



MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITÉ « Abbès LAGHROUR » DE KHENCHELA



FACULTÉ DES SCIENCES ET TECHNOLOGIE

Département des Sciences de la Matière

N° de série :

Mémoire de fin d'études

Pour l'obtention du diplôme de Master (L.M.D)

Filière : Chimie

Spécialité : Chimie Analytique et Environnement

La synthèse et la caractérisation des nouveaux composés à base de Schiff

Réalisé par : *-Benzerara Abir*

dirigé par : *Dr Golea lynda*

-Gherbi Hamza

Membres de jury :

Falek Wahiba *MCB*

Présidente

Boutaba Zina *MAA*

Examinatrice

2019/2020



REMERCIEMENTS :

Avant tout, nous tenons à remercier DIEU le tout puissant pour toute la volonté et le courage qu'il nous 'ouvre a offert pour réaliser ce travail

Notre gratitude et nos chaleureux remerciements sont adressés à toutes les personnes qui ont participé à la réalisation de ce mémoire, en particulier :

Premièrement nous remercions sincèrement **Dr. GOLEA LYNDA** pour son suivi continu de notre mémoire, pour ses précieux conseils et pour le partage de son expérience avec nous.

Nous tenons aussi à remercier l'ensemble des membres de jury

-Présidente MCB **Falek Wahiba**

-Examinatrice MAA **Boutaba Zina**

Un grand merci à nos collègues de la spécialité chimie Analytique et Environnement de Promotion **2020**.

Enfin, nous remercions nos parents, sœurs et frères, ainsi que toutes nos familles, pour tout le soutien qu'ils nous ont apporté.



Dédicace

*À celle qui m'a toujours aimé, et elle est toujours
m'aide dans tous mes pats de ma vie*

Ma chère mère

À mon plus grand partisan de la vie

Mon cher père

*À mes frères : **Oussama, Riad***

*À ma sœur : **Hanane***

*À mes amies : **Selma, Khawla,
Nabila, Iman, Romaiissa, Houda, Nirmin, Manel,***

Chaima, Jasmin.

À toute ma famille

A. Benzerara



Dedication

I dedicate my humble work
To the O₂ of my life, who i cannot
breath without her
My Mother.

To the H₂O of my life, who I cannot
survive without him
My Father.

To everyone who believed and support
me during my academic track.

Hamza

Sommaire

List des schémas	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Liste d'abréviation	
Introduction générale	

Chapitre I : Recherche bibliographique

Introduction	3
I. Généralité sur les bases de Schiff	3
I.2 La synthèse de base de Schiff	4
I.3 Le mécanisme réactionnel de formation des imines (base de Schiff)	5
I.4 Classification des bases de Schiff	7
I.4.1. Les bases de Schiff linéaire	9
I.4.1.1. Les bases de Schiff linéaires aliphatiques	9
I.4.1.2. Les bases de Schiff linéaires aromatiques	10
I.4.1.3. Les bases de Schiff linéaire mixtes	10
I.4.2. Les bases de Schiff cycliques	11
I.5. Caractérisation des bases de Schiff	11
I.6 Utilisation des bases de Schiff	12
I.7 Ligand de base de Schiff	13
I.7.1 Classification des ligands de base de Schiff	13
I.8 Propriétés des réactions de formation des imines	15
I.9 Activité biologique des bases de Schiff	17
I.9.1 Activité antibactérienne	18
I.9.2. Activité Antipaludique	19

I.9.3 Activité antituberculeuse	19
I.9.4 Activité antioxydante.....	20
I.10. Conclusion.....	21

Chapitre II : Méthode expérimental

II.1 Introduction	23
II.2 Méthodes de caractérisations	23
II.2.1 Chromatographie sur couche mince (CCM)	23
II.2.2 La spectroscopie UV-vis	24
II.2.3 Spectroscopie Infrarouge (FTIR)	26
II.2.4. La Résonance Magnétique Nucléaire (RMN)	27
II.3. Synthèse.....	28
II.3.1 Réactifs et solvants utilisés dans la synthèse.....	28
II.3.1.1 Réactifs utilisés	28
II.3.1.2-Solvant utilisés	29
II.3.2 Montage expérimental	30
II.3.3 Mode opératoire	30
II.3.3.1 Mode opératoire général	30
II.4 Activités Biologique	33
II.4.1 Généralité	33
II.4.2. Mode opératoire.....	34

Chapitre III : Résultats et discussions

III.1- La réactivité des bases de Schiff :	37
III.2. Analyse Ultraviolet-visible	39
III.3. Analyse FT-IR	40
III.4 Analyse par RMN H ¹ et C ¹³	42
IV : Activité Biologique	50
IV-1 : Activité antioxydante.....	50
IV.2 : Résultats et discussion.....	50
Conclusion générale	54

Bibliographie.....	55
Résumé.....	59

La liste des schémas

Chapitre I

Numéro	Titre	Page
Schéma 1	Synthèse des bases de Schiff	5
Schéma 2	Mécanisme réactionnel de formation imine en milieu acide.	6
Schéma 3	Mécanisme réactionnel de formation imine en milieu basique.	7
Schéma 4	Aldimine.	7
Schéma 5	Cétimine.	8
Schéma 6	Classification de base de Schiff proposée.	8
Schéma 7	Quelques exemples de base de Schiff linéaires aliphatiques.	9
Schéma 8	Quelques exemples de base de Schiff linéaires aromatiques.	10
Schéma 9	Quelques exemples des bases Schiff linéaire mixtes.	10
Schéma 10	Quelques exemples des bases de Schiff cycliques aliphatiques.	11
Schéma11	Synthèse d'une imine à l'aide d'un Dean Stark.	16
Schéma 12	Réaction d'une amine avec un aldéhyde aromatique.	16
Schéma 13	Mécanisme général d'hydrolyse d'imine.	17
Schéma 14	Différent groupements stables des imines	18
Schéma 15	Les structures Bases de Schiff antibactérienne.	18
Schéma 16	Base de Schiff à effet antipaludique (antimalarial).	19
Schéma 17	Base de Schiff à noyaux aromatiques, dotés de propriétés antituberculeuses.	20
Schéma 18	Structures chimiques des bases de Schiff ayant une activité antioxydante	20

Chapitre II

Numéro	Titre	Page
Schéma 1	Schéma général de la synthèse des bases de Schiff.	31

Chapitre III

Numéro	Titre	Page
Schéma 1	Les réactions générales des composés imines.	37
Schéma 2	Mécanisme réactionnel de synthèse bases de Schiff.	38
Schéma 3	Numérotation des molécules (1) et (2).	43

La liste des figures

Chapitre I

Numéro	Titre	Page
Figure 1	Structure d'une base de Schiff.	3
Figure 2	Structure moléculaire de bases de Schiff à activité biologique.	18

