

**UNIVERSITE ABDELMALEK ESSAADI
FACULTE DES SCIENCES
TETOUAN**

THÈSE

Présentée

Pour l'obtention du

DOCTORAT EN SCIENCES

Par

Hakim EL BOUHOUTI

Discipline : Chimie
Spécialité : Électrochimie



**Elaboration de trois capteurs à base de la L-cystéine pour la
détection électrochimique des neurotransmetteurs. Application
dans un milieu biologique.**

Soutenue le 19 Juin 2010 devant le jury :

K. R. TEMSAMANI	Professeur, Faculté des Sciences de Tétouan	Président
J. L. H. de CISNEROS	Professeur, Université de Cadiz (Espagne)	Rapporteur
F. CHAOUKET	Professeur, Faculté des Sciences de Tétouan	Rapporteur
D. SERRAR	Professeur, Faculté des Sciences de Tétouan	Rapporteur
A. DAHDOUH	Professeur, Faculté des Sciences de Tétouan	Examineur
I. N. RODRIGUEZ	Professeur, Université de Cadiz (Espagne)	Co-Directeur de thèse
D. BOUCHTA	Professeur, Faculté des Sciences de Tétouan	Directeur de thèse

TABLE DES MATIERES

Abréviation	1
Introduction Générale	3
Chapitre I : Synthèse Bibliographique	
I- Introduction aux électrodes chimiquement modifiées (ECM)	8
I-1- Capteurs électrochimiques	8
I-2 Méthodes de préparation des électrodes modifiées	10
II- Films moléculaires	11
I-1 Films de Langmuir-Blodgett	12
I-2 Films auto-assemblés.....	14
II-2-1 Principe	14
II-2-2 Modification de surface d'électrodes d'or par des SAM d'alcanthiol..	16
II-2-3 Méthodes de caractérisation des électrodes modifiées par les SAMs...	19
II-2-3-1 Les méthodes microscopiques	19
II-2-3-2 Les techniques de diffraction.....	19
II-2-3-3 Les méthodes spectroscopiques.....	20
II-2-3-4 Les méthodes électrochimiques.....	20
II-2-3-4-a La voltampérométrie cyclique.....	20
II-2-3-4-b la spectroscopie d'impédance électrochimique....	21
II-2-4 Applications	21
II-2-4-1 Electrodes d'or modifiées par des SAMs	21
II-2-4-2 Travaux réalisés avec la L-cysteine.....	23
III- Electrodes modifiées par la méthode Sol-Gel	25
III-1 Historique.....	25
III-2 Description du processus Sol-gel.....	25
III-3 Facteurs influençant le processus Sol-gel	29
III-3-1 Type de précurseur d'alcoxyde.....	29
III-3-2 Rapport molaire eau/alcoxyde	30
III-3-3 Type de catalyseur	30
III-3-4 Type de solvant.....	32
III-3-5 Température.....	32

III-4 Introduction des ultrasons dans le processus Sol-gel : Sonogel	32
III-5 Application du Sol gel au domaine de l'analyse chimique	33
VI- Electrode à pâte de carbone (EPC).....	36
VI-1 Historique	36
VI-2 Description du processus EPC.....	37
VI-3 Applications.....	38
Références I.....	41

Chapitre II : Matériels et Méthodes

I-1 Techniques expérimentales.....	53
I-1-1 Techniques électrochimiques	53
I-1-1-1 Voltampérométrie à balayage de potentiel.....	53
I-1-1-1-1 La voltampérométrie à balayage cyclique du potentiel	54
I-1-1-1-2 La voltampérométrie impulsionnelle différentielle (DPV)...	59
I-1-1-1-3 La voltampérométrie à vague carrée (SWV).....	62
I-1-1-2 La spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE)	64
I-2 Techniques d'analyse de surface.....	66
I-2-1 La microscopie électronique à balayage (MEB)	66
I-2-2 Analyse avec l'énergie dispersive aux Rayons X (EDAX).....	67
I-3 Conditions Expérimentales.....	68
I-3-1 Cellule électrochimique.....	68
I-3-2 Appareillage	68
I-3-3 Electrodes	70
I-3-4 Techniques expérimentales	70
Références II	71

Chapitre III : Détection de la Dopamine par différentes électrodes modifiées : Au/L-cys, Sonogel-Carbone/L-cys et EPC/L-cys

A- Electrode en Or modifiée par des monocouches auto-assemblées de L-cys .	75
I- Procédé de modification de la surface de l'électrode d'or par la L-cys	75
II- Caractérisation de l'électrode d'or modifiée par des SAMs de la L-cys	76
II-1 Etude par voltampérométrie cyclique.....	77
II-2 Etude par spectroscopie d'impédance électrochimique	78

III- Détection de la Dopamine par l'électrode d'or modifiée par la L-cys.....	80
III-1 Etude en fonction du pH	82
III-2 Effet du temps d'accumulation	85
III-3 Etude en fonction de concentrations croissantes en DA.....	86
III-4 Etude de l'effet de l'acide ascorbique.....	87
III-5 Calcul de coefficient de diffusion.....	92
III-6 Stabilité des électrodes et stockage.....	94
III-7 Conclusion	94
B- Elaboration, Caractérisation et Etude des performances électrochimiques d'électrodes Sonogel-Carbone modifiées par la L-cysteine.....	96
I- Procédure de préparation de l'électrode Sonogel-Carbone	96
I-1 Synthèse du sol	96
I-2 Préparation du gel : (Sonogel)	96
I-3 Procédé de remplissage de support de l'électrode.....	97
I-4 Procédé de polissage.....	97
I-5 Réactifs et produits	98
I-6 Instrumentation.....	99
II- Caractérisation de l'électrode Sonogel-Carbone/L-cysteine.....	99
II-1 Effet de pourcentage de L-cysteine dans la préparation d'une électrode Sonogel-Carbone.....	99
II-2 Analyse des électrodes Sonogel modifiées par L-cys	102
II-2-1 Etude par EIS	102
II-2-2 Etude par MEB et EDAX	104
III- Détection de la dopamine par l'électrode Sonogel/5%L-cys.....	106
III-1 Etude dans le milieu H ₂ SO ₄	106
III-2 Courbe d'étalonnage	108
III-3 Calcul du coefficient de diffusion.....	109
III-4 Etude dans un milieu tampon phosphate	110
III-4-1 Etude en fonction du pH.....	110
III-4-2 Effet du temps d'accumulation.....	113
III-4-3 Etude en fonction de concentrations croissantes en DA.....	113
III-4-4 Etude d'interférences.....	115
III-4-4-1 Etude de l'effet de l'acide ascorbique	115

III-4-4-2 Etude de l'effet de l'acide ascorbique et de l'acide urique sur l'oxydation de la dopamine	119
III-4-5 Stabilité des électrodes et stockage	120
III-5 Conclusion	121
C- Elaboration, Caractérisation et Etude des performances électrochimiques d'une électrode à pâte de carbone modifiées par la L-cysteine	123
I- Procédure de préparation de l'électrode à pâte de carbone/L-cysteine	123
II- Caractérisation de l'électrode modifiée EPC/5%L-cys.....	123
III- Détection de la dopamine par EPC/5%L-cys	125
III-1 Résultats de la voltampérométrie cyclique	125
III-2 Etude en fonction de concentrations croissantes en DA.....	126
III-3 Etude de l'effet de l'acide ascorbique et de l'acide urique sur l'oxydation de la dopamine	127
III-4 Conclusion	128
D- Synthèse générale	128
Références III.....	130

Chapitre IV : Détection de l'Epinephrine, la Norepinephrine et de la L-dopa par l'électrode Sonogel/5%L-cys

I- Etude de l'Epinephrine (EP)	136
I-1 Etude de l'interférence causée par l'AA et l'AU sur la détection de l'EP	138
I-1-1 Effet du mélange (AA+AU).....	138
I-1-2 Effet de l'acide urique (UA).....	139
II- Etude de la Norepinephrine (NE).....	143
II-1 Influence de l'effet de l'AA et de l'AU	144
III- Etude de la L-dopa	145
III-1 Influence de l'effet de l'AA et de l'AU	146
IV- Courbe d'étalonnage des trois neurotransmetteurs	147
V- Séparation de mélange binaire : Epinephrine/Norepinephrine.....	149
Références IV.....	151

Chapitre V : Application dans un milieu biologique

1- Etude de la dopamine dans les urines	153
--	------------

II- Etude de l'acide urique dans les urines	154
III- Etude du problème d'interférences dans les urines	156
III-1 Mélange tertiaire (AA-DA-AU).....	156
III-2 Mélange binaires (AA-EP) et (AU-EP)	157
III-2-1 Etude de l'effet de l'acide ascorbique	158
III-2-2 Etude de l'effet de l'acide urique.....	158
III-3 Mélange binaire (L-dopa –AA)	159
V- Conclusion	160
Références V	162
Conclusion Générale	163