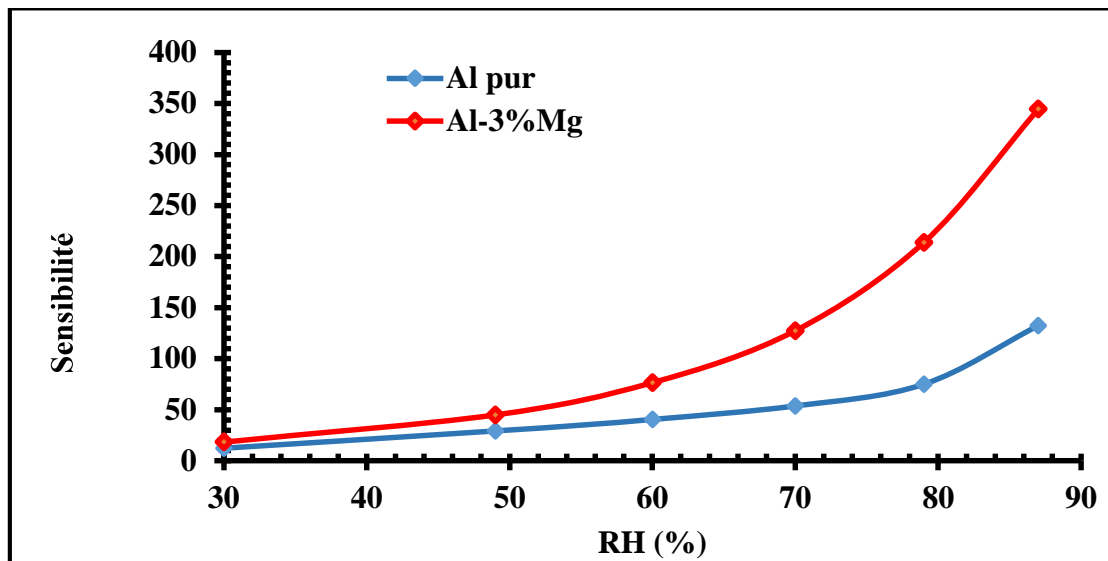
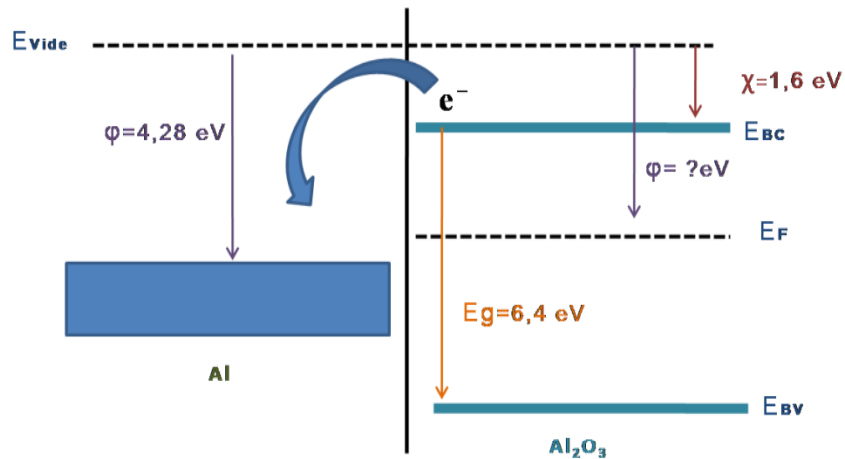


Figure III.5 : Variations de la sensibilité en fonction de l'humidité relative pour les deux capteurs Al pur et Al-3%Mg.

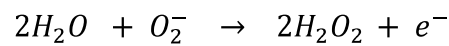
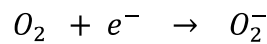
Comme on peut constater sur la **figure III.5**, les capteurs montrent une augmentation de la sensibilité dans toute la plage d'humidité étudiée. Ce phénomène est dû à l'adsorption des molécules d'eau avec l'augmentation de RH% ce qui provoque une augmentation de la capacité des capteurs. On remarque que l'ajout de magnésium à la matrice d'aluminium améliore considérablement la réponse des capteurs. Cette amélioration de la sensibilité peut être attribuée d'une part, au pouvoir réducteur élevé de la liaison (Mg-O) dans l'alliage Al-3%Mg comparé au pouvoir réducteur de la liaison Al-O. D'autre part, à la porosité importante d'où une densité élevée des pores sur la surface. On rappelle que la porosité est une propriété importante d'une couche sensible dans les applications des capteurs d'humidité, pour avoir une bonne sensibilité. Ces résultats sont attendus d'après les observations microstructurales (MEB) et les mesures de densité.

L'augmentation de la sensibilité peut être aussi liée à la formation des hétérojonctions entre la matrice et les précipités intermétalliques :

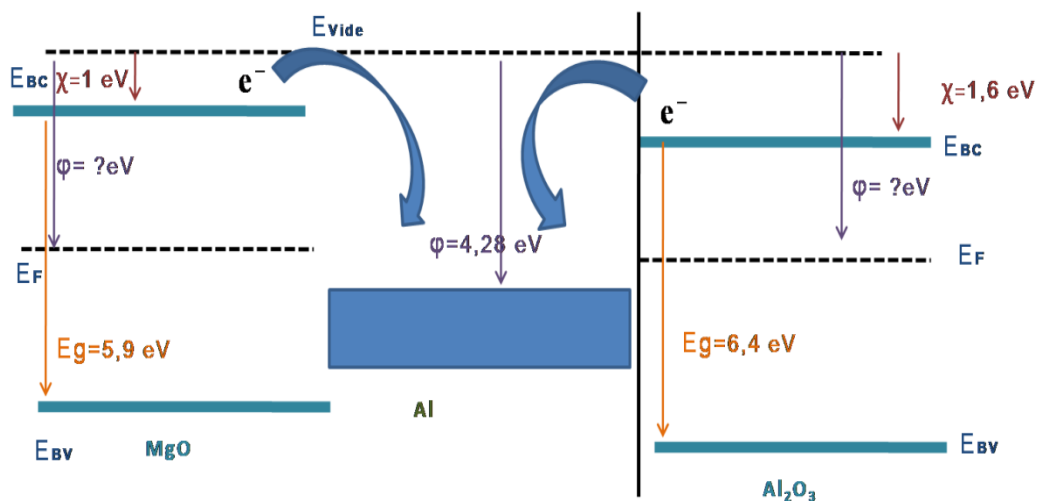
- Dans le cas de Al pur, en raison de la différence entre le travail de sortie (ϕ) de Al et de l'affinité électronique (χ) de la phase Al_2O_3 (phase secondaire), les électrons sont transférés de la bande de conduction de Al_2O_3 vers l'aluminium [50,51].



Ce transfert de charge conduit à une accumulation des électrons à la surface de métal qui forment des sites actifs pour l'adsorption des molécules d'eau comme le montre les réactions suivantes [52] :



- Dans le cas de l'alliage Al-3%Mg, la formation des précipités MgO peut être à l'origine de l'augmentation de la sensibilité ; le travail de sortie et l'affinité électronique (1ev [53]) de MgO sont inférieure au travail de sortie de Al (4,28 ev [54]) de ce fait les électrons sont transférés de la bande de conduction de MgO vers l'aluminium, conduisant ainsi à une augmentation de la densité électronique (donc de sites actifs) dans le métal.

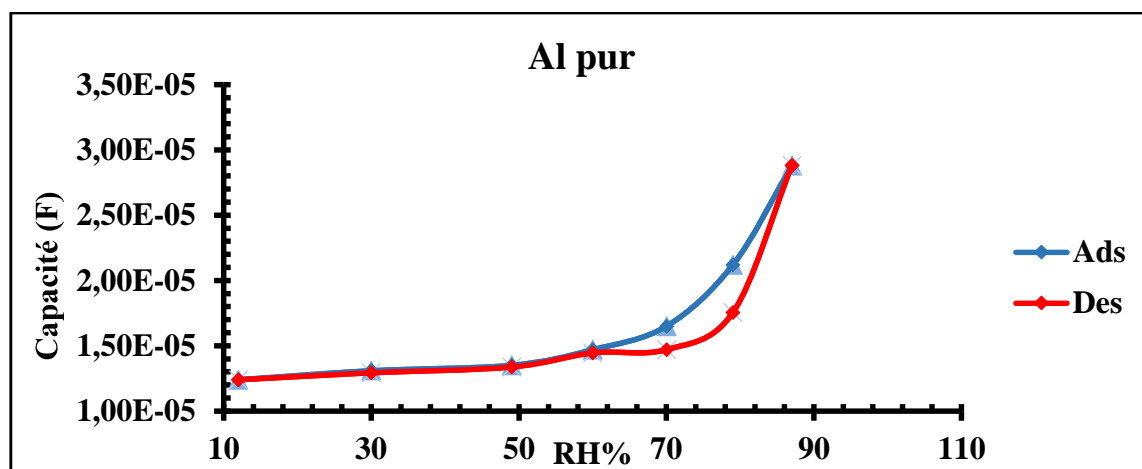


II.3. Cycle d'hystérésis

L'hystérésis d'un capteur d'humidité est une caractéristique importante utilisée pour déterminer la stabilité et la fiabilité d'un capteur. Le phénomène d'hystérésis est lié à la condensation capillaire des molécules d'eau dans le film poreux. La minimisation de l'effet d'hystérésis est cruciale pour des applications de détection.

Les tracés de la variation de la capacité des capteurs en fonction du taux d'humidité en modes adsorption et désorption sont illustrés dans la figure (figure III.6).

Les résultats révèlent que l'ensemble des capteurs présentent une boucle d'hystérésis étroite avec les courbes de désorption sont au-dessous de celles d'adsorption. Ceci signifie que la désorption est plus lente que l'adsorption dans les deux capteurs. Toutefois, il est important de noter que l'hystérésis de l'alliage est plus large que celle de l'aluminium pur. Cela peut s'expliquer par la présence importante de pores dans l'alliage comparativement à l'aluminium ; les molécules d'eau qui sont condensées dans les pores lors de processus d'adsorption trouvent une difficulté à se libérer complètement lors du processus de désorption [55].



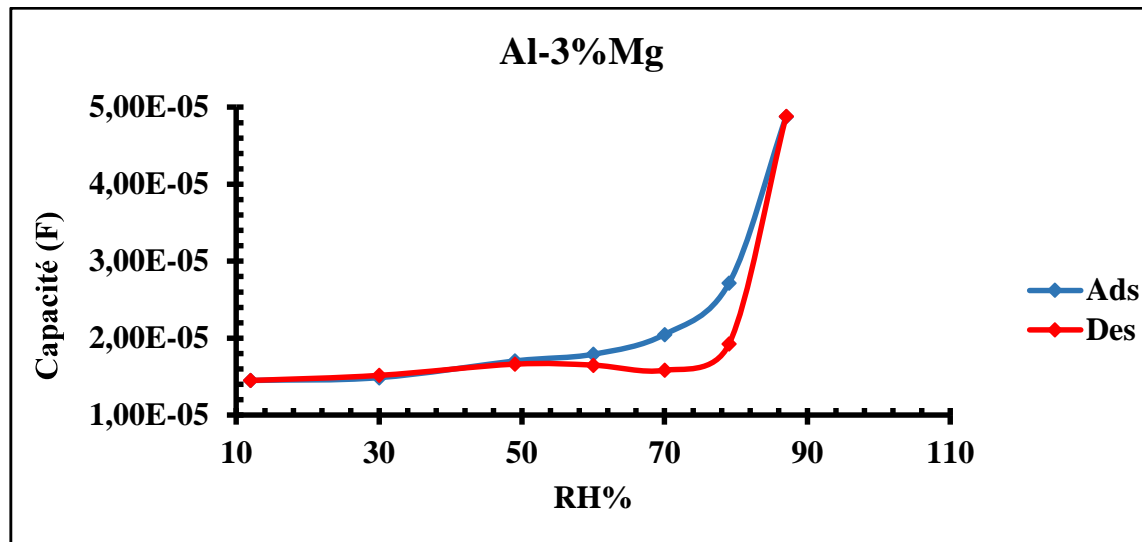


Figure III.6: Hystérésis des capteurs à base de : Al-pur et Al-3%Mg

II.4. Diagramme de nyquist

Afin d'étudier davantage la propriété de détection d'humidité de système Al et Al-3%Mg, on a tracé les courbes du spectre complexe d'impédance (CSI) sous différents niveaux d'humidité relative à différentes fréquences. Ces courbes, sont utilisées pour analyser le mécanisme de détection d'humidité [56]. La figure III.7 montre les spectres d'impédance complexes « $Z''=f(Z')$ », des capteurs d'humidité, mesurées à différentes fréquences et à des taux d'humidité relative variant de 30 % à 87 %. Avec Z' et Z'' sont les parties réelles et imaginaires de l'impédance complexe. D'après les spectres de la figure III-7, on distingue deux régions associée à la détection d'humidités.

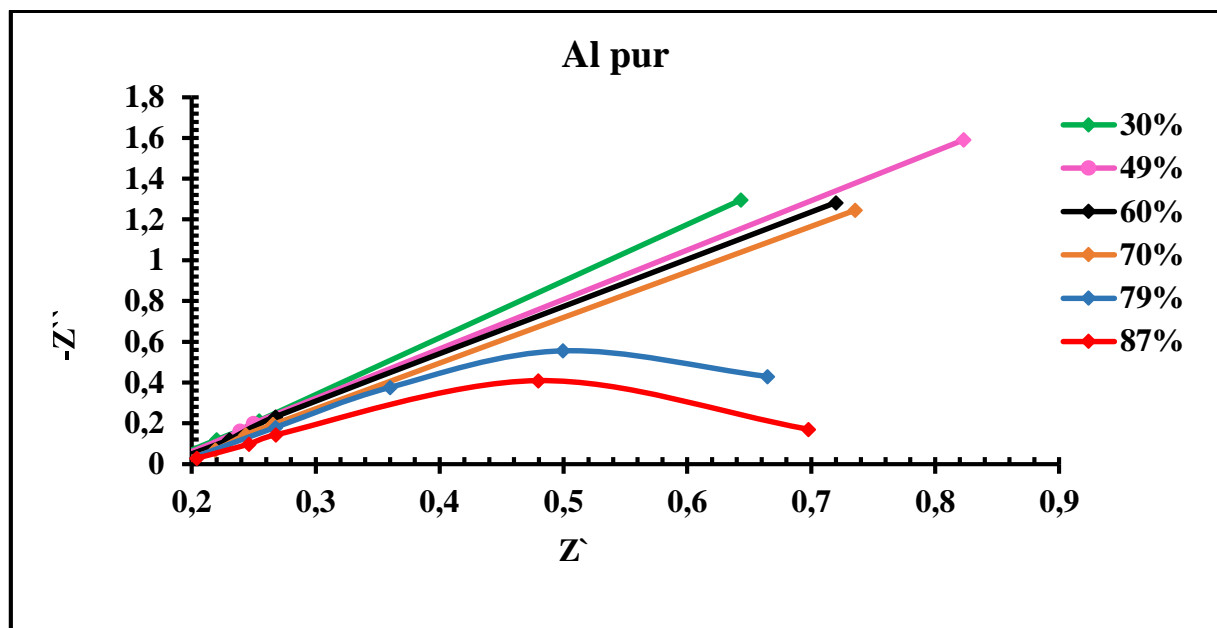
La première région est caractérisée par les courbes d'impédance (CSI) qui se comportent de manière linéaire pour des valeurs d'humidité relative (RH) inférieures à 70% pour les capteurs à base d'aluminium (Al) et à 60% de RH pour les capteurs à base d'alliage Al-Mg.

Ce comportement linéaire des spectres d'impédance indique l'absence de conduction significative dans ces conditions spécifiques d'humidité relative. En d'autres termes, à des niveaux d'humidité relativement bas, il semble que les capteurs à base d'aluminium (Al) et d'alliage Al-Mg ne conduisent pas efficacement l'électricité. Cela peut être dû à plusieurs facteurs, notamment l'absence de molécules d'eau en quantité suffisante pour faciliter la conduction électrique ou à des propriétés intrinsèques des matériaux des capteurs.

Lorsque l'humidité relative atteint les valeurs mentionnées (70% pour Al et 60% pour Al-Mg), c'est-à-dire des taux d'humidité plus élevés, spécifiquement entre 79% et 87% de RH pour

l'aluminium pur et entre 60% et 87% de RH pour l'alliage Al-Mg, une transition se produise, et les courbes d'impédance deviennent non linéaires, ce qui peut indiquer une conduction accrue ou d'autres effets liés à l'humidité.

Dans cette plage d'humidité, on remarque une courbure des spectres qui commence à se manifester à 79% pour Al pur et à 60% pour l'alliage Al-Mg. Cela suggère que, à mesure que l'humidité augmente, le capteur commence à devenir sensible et montre des variations plus marquées de son impédance. La forme de la courbe des spectres évolue vers celle d'un demi-cercle. De plus, on note une diminution importante de l'impédance lorsque l'humidité atteint 87%, ce qui indique une réponse sensible du capteur à des niveaux élevés d'humidité relative. En conclusion, les capteurs d'humidité étudiés montrent une transition d'une réponse quasi-nulle à l'humidité à une réponse plus sensible dans une certaine plage d'humidité relative, avec une augmentation significative de la réponse à mesure que l'humidité atteint des niveaux élevés. Cette réponse peut être utile pour la détection ou la mesure de l'humidité dans ces plages spécifiques



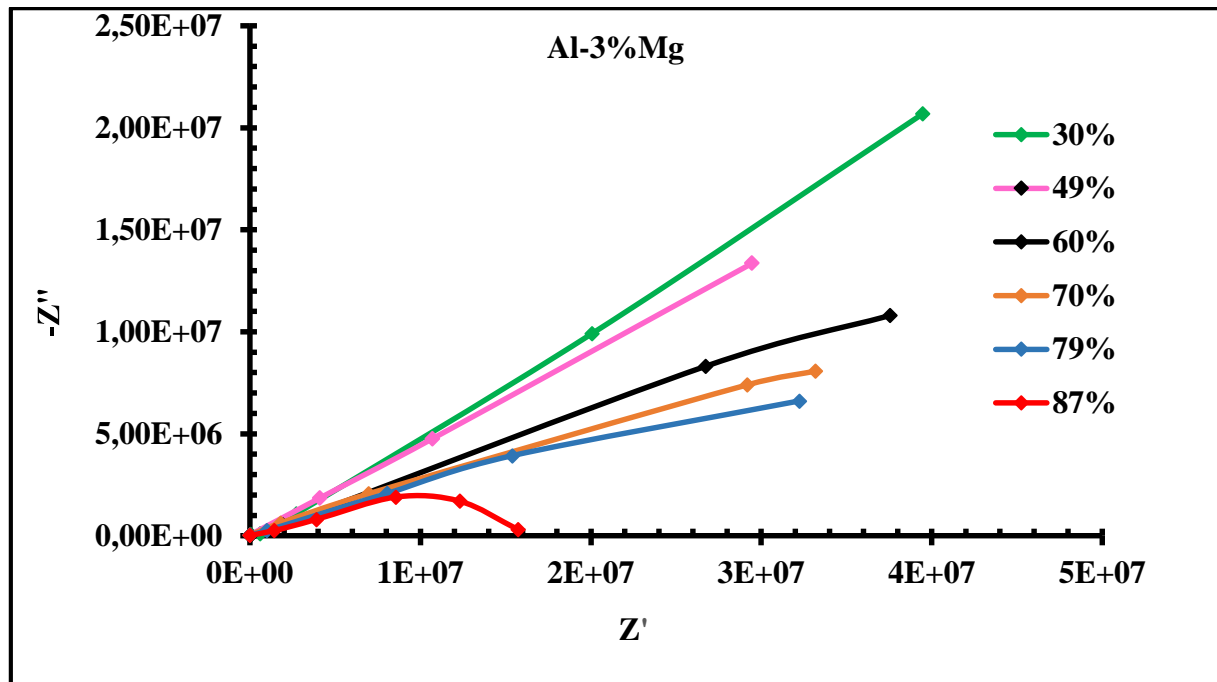


Figure III.7 : Variations de Z'' en fonction de Z' à différents taux d'humidité

III. MECANISME DE DETECTION

Les matériaux étudiés dans ce travail possèdent des caractéristiques hydrophiles et des pores à leur surface. Par conséquent, la faible sensibilité observée pour les faibles taux d'humidité RH, peut-être due à la présence des groupements polaires à caractère ioniques (MgO , Al_2O_3) qui interagissent fortement avec les molécules d'eau. Ces interactions, rendent difficile la pénétration des molécules d'eau dans le volume du matériau à travers les pores présents à la surface, donc le coefficient de diffusion prend des petites valeurs pour les faibles concentrations des molécules d'eau [57].

Cependant, lorsque le taux d'humidité augmente au-delà de 60%, l'impédance électrique du capteur diminue significativement jusqu'à atteindre une valeur minimale. Cela est dû à la dissociation des molécules d'eau en ions mobiles H^+ et OH^- sous l'application d'un champ électrique. Les ions H^+ et OH^- pénètrent à l'intérieur du matériau par diffusion, avec une vitesse plus grande pour les H^+ en raison de leur concentration élevée et de leur faible poids moléculaire.

Lorsque les surfaces actives du capteur deviennent suffisamment hydratées, on observe une saturation dans les valeurs de l'impédance [58]. Cela signifie que le capteur atteint un point où il ne devient plus sensible à l'humidité, car toutes les surfaces actives sont déjà hydratées.

Le mécanisme de détection de l'humidité repose sur le transfert de protons entre les molécules d'eau adjacente (figure.III.8) dans la couche contenant de l'eau, connu sous le nom de mécanisme de Grotthuss [59]. Ce processus de transfert de protons est essentiel pour la détection de l'humidité et l'absorption de molécules d'eau par le capteur. Ce mécanisme en mettant en évidence deux étapes importantes : la sorption chimique et la sorption physique.

➤ La sorption chimique

La monocouche initiale est chimisorbée due à la formation des ions hydroxyle sur la surface, dérivant du mécanisme de dissociation des molécules d'eau par l'application d'un champ électrique. Les groupements hydroxyles chimisorbés augmentent la conductivité de la couche sensible à travers le saut des protons entre groupements OH adjacents (figure III.8). Le processus de la sorption chimique se produit à faible taux d'humidité. Cette couche, une fois formée, n'est pas affectée par la sûre exposition à l'humidité.

➤ La sorption physique

Lorsque le niveau d'humidité augmente, des molécules d'eau sont physisorbées sur cette couche d'hydroxyle pour former une monocouche physisorbées [60, 61]. Quand la quantité des molécules d'eau physisorbées croît, des molécules d'eau sont liées avec des groupes OH^- et un proton peut être transféré d'un groupe hydroxyle à une molécule d'eau pour former un ion H_3O^+ [62, 63]. Cependant, pour des niveaux de RH moyen et élevé, le nombre des couches physisorbées augmente et le transport de charge se produit quand les ions de H_3O^+ libèrent des protons aux molécules d'eau voisines, qui captent tout en libérant un autre proton et ainsi de suite. Le transfert de proton entre molécules d'eau adjacentes dans la couche contenant de l'eau est connu sous le nom de mécanisme de Grotthuss [61].

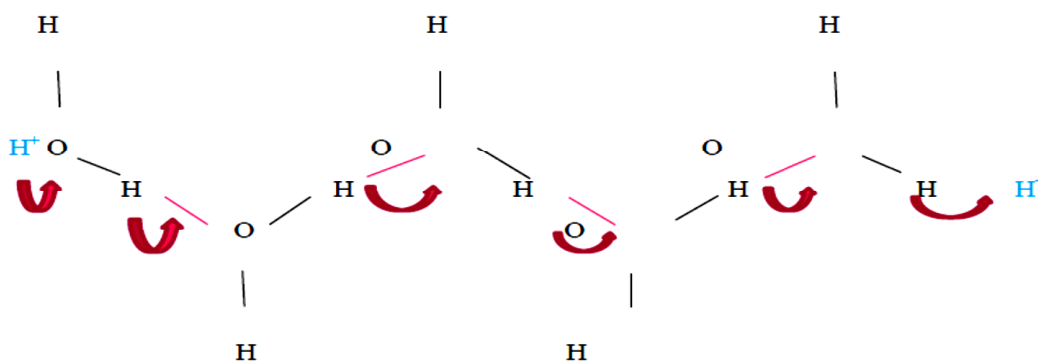


Figure III.8 : Mécanisme de conduction ionique de Grotthuss.

L'objectif principal de ce travail est d'élaborer et d'étudier l'application des frittés d'aluminium pur et d'alliage (Al-3%Mg) dans la conception des capteurs d'humidité.

Les échantillons obtenus après frittage sous vide pendant 5 heures à 550°C sont caractérisés du point de vue structure par diffraction des rayons X, microstructure par microscope électronique à balayage et par la mesure de la densité par poussée d'Archimède. Les propriétés électriques des capteurs réalisés sont étudiées par la spectroscopie d'impédance complexe (SIC).

➤ Les résultats des analyses par diffraction des rayons-X ont montré la présence des pics caractéristiques de l'aluminium et ceux de l'oxyde d'aluminium. Il a été également constaté que l'ajout de Mg augmente l'intensité des pics et le paramètre de maille.

➤ Les observations par microscopie électronique à balayage montrent une porosité importante en surface. Elle est plus marquée dans le composé Al-3%Mg. La poussée d'Archimède nous a permis de mesurer les densités des frittés. Le taux de densification décroît lorsqu'on ajoute du magnésium. Ces résultats complètent les observations MEB.

➤ Les mesures d'impédance ont été effectuées à des taux d'humidité relative (RH) allant de 12 à 87%, à température ambiante. La variation de l'impédance dans la gamme d'humidité considérée est plus importante à la fréquence de 100 Hz comparativement aux autres fréquences. Par conséquent, la fréquence de travail est fixée à 100 Hz.

En terme de sensibilité, les capteurs montrent une augmentation de la sensibilité dans toute la plage d'humidité étudiée. Il a été également noté, que l'ajout de magnésium à la matrice d'aluminium améliore considérablement la réponse des capteurs. L'hystérésis de l'alliage est plus large que celle de l'aluminium pur. Résultat prévisible d'après les observations MEB et mesurées de densité.

Les mesures d'impédance complexe (SIC) nous ont permis de proposer le mécanisme d'adsorption des molécules de vapeur d'eau à la surface des deux types de capteurs d'humidité conçus.

L'ensemble de résultats obtenus dans cette étude montre que l'alliage Al-3%Mg est un matériau prometteur pour couche sensible dans les capteurs d'humidité.

RÉFÉRENCE BIBLIOGRAPHIQUE

- [1]. N.N. Greenwood, A. Earnshaw, Chemistry of the Elements, Elsevier, second edition (2012). <https://doi.org/10.1016/C2009-0-30414-6>.
- [2]. L'aluminium, Techniques de l'ingénieur Techniques du bâtiment : Connaître les matériaux de la construction, base documentaire : TIE804DUO, (2005). <https://doi.org/10.51257/a-v1-tba1066..>
- [3]. M. Colombié, Matériaux Métalliques, Edition 2, l'usine nouvelle, Dunod, Paris, France, (2017).
- [4]. L.F. Mondolfo, Aluminium Alloys, structures and properties, Butterworth, 1st edition, London (1976 -971 pages)
- [5]. J. Dupocchelle, Manuel Pratique de Fonderie « Cuivre-Bronze-Aluminium- « Alliage divers », (2007) _Emotion primitive
- [6]. J. Barralis – G. Maeder, « Précis de métallurgie » ; Ed. Nathan (1997) _Relié – 29 août 2005
- [7]. C. Vargel. Corrosion of aluminium. Paris / Elsevier Ltd. 19-29 (2004) <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-044495-6.X5000-9>.
- [8]. C. Vargel, Le comportement de l'aluminium et de ses alliages. Dunod, (1979).
- [9]. E. Luminita. DIN-STIRBU, Comportement à la corrosion des alliages d'aluminium utilisés dans l'industrie automobile pour la fabrication de radiateur de chauffage. Thèse de doctorat. Lyon, INSA, (2005).
- [10]. I. Grinberg, l'aluminium. Un si léger métal, découvertes Gallimard, (2003).
- [11]. E. George, D. Scott Mac Kenzie, Handbook of Aluminum, Volume 1 Physical Metallurgy And Processes. N.Y / MARCEL DEKKER, INC. 68-76, (2003). https://doi.org/10.1201/9780203912591.*
- [12]. K. R. Van Horn, American Society for Metals. Aluminum, design and application edition, (1967).
- [13]. E. Ghali, Corrosion Resistance of Aluminum and Magnesium Alloy, WILEY, USA, (2010).
- [14]. R. DEVELAY, propriétés de l'aluminium et des alliages d'aluminium corroyés, M440, Techniques de l'ingénieur, Paris, France (1977) <https://doi.org/10.51257/a-v1-m440>.
- [15]. W. J. PRIETO YESPICA] Etude comparative du comportement électrochimique des alliages d'aluminium 2024 T351 et 7075 T7351 en milieu neutre de sulfate de sodium
- [16]. S. Nebti, D. Hamana, G. Cizeron, Calorimetric study of pre-precipitation and precipitation

in Al-Mg alloy, *Acta Metall. Mater.* 3381, 43 (1995). [https://doi.org/10.1016/0956-7151\(95\)00023-O](https://doi.org/10.1016/0956-7151(95)00023-O).

[17]. M.J. Starink, A.M. Zahra, β' and β precipitation in an Al–Mg alloy studied by DSC and TEM *Acta Mater.* 46 (10) 3381-3397 (1998). [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(98\)00053-6](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(98)00053-6).

[18]. L.I. Kaigorodova, *Phy. Metals Metall.* 78(5) 490 (1994).

[19]. E. Ghali, *Corrosion Resistance of Aluminum and Magnesium Alloys*, Wiley, Hoboken, NJ, (2010).

[20]. J.R. Davis, *Corrosion of Aluminum and Aluminum Alloys*, ASM International editor, P 1-24, (1999).

[21]. A. Guilhaudis, Traitements thermiques de stabilisation des alliages Al-5 %Mg contre les effets de chauffage à basse température. *Rev. De l'Al.*, no 223, juil-août 1955, no 224, sept. (1955).

[22]. H. Nagaoka, *Inter. Met. Reviews*, Volume 58, 2013 -Numéro 2

[23]. J.M Dorlot, J.P Bailon, J.Masounave, *Des matériaux / Palissy*, 1980, France, Edition(1995).

[24]. R. Develay, *Mém. Sci. Rev. Métall.*, V. 42 ,8-31, (1959).

[25]. D. J. Lloyd, *Metall. Trans.*, V.11,1287-1294,(1980)

<https://doi.org/10.1007/BF02653482>

[26]. N. Guermat, “Élaboration des couches minces sensibles à la présence de vapeur d'eau par polymérisation plasma”, Thèse de Doctorat en Science, Université de Constantine, (2011).

[27]. C. D. Ahrens *Meteorology Today* West Publishing Company, St. Paul, MN (1985).

[28]. F. Hamid, W. Rahman, and M. Hamidon. Humidity sensors principle, mechanism, and fabrication technologies: a comprehensive review. *Sensors*, vol. 14, no 5, p. 7881-7939, (2014).

<https://doi.org/10.3390/s140507881>.

[29]. Youngdeuk Kim, Bongbu Jung, Hunkee Lee, Hyejin Kim, Kunhong Lee, Hyunchul Park, “Capacitive humidity sensor design based on anodic aluminum oxide”, *Sensors and Actuators B*, vol. 141, p. 441–446, (2009). <https://doi.org/10.1016/j.snb.2009.07.007>.

[30]. P.G. Su, L.N. Huang, Humidity sensors based on TiO₂ nanoparticles/polypyrrole composite thin films, *Sens. Actuators B* 123,501–507, (2007).

<https://doi.org/10.1016/j.snb.2006.09.052>.

[31]. W. Geng, N. Li, X. Li, R. Wang, J. Tu, T. Zhang, Effect of polymerization time on the humidity sensing properties of polypyrrole, *Sens. Actuators* ,114–119, B 125 (2007).

- [32]. S. D. Anderson, E. Karim, N. Frank, et al. Resistive graphene humidity sensors with rapid and direct electrical readout. *Nanoscale*, vol. 7, no 45, p. 19099-19109, (2015).
<https://doi.org/10.1039/c5nr06038a>.
- [33]. R. Almudena, F.S. José, A. Manuel, et al. Design and characterization of a low thermal drift capacitive humidity sensor by inkjetprinting. *Sensors and Actuators B : Chemical*, vol. 195, p. 123-131, (2014).
<https://doi.org/10.1016/j.snb.2013.12.117>
- [34]. B. Isabelle « Etude d'un capteur capacitif différentiel pour la détection de pluie ». Thèse de doctorat. Université de Bordeaux 1. (2006).
- [35]. L. Willy. Capteur d'humidité en Si poreux pour la fiabilité des Systèmes in Package. Thèse de Doctorat, Université de Bordeaux 1, (2008).
- [36]. Z.M. Rittersma Recent achievements in miniaturized humidity sensors-a review of transduction techniques.. *Sensors and Actuators A*, Vol. 96, Iss. 2-3, 196-210. (2002).
[https://doi.org/10.1016/S0924-4247\(01\)00788-9](https://doi.org/10.1016/S0924-4247(01)00788-9).
- [37]. T.Chartier, Céramiques pour l'électronique dans : Propriétés et applications des céramiques, Hermès Science Publications, (2001).
- [38]. Pialy. P« Etude de quelques matériaux argileux du site de Lembo (Cameron) minéralogie, du comportement au frittage et analyse des propriétés d'élasticité ». Thèse de doctorat de l'université de Lembo, (2001).
- [39]. C.Quinard. "Expérimentation, modélisation et simulation de microcomposants injectés à partir de poudres" (2008).
- [40]. L.A. Chick, L.R. Pederson, G.D. Maupin, J.L.Bates, L.E.Thomas et G.J. Exarhos, Glycine-nitrate combustion synthesis of oxide ceramic powders, *Mater.Lett*, vol. 10, p.6-12. (1990). [https://doi.org/10.1016/0167-577X\(90\)90003-5](https://doi.org/10.1016/0167-577X(90)90003-5).
- [41]. Vaisala Oyj, Manuel de l'utilisateur : Système d'étalonnage de l'humidité Vaisala HMK15 manuel d'utilisation, Finlande, (2010).
- [42]. J. E. Bauerle, Study of solid electrolyte polarization by a complex admittance method, *Journal of Physics and Chemistry of Solids*,.30(12) 2657-2670, (1969).
[https://doi.org/10.1016/0022-3697\(69\)90039-0](https://doi.org/10.1016/0022-3697(69)90039-0).
- [43]. J.Ross.Mac Donald-(John Wiley&sons)"Impedance spectroscopy", New York (1987).
- [44]. J. Ross Macdonald, Impedance spectroscopy, *Annals of Biomedical Engineering*, Vol. 20 ,289-305, (1992). <https://doi.org/10.1007/BF02368532>.

- [45]. Youngdeuk Kim, Bongbu Jung, Hunkee Lee, Hyejin Kim, Kunhong Lee, Hyunchul Park, “Capacitive humidity sensor design based on anodic aluminum oxide”, *Sensors and Actuators B*, vol. 141, p. 441–446, (2009). <https://doi.org/10.1016/j.snb.2009.07.007>.
- [46]. Pi-Guey Su, Wen-Yuan Tsai, “Humidity sensing and electrical properties of a composite material of nano-sized SiO₂ and poly (2-acrylamido-2-methylpropane sulfonate)”, *Sensors and Actuators B*, vol. 100, p. 417–422, (2004). <https://doi.org/10.1016/j.snb.2004.02.011>.
- [47]. Jing Wang, Kaihe Shi, Lihua Chen, Xiaojun Zhang, “Study of polymer humidity sensor array on silicon wafer”, *Journal of Materials Science*, vol. 39, p. 3155 – 3157, (2004). <https://doi.org/10.1023/B:JMISC.0000025847.52357.b8>.
- [48]. M. Pan, J. Sheng, J. Liu, Z. Shi, L. Jiu, Design and verification of humidity sensors based on magnesium oxide microarc oxidation film layers. *Sensors* 20(6), p. 1736, (2020). <https://doi.org/10.3390/s20061736>.
- [49]. F. Tudorache, I. Petrila, K. Popa, A.M. Catargiu, Electrical properties and humidity sensor characteristics of lead hydroxyapatite material. *Appl. Surf. Sci*, vol. 303, p. 175–179, (2014). <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2014.02.138>.
- [50]. Mitrovic IZ, Althobaiti M, Weerakkody AD, Dhanak VR, Sedghi N, Hall S, et al. Ge interface engineering using ultra-thin La₂O₃ and Y₂O₃ films: study of the effect of deposition temperature. *J Appl Phys* ;115 :114102, (2014). <https://doi.org/10.1063/1.4868091>.
- [51]. Mitrovic IZ, Weerakkody AD, Sedghi N, Ralph JF, Hall S, Dhanak VR, et al. Controlled modification of resonant tunneling in metal-insulator-insulator-metal structures. *Appl Phys Lett* 112(1):012902, (2018). <https://doi.org/10.1063/1.4999258>.
- [52]. C.-L. Hsu, K.-C. Chen, T.-Y. Tsai, T.-J. Hsueh, Fabrication of gas sensor based on p-type ZnO nanoparticles and n-type ZnO nanowires, *Sens. Actuator B-Chem.* 182 ,190–196, (2013). <https://doi.org/10.1016/j.snb.2013.03.002>.
- [53]. Bondoux C, Pren P, Belleville P, Guillet F, Lambert S, Minot B and Jrisian R (2004) *Mater. Sci. Semicond. Proc.* vol 7 (249–52) <https://doi.org/10.1016/j.mssp.2004.09.017>.
- [54]. P. A. Tipler, R. Llewellyn W. H. Freeman,.(2007)
- [55]. Boukezzata, A Keffous, A Nezzal, G, and al. Investigation properties of Au–porous a-SiO₂. As humidity sensor. *Sensors and Actuators: Chemical*, vol. 176, p. 1183-1190, (2013). <https://doi.org/10.1016/j.snb.2012.10.082>.
- [56]. Sadaoka, Y., Matsuguchi, M., Sakai, Y., & Mitsui, S. Electrical properties of α -zirconium phosphate and its alkali salts in a humid atmosphere. *Journal of materials science*, 23(8), 2666-2675. (1988). <https://doi.org/10.1007/BF00547435>.

- [57]. F-F. Chou, H-W. Chang, T-L. Li and J-S. Shih, “Piezoelectric Crystal/Surface Acoustic Wave Biosensors based on Fullerene C60 and Enzymes/Antibodies/Proteins”, J. Iran. Chem. Soc., Vol. 5, No. 1, March, pp. 1-15, (2008). <https://doi.org/10.1007/BF03245810>.
- [58]. G.Barbillon, “Etude théorique et expérimentale de nanocapteurs d’espèces biochimiques à plasmons de surface localisés sur des nanoparticules métalliques”, Thèse de Doctorat, Université de Technologie de Troyes, (2007).
- [59]. I.Humenyuk, “Developpement des microcapteurs chimiques ChemFETs pour l’analyse de l’eau”, Thèse de Doctorat, Université de Toulouse, (2005).
- [60]. Dai, Haipo, Feng, Nana, LI, Jiwei, et al. Chemiresistive humidity sensor based on chitosan/zinc oxide/single-walled carbon nanotube composite film. Sensors and Actuators B: Chemical, vol. 283, p. 786-792, (2019). <https://doi.org/10.1016/j.snb.2018.12.056>.
- [61]. Xiao, Xin, Zhang, Qi-Jian, HE, Jing-Hui, et al. Polysquaraines: Novel humidity sensor materials with ultra-high sensitivity and good reversibility. Sensors and Actuators B: Chemical, vol. 255, p. 1147-1152, (2018). <https://doi.org/10.1016/j.snb.2017.04.069>
- [62]. K. Arshaka, K.Twomey and D.Egan, “A Ceramic Thick Film Humidity Sensor Based on MnZn Ferrite”, Sensors, vol. 2, p. 50-61, (2002). <http://dx.doi.org/10.3390/s20200050>.
- [63]. R. Sundaram and K. S. Nagaraja, “Solid state electrical conductivity and humidity sensing properties of WO₃–Y₂O₃ composites”, phys. stat. sol. vol. 201, No. 3, p. 529–535, (2004). <https://doi.org/10.1002/pssa.200306754>.

Résumé

Notre travail est consacré à l'élaboration et caractérisation d'alliage Al-x%Mg et son application comme capteur d'humidité. Les matériaux étudiés dans ce travail ont été élaborés par la métallurgie classique, puis caractérisés par différentes techniques de caractérisations structurales et morphologiques. Les variations de la réponse des capteurs élaborés en fonction du taux d'humidité relative a été suivie à température ambiante à 100Hz. Les résultats obtenus montrent que l'ajout de magnésium à la matrice d'aluminium améliore considérablement la sensibilité des capteurs, une réponse précoce et une maximale de 370% sont obtenues pour le capteur Al-3%Mg. Le spectre complexe de l'impédance a permis de connaître le comportement des molécules d'eau à la surface des capteurs grâce au mécanisme d'adsorption. Les résultats de cette étude ont démontré que l'alliage Al-3%Mg, présente des caractéristiques prometteuses en tant que matériau sensible à l'humidité.

Mots clés : Alliage, Al-3%Mg, capteur d'humidité, impédance, sensibilité, hystérésis

Abstract

Our work is devoted to the development and characterization of Al-x%Mg alloy and its application as a humidity sensor. The materials studied in this work were developed by classical metallurgy, then characterized by different structural and morphological characterization techniques. The variations in the response of the sensors developed as a function of the relative humidity level were monitored at room temperature at 100Hz. The results obtained show that the addition of magnesium to the aluminum matrix considerably improves the sensitivity of the sensors, an early response and a maximum of 370% are obtained for the Al-3%Mg sensor. The complex impedance spectrum made it possible to know the behavior of water molecules on the surface of the sensors thanks to the adsorption mechanism. The results of this study demonstrated that the Al-3%Mg alloy presents promising characteristics as a moisture-sensitive material.

Keywords: Alloy, Al-3%Mg, humidity sensor, impedance, sensitivity, hysteresis