Chapitre II

Numéro	Titre	Page
Figure 1	Illustration de comment calculé le rapport frontal (Rf).	24
Figure 2	Appareillage de spectroscopie UV.	25
Figure 3	Schéma de principe d'un spectrophotomètre UV.	25
Figure 4	Appareillage de spectroscopie IR.	26
Figure 5	Schéma de principe d'un spectrophotomètre IR.	27
Figure 6	Appareillage de spectroscopie RMN	28
Figure 7	Schéma de principe d'un spectromètre de RMN.	28
Figure 8	Le montage au reflux utilisé.	30
Figure 9	Différents étapes durant la synthèses de nos bases	32
Figure 10	Réaction d'un antioxydant avec le radical DPPH	34

Chapitre III

Numéro	Titre	Page
Figure 1	Spectres UV-vis des composés (1) et (2).	40
Figure 2	Spectre UV-vis de composé (3).	40
Figure 3	Spectre FT-IR de composé (1).	41
Figure 4	Spectre FT-IR de composé (2).	41
Figure 5	Spectre FT-IR de composé (3).	42
Figure 6	Spectre RMN H ¹ de composé (1).	44
Figure 7	Spectre RMN H ¹ de composé (2)	44
Figure 8	Spectre RMN H ¹ de composé (3).	46

Figure 9	Spectre HSQC de composé (3)	47
Figure 10	Spectre RMN C ¹³ (DEPT 135) composé (3).	48
Figure 11	Spectre HMBC de composé (3).	49
Figure. IV.1	Activité antiradicalaire de composé 1.	51
Figure. IV.2	Activité antiradicalaire de composé 2.	51
Figure. IV.3	Activité antiradicalaire de composé 3.	52
Figure. IV.4	Activité antiradicalaire de l'acide ascorbique Vitamine C.	52

La liste des tableaux

Chapitre I

Numéro	Titre	Page
Tableau 1	Condensation des carbonyles avec des composés azotés.	4
Tableau 2	Exemples de quelques ligands base de Schiff.	13

Chapitre II

Numéro	Titre	Page
Tableau 1	Réactifs utilisés dans la synthèse organique.	29
Tableau 2	Solvants utilisés dans la synthèse organique.	29

Chapitre III

Numéro	Titre	Page
Tableau 1	Propriétés physiques des produits 1-3 on utilise solvant l'éthanol	38
Tableau 2	Absorbances et longueurs d'ondes des produits synthétisés.	39
Tableau 3	Déplacements chimiques des différents protons des composés (1) et (2)	43
Tableau 4	Déplacements chimiques des différents protons et carbones de composé (3).	49

Liste d'abréviation

CCM	Chromatographie Couche Mince.
R_F	Rapport frontal.
UV-vis	Spectrophotométrie d'absorption moléculaire Ultra - violet visible.
A	Absorbance de la solution.
C	Concentration.
ε	Le coefficient d'extinction molaire.
λ	Longueur d'onde.
T	Transmittance.
I	Intensité du faisceau lumineux transmis.
I₀	Intensité du faisceau lumineux incident.
IR	Spectroscopie Infrarouge.
RMN	Résonance Magnétique Nucléaire.
h	Heure.
C°	Degrés Celsius.
Rd	Rendement
μg	Micro gramme
nm	Nanomètre.
ml	Millilitre.
MHz	Mégahertz.
ppm	Parts par million.
g	Gramme.
μl	Micro litre.

MeOH	Méthanol.
DPPH	Diphényl-picrylhydrazyle.
ORAC	Oxygen Radical Absorbance Capacity.
TRAP	Total Radical- Trapping Antioxidant Parameter.
FRAP	Ferric ion Reducing Antioxidant Parameter.
IC50%	Concentration inhibant 50%.
EC₅₀	Concentration effective à 50%.
HSQC	Spectre RMN homonucléaire bidimensionnel corrélé.
HMBC	Spectroscopie de corrélation hétéronucléaire à liaisons multiples
ABTS	Acide 2,2'-azino-bis (3-éthylbenzothiazoline-6-sulfonique)

Introduction générale

Introduction générale

Depuis le début du XIXe siècle. Le monde a connu un grand développement dans divers domaines, en particulier dans le domaine de la recherche scientifique, la chimie était l'une des sciences les plus avancées. Plusieurs composés ont été découverts et synthèses, parmi ces composés les composés organiques contenant le groupe (-HC=N-) sont connus comme imine ou azométhine mais en général ils sont connus en tant que "base de Schiff " en l'honneur de Schiff qui a synthétisé ce type de composés la première fois.

Les azométhine sont des ligands peuvent former de différents types ayant des sites coordinats de nature variée et comportant un ou plusieurs groupements imines, ces composés chimiques ont une grande importance à cause de leur procédé facile de préparation, réalisé en général en une seule étape, leur obtention avec de bons rendements, leur grande stabilité thermique et photonique ainsi que leur grand pouvoir de coordination. et ils sont utilisés dans nombreux domaines, en médecine pour le traitement de plusieurs maladies à cause de leur activités biologiques , et en traitement des eaux à cause de leur grande capacité de complexation des métaux de transition notamment dans la récupération des métaux lourds dans les effluents nocifs industriels ou des éléments radioactifs dans les déchets nucléaires .

L'objectif dans ce mémoire est synthèse, caractérisation structurale des nouveaux composés à base de Schiff.

Notre travail est réparti en trois chapitres :

- **Le premier chapitre** : est consacré à des rappels bibliographiques sur les bases de Schiff.
- **Le deuxième chapitre** : est consisté à la description des techniques et protocoles expérimentaux mis en œuvre pour réaliser ce travail.
- **Le troisième chapitre** : présent les résultats obtenus et la caractérisation et l'identification spectrale pour identifier les structures et les activités biologiques des bases de Schiff.

Chapitre I :
Recherche bibliographique

Introduction

Les premières synthèses de la fonction **azométhine** «imine» ont été réalisées en 1864 par Schiff [1]. Les composés iminiques appelés aussi Base de Schiff. Ils sont généralement des solides cristallins qui précipitent après une réaction de condensation d'une cétone ou d'un aldéhyde sur une amine primaire et conduit une molécule comportant une fonction imine (C=N), ils sont formés à la cour de réaction et peuvent séparer le produit au le milieu réactionnel par une filtration. Ils sont également connus pour leurs excellentes propriétés pour former des complexes organométalliques, ils se comportent comme des ligands chélatants [2].

L'intérêt des bases de Schiff en chimie médicinale a stimulé le développement de nouvelles méthodes de préparation de ces molécules. Les azométhines représentent les principaux précurseurs permettant la préparation des imines, à partir des aldéhydes ou des cétones.

I. Généralité sur les bases de Schiff :

I.1 Définition des bases de Schiff :

Base de Schiff est définie comme étant le produit d'une réaction d'amine primaire avec une cétone ou un aldéhyde [3], Les imines sous forme général **[R₁, R₂C=NR]**.

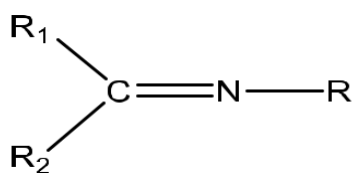


Figure. I.1 : Structure d'une base de Schiff.

Les imines varient selon la nature des radicaux R, R₁, R₂ pouvant être aliphatique ou aromatique et dans le tableau suivant énumère quelques exemples sur la formation de la fonction azométhine selon la nature des substituant qui trouve sur l'atome d'azote.

Tableau. I.1 : Condensation des carbonyles avec des composés azotés.

R	Réactif	Produit	Remarque
H	Ammoniac	Imine non substituée	Produit non isolable
C_nH_{2n+1}	Amine	Imine substituée	Produit isolable
NH ₂	Hydrazine	Hydrazone	Produit solide
NH Ph	Phénylhydrazine	Phénylhydrazone	Produit solide
OH	Hydroxylamine	Oxime	Produit solide
NH-CO-NH ₂	Semi-carbazide	Semi-carbazone	Produit solide

Les imines acquièrent des divers comportements, aussi bien sur le plan de leur stabilité et basicité, de leur mode de coordination que de la diversité de leurs domaines d'application [4].

Les imines contenant des substituant aromatiques sont généralement plus stables que ceux ne contenant que des substituant aliphatiques (alkyles ou cycloalkyles) et cela pour des raisons de la délocalisation du système π . Cependant la basicité des bases de Schiff aliphatiques est largement supérieures à celle des bases de Schiff aromatiques, mais elles se prêtent facilement au phénomène d'hydrolyse et se dégradent donc rapidement en milieu aqueux par l'effet de la réaction inverse donnant les réactifs de départ [5].

I.2 La synthèse de base de Schiff

La condensation d'une cétone ou d'un aldéhyde sur une amine primaire conduit aux bases de Schiff qui constituent une classe importante de produits organiques (Schéma I.1) [6].

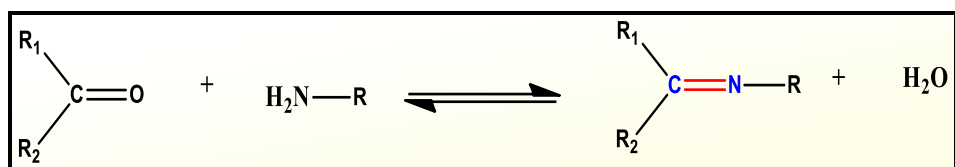


Schéma. I.1 : Synthèse des bases de Schiff.

I.3 Le mécanisme réactionnel de formation des imines (base de Schiff)

Le mécanisme de formation d'une base de Schiff mis en jeu, lors de la réaction de condensation, l'addition d'un nucléophile (amine) au groupement carbonyle (aldéhyde ou cétone). On vu dans la première partie du mécanisme l'amine réagit avec l'aldéhyde ou la cétone pour donner un composé de condensation instable appelé amino alcool (b). Les amino alcools se déshydratent en milieu acide pour donner des imines encore appelées bases de Schiff ainsi qu'en utilise le synonyme azométhine [7].

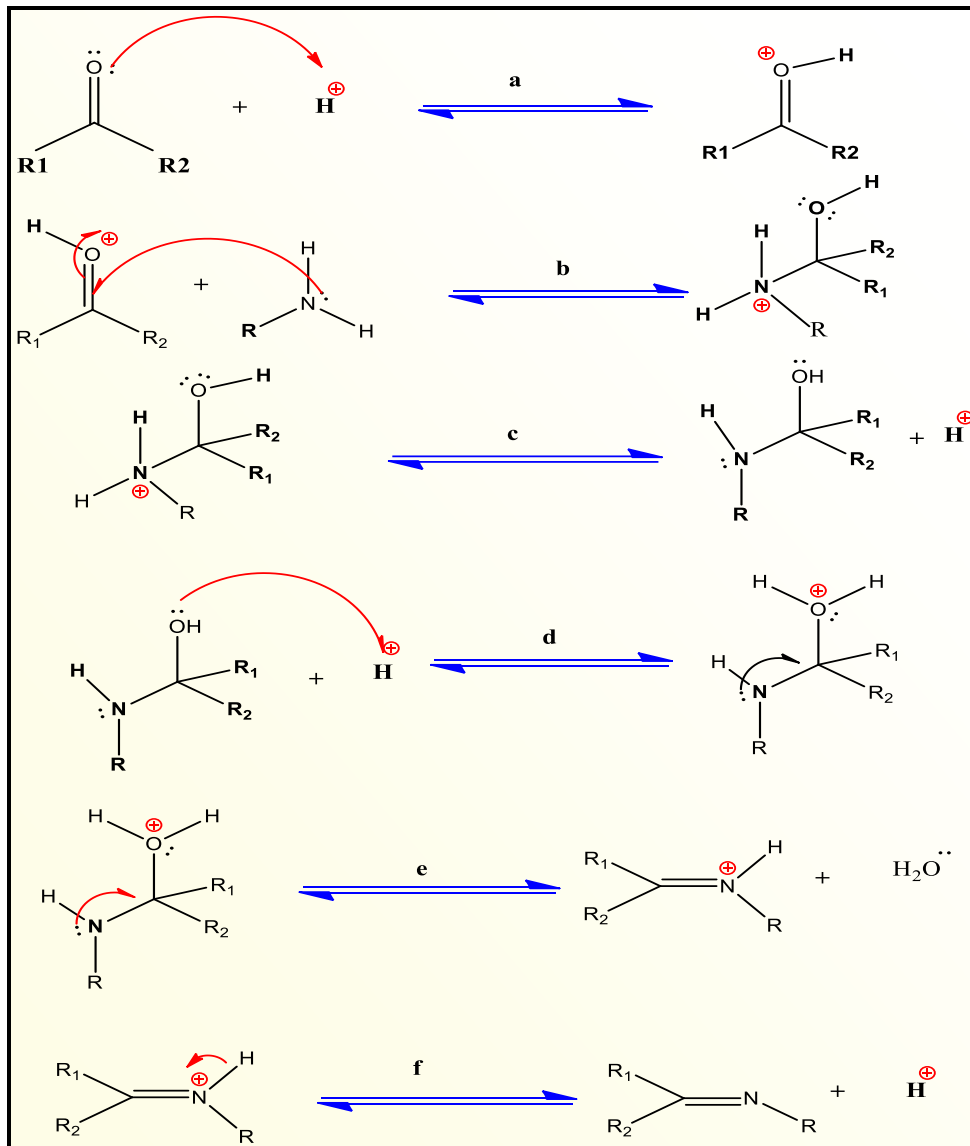


Schéma. I.2 : Mécanisme réactionnel de formation imine en milieu acide.

- a. Activation du caractère électrophile du dérivé carbonyle par protonation de l'atome d'oxygène.
- b. Attaque nucléophile de l'amine sur le dérivé carbonyle protoné.
- c. Déprotonation.
- d. Protonation de l'atome d'oxygène.
- e. Élimination intramoléculaire d'eau.
- f. Déprotonation de l'imine

➤ Le mécanisme réactionnel de formation de la fonction azométhine dans un milieu basique très lent, en générale aldéhydes réagissent plus rapidement que les cétones puis que les imines qui résultant à partir de réaction de condensation présente moins de gênes stériques que celle d'une cétone, avec une densité électronique sur l'atome de carbone de la fonction carbonylé.

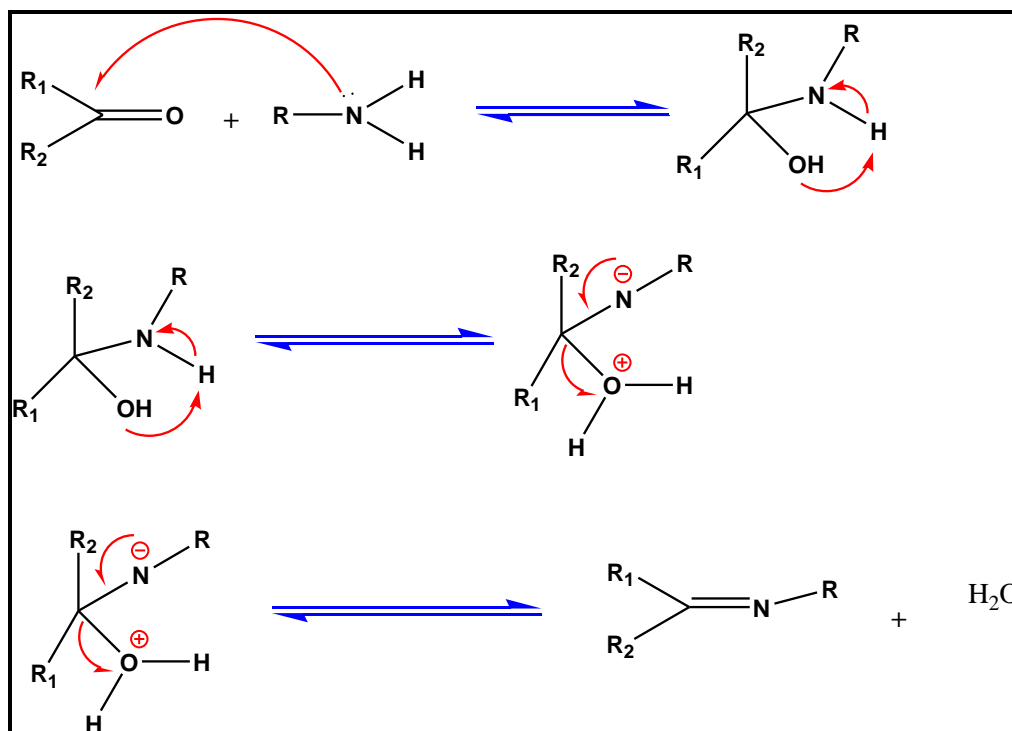


Schéma. I.3 : Mécanisme réactionnel de formation imine en milieu basique.

I.4 Classification des bases de Schiff

Les imines (bases de Schiff) sont des composés organiques caractérisés par la fonction C=N (azométhine) sont des analogues aux composés carbonylés (d'aldéhydes ou de cétones). Ils sont classés en deux types (Aldimine et Cétimine) selon la nature des composés carbonylés [8].

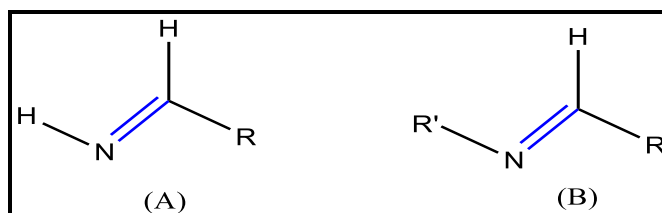


Schéma. I.4: Aldimines.

(A): Aldimine primaire

(B) : Aldimine secondaire

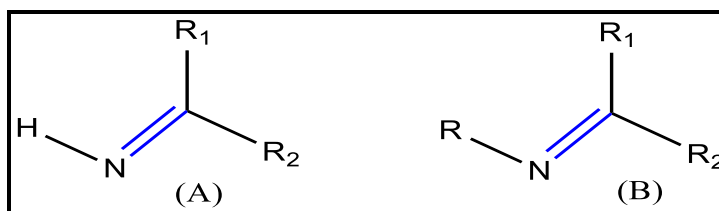
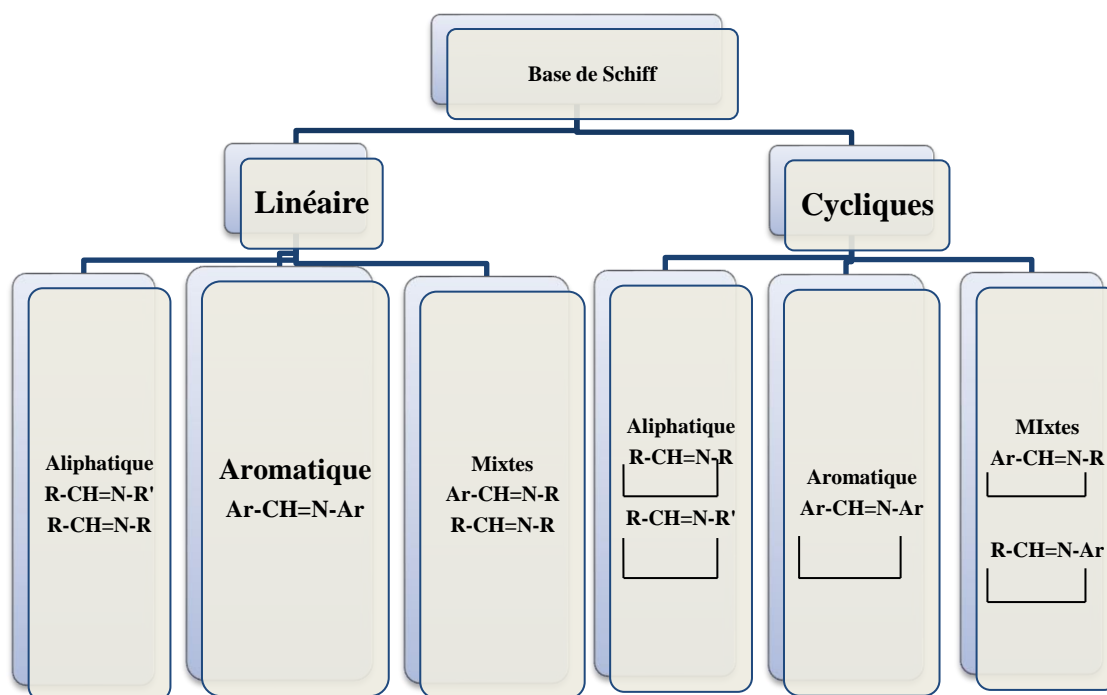


Schéma. I.5: Cétimine.

(A): Cétimine primaire

(B) : Cétimine secondaire

- Il y a une autre classification des azométhines selon leurs structures linéaire ou cycliques comme le montre le schéma ci-dessous :



R : groupement aliphatique.

Ar : groupement aromatique.

Schéma. I.6: Classification de base de Schiff proposée.

I.4.1. Les bases de Schiff linéaire

Les azométhines linéaires de formule générale $\mathbf{R-CH=N-R'}$, ils sont variés selon la nature des radicaux aliphatiques, aromatiques ou mixtes.

I.4.1.1. Les bases de Schiff linéaires aliphatiques

Les imines linéaires aliphatiques de formule générale $\mathbf{R-CH=N-R'}$ est montrés une basicité très forte relativement élevée qui laissent les réactions d'hydrolyse est très facile [9-10].

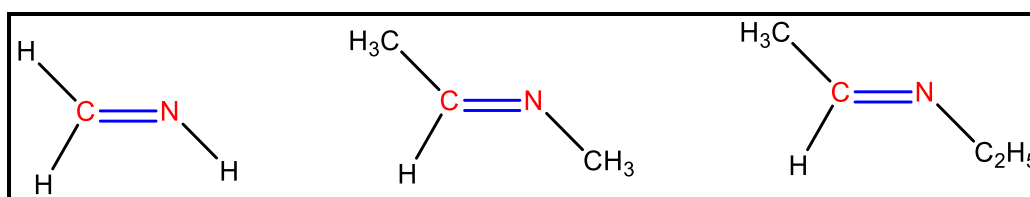


Schéma. I.7: Quelques exemples de base de Schiff linéaires aliphatiques.

I.4.1.2. Les bases de Schiff linéaires aromatiques

La présence des noyaux aromatiques dans les structures azométhines linéaire aromatiques Ar-CH=N-Ar a pour effet de diminuer la basicité de système, mais lui confère par ailleurs une plus grande stabilité ; en plus, la présence d'un groupement hydroxyle phénolique induit une stabilité supplémentaire dans le système par établissement de liaisons intramoléculaires [11].

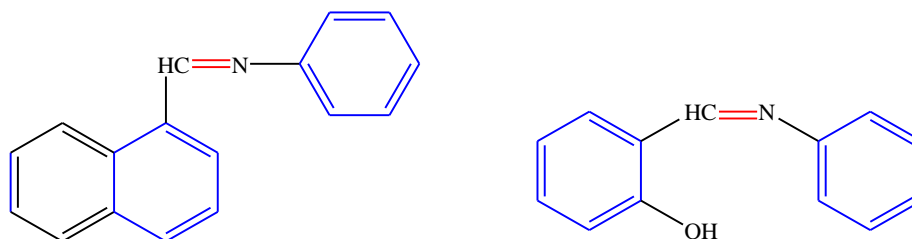


Schéma. I.8: Quelques exemples de base de Schiff linéaires aromatiques.

I.4.1.3. Les bases de Schiff linéaire mixtes

Les bases de Schiff mixtes sont des imines avec un radical aromatique et l'autre aliphatique, la formule générale R-CH=N-Ar [12].

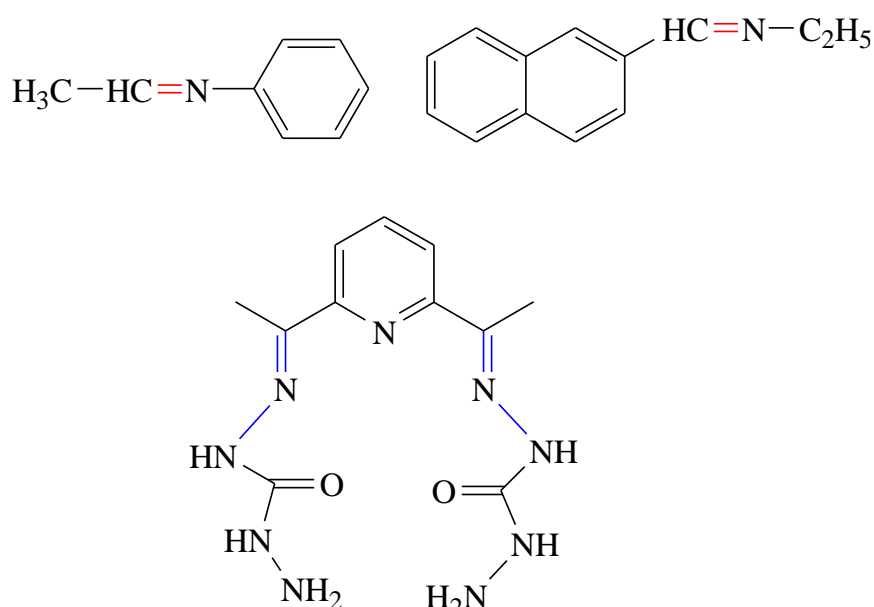


Schéma. I.9: Quelques exemples des bases Schiff linéaire mixtes.

I.4.2. Les bases de Schiff cycliques

Les bases de Schiff cyclique de formule générale $\text{R-CH=N-R}'$, elles sont variées selon la nature des radicaux soit aliphatique ou aromatique sont utilisées dans le domaine biologique et pharmacologique [13].

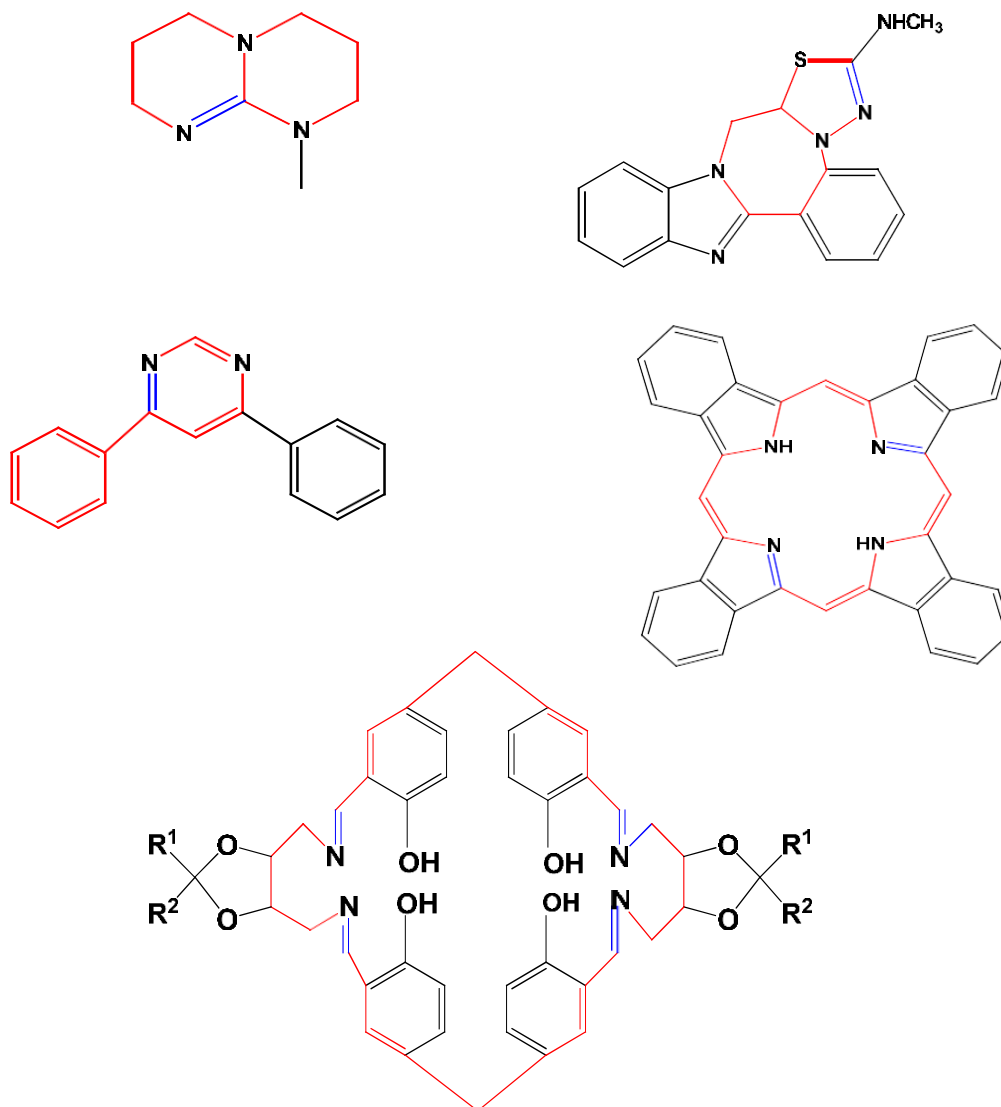


Schéma. I.10: Quelques exemples des bases de Schiff cycliques aliphatiques.

I.5. Caractérisation des bases de Schiff

Les fréquences de vibration du groupe azométhine (C=N) des ligands des bases de Schiff sont comprises entre $1603\text{--}1680\text{ cm}^{-1}$ avec une bande fine moyenne selon la nature des différentes substitutions sur les atomes du carbone et d'azote. Cette propriété fait de la spectroscopie infrarouge une technique de choix pour

l'identification de ce groupement fonctionnel. La RMN du proton H^1 est aussi un moyen puissant pour l'élucidation des caractéristiques structurales des bases de Schiff en solution, particulièrement pour l'étude des tautomerismes céto-énolique et thione-thiolique. Mais ; l'UV-Vis des composés contenant un chromophore non-conjugué sont caractérisés par des bandes d'absorptions de type $n \rightarrow \pi^*$ dans l'intervalle 235-272 nm [14].

I.6 Utilisation des bases de Schiff

Grâce à leurs importances dans la vie humaine, les bases Schiff sont utilisées dans beaucoup domaines en chimie pharmaceutique, organique, inorganique, biologie, et industriel, parmi lesquels on cite leurs utilisations dans comme suit :

- ❖ Le traitement de quelques maladies (accumulation du cuivre dans le foie, le cerveau et les reins ou certaines formes de cancer).
- ❖ L'activité biologique (activité antifongique, antibactérienne).
- ❖ Dans le domaine d'optimisation le taux de décharge des batteries ainsi leur capacité
- ❖ Dans le domaine de la chimie analytique (titrage, précipitation et séparation des métaux).
- ❖ L'oxydation catalytique des hydrocarbures qui sont diversifiés suivant la nature de fonction chimique des composés organiques, tel que l'oxydation des alcools, carboxylation des halogénures, oxydation des amines primaire, les phénols et les hydrocarbures [15].

L'utilisation des bases de Schiff comme des ligands mono, bi et tri dentates dans la chimie de coordination représentent une contribution importante dans la formation des complexes très stables.

Les ligands sont des composés chimiques ayant toujours un doublet libre d'électrons porte par l'atome d'azote qui lui confère un caractère nucléophile très fort, il permet d'attaquer facilement les centres actifs de faible densité électronique tels que l'atome de carbone, du groupement carbonyle et les ions des métaux de transition [16].

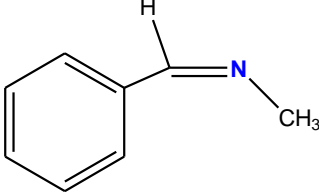
I.7 Ligand de base de Schiff

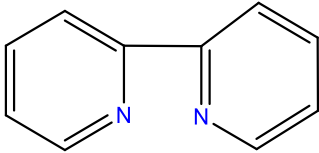
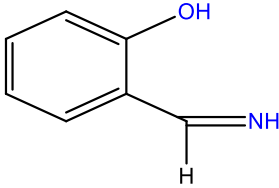
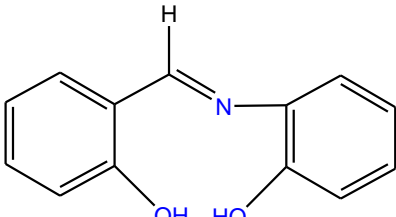
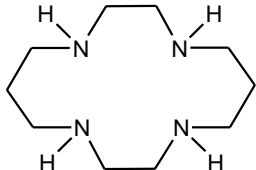
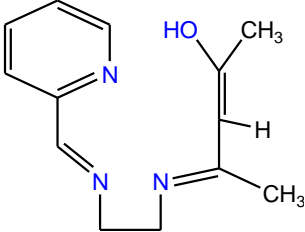
Les bases de Schiff présentent une classe fondamentale de ligands en chimie de coordination depuis 1933 [17]. Elles ont été largement étudiées, plus de mille composés ont été synthétisés. L'importance accordée à ces composés s'est intensifiée lorsque les groupes de Jacobsen et Katsuki en 1990 ont découvert que l'époxydation énantiosélective d'alcènes non fonctionnalisés pouvait être catalysée par des complexes chiraux (salen) [18]. Aujourd'hui ils existent différentes réactions catalysées par ces complexes salen ont été décrites. Cette étude a contribué à l'accroissement du nombre de ces composés dans la littérature, et Une grande importance a été consacrée portée sur l'étude des propriétés redox de ces composés.

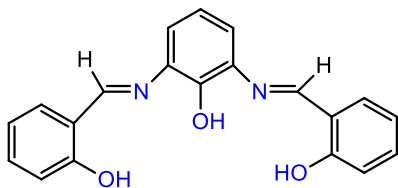
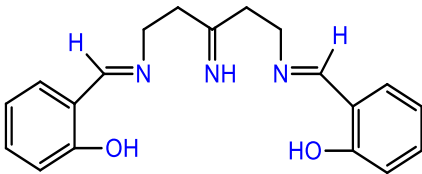
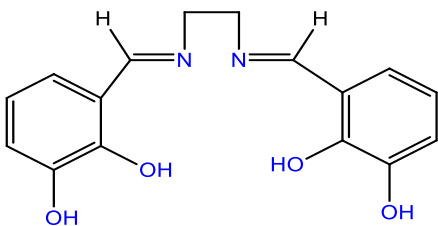
I.7.1 Classification des ligands de base de Schiff

Elles sont classées par rapport au nombre de liaisons qui peuvent se former avec les métaux. Ces ligands existent sous plusieurs structures, mono, bi, tri, tétra, penta, hexadenté comme le révèlent les exemples suivants :

Tableau I.2 : Exemples de quelques ligands base de Schiff.

Types de Bases de Schiff	Exemples
Base de Schiff monodenté	 <p>N- methyl-1-phenylmethanimine</p>

Base de Schiff Bidenté	Sites (N, N) Donneurs	 <p>2,2'-bipyridine</p>
	Sites (N, O) Donneurs	 <p>2-carboximidoylphenol</p>
Base de Schiff tridentés (sites ONO donneurs)		 <p>(2 [(E)-(2-hydroxybenzylidene) amino] phénol)</p>
Bases de Schiff Tétradentés	Sites (NNNN) Donneurs	 <p>1, 4, 8, 11- tetraazacyclotetradecane</p>
	Sites (NNNO) Donneurs	 <p>(4E)-4- ((2- [(E) -(pyridin-2-ylmethylidene) amino] éthyl) imino) pent-2-en-2-ol)</p>

Base de Schiff pentadenté	Sites (NNOOO) Donneurs	 <p>2- [E] (2-hydroxybenzylidene) amino]- 6- [(E)-3hydroxybenzylidene) amino]phénol</p>
	Sites (NNNOO) Donneurs	 <p>2,2'- {(3-iminopentane -1,5 -diyl) bis [nitrilo [E]méthyldene]} diphenol</p>
Base de Schiff Hexadenté	Sites (OONNOO) Donneurs	 <p>3,3-{éthane -1,2- diylbis [nitrilo(E) méthylylidene]} dibenzène -1, 2 -diol</p>

I.8 Propriétés des réactions de formation des imines

1 - La formulation d'imine demande la présence d'une catalyse acide, et sans l'utilisation de cette catalyse la réaction est très lente. Il est nécessaire de remarquer que l'acide n'est pas nécessaire pour l'étape d'addition, en revanche, la protonation de l'amine rend cette étape très lente en milieu acide fort, mais il est important pour l'élimination de l'eau dans la fin de la réaction. En réalité ; la formation d'imine est plus rapide à pH 4-6 ; aux pH inférieurs, une grande proportion de l'amine (la vitesse de la première étape est lente) mais aux pH supérieurs, la concentration des protons est trop faible pour protonée du groupe partant OH dans l'étape de déshydratation. La formation de l'imine ressemble à une réaction biologique : elle est plus rapide au voisinage de la neutralité [19].

2- Les imine sont instables, par rapport au composé carbonyle et à l'amine de départ, et depuis il exige l'élimination d'eau du mélange réactionnel.

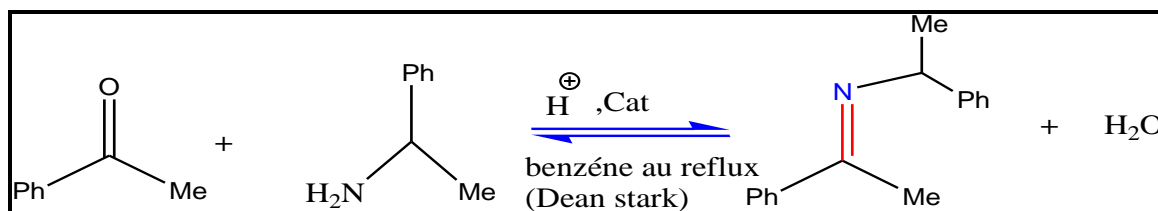


Schéma. I.11 : Synthèse d'une imine à l'aide d'un Dean Stark.

3- La formation des imines en général, à partir des aldéhydes ou des cétones avec la plupart des amines primaires, elles ne sont assez stables pour être isolées que si le C ou N de la double liaison de l'azométhine porte un substituant aromatique. Les imines formées à partir de l'ammoniac sont instables mais on peut les détecter en solution $\text{CH}_2=\text{NH}_2$, et ce, se décompose aux températures supérieures à 80°C , mais par exemple : la solution $\text{PhCH}=\text{NH}$ peut être détecté par le spectrophotomètre UV dans un mélange de benzaldéhyde et d'ammoniac enregistré dans le méthanol [20].

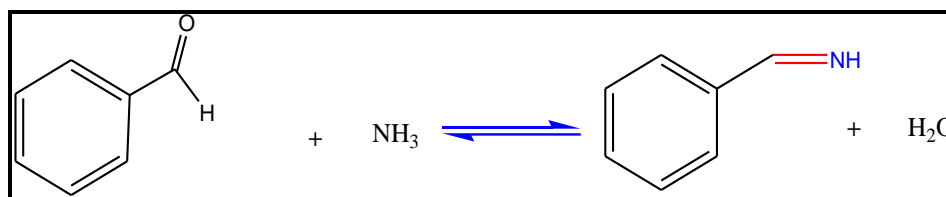


Schéma. I.12: Réaction d'une amine avec un aldéhyde aromatique.

4- Les imines sont facilement hydrolysées en carbonyle et amine par les acides aqueux en fait, la plupart peuvent être hydrolysées par l'eau sans catalyse acide ni basique [20].

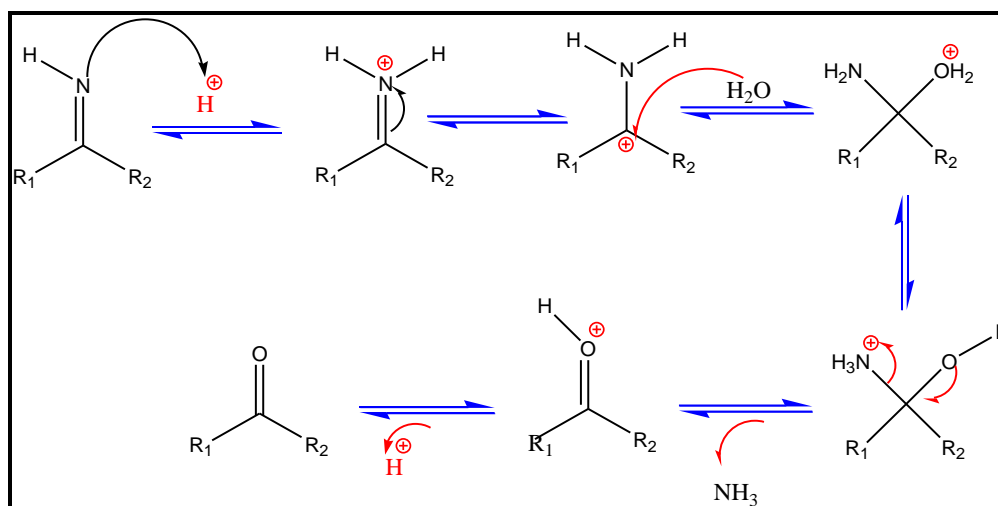


Schéma. I.13: Mécanisme général d'hydrolyse d'imine.

5-Les imines dont l'atome d'azote porte un groupement électronégatif sont en général stable c'est le cas des oximes, des hydrazones et des semicarbazones [21].

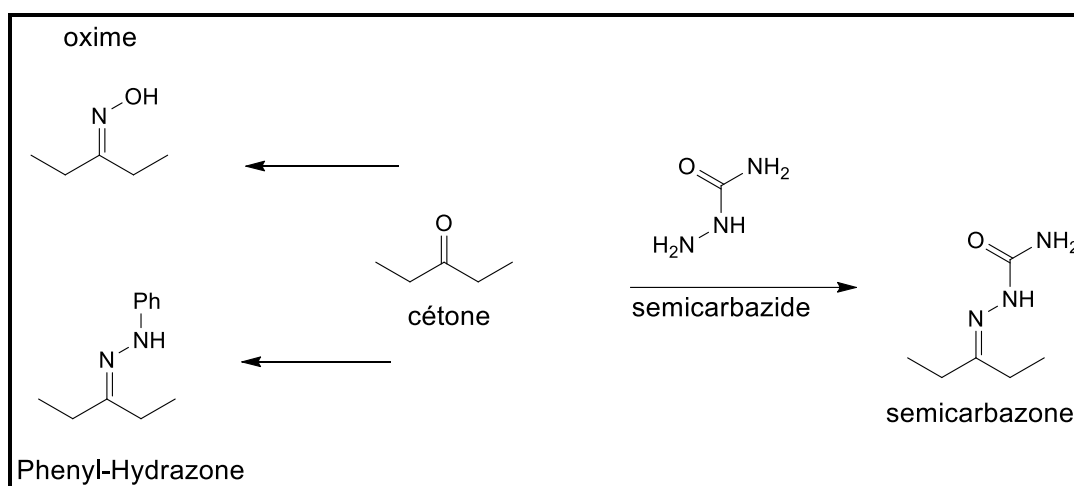


Schéma. I.14: Différents groupements stables des imines

I.9 Activité biologique des bases de Schiff

Les bases de Schiff sont caractérisées par le groupement imine, qui permet de donner le mécanisme de la transamination et la réaction de racémisation dans le système biologique. Par ailleurs ; les propriétés biologiques des bases de Schiff peuvent être attribuées à différents groupements présents dans leurs structures, à savoir : l'hydroxyle (OH), méthoxy, les halogènes ainsi qu'à certains hétéroatomes constituant les parties cycliques de la molécule, tels que l'azote, l'oxygène et le soufre [22].

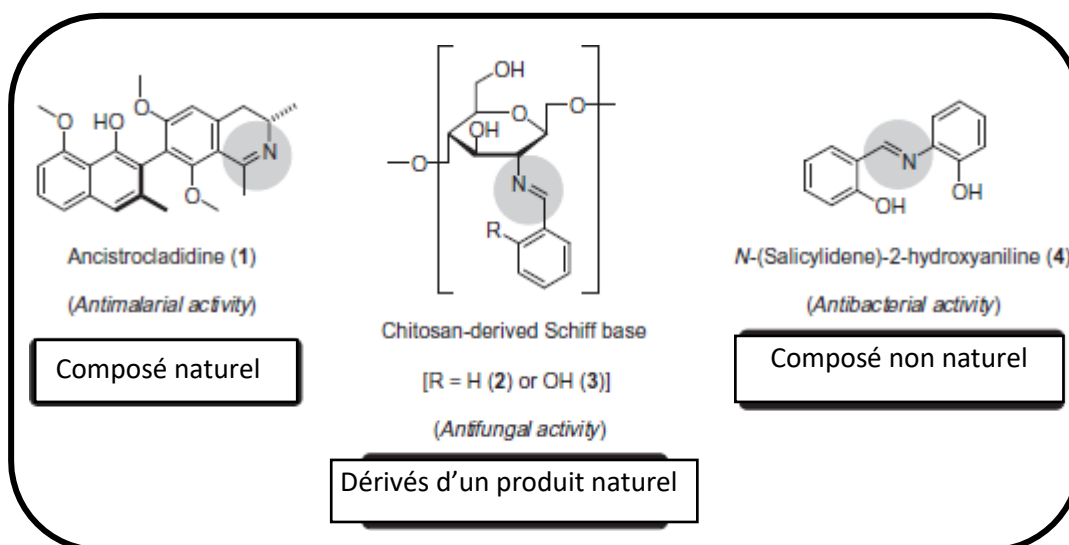


Figure. I.2: Structure moléculaire de bases de Schiff à activité biologique
[23-24-25].

En effet les bases de Schiff inhérentes à la mise en évidence des différentes applications de plusieurs dérivés imines dans divers domaines ont des propriétés anti-tumorales, antimicrobiennes, antituberculeuses, antimalariales, antibactériennes, antifongique, anti-inflammatoires et antivirales [26].

I.9.1 Activité antibactérienne

L'activité antibactérienne de deux nouvelles bases de Schiff dérivés de 2, 3 diaminopyridine (DAPY) et ortho-vanilline (schéma I.15) .A été synthétisée et montée une activité antibactérienne contre les souches bactérienne *S. aureus*, *P.aeruginosa* et *E. coli*. Ces composés s'avèrent également une forte activité antibactérienne [27].

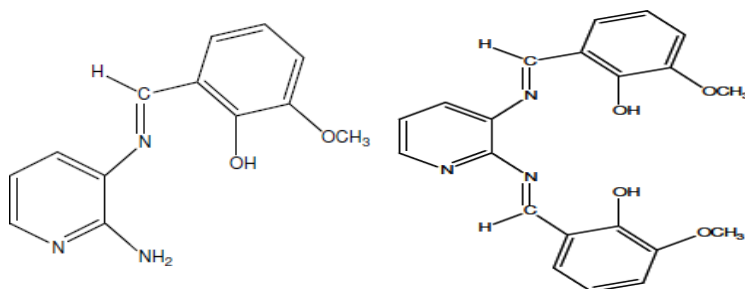


Schéma. I.15: Les structures Bases de Schiff antibactérienne.

I.9.2. Activité Antipaludique

Le paludisme est une maladie parasitaire mortelle transmise par des moustiques. OÙ le nom de paludisme dérivé du mot ancien 'palud', marais. En 1880, les scientifiques ont découvert la véritable cause du paludisme, un parasite unicellulaire appelé plasmodium. Ils ont ensuite découvert que le parasite était transmis d'une personne à une autre par les piqûres d'un moustique Anophèle femelle, qui a besoin de sang pour nourrir ses œufs. Actuellement, environ 40% de la population mondiale habitants des pays les plus pauvres du monde pour la plupart sont exposés au paludisme [28].

Il est à noter que, les dérivés de bases de Schiff présentaient d'intéressants fragments dans la conception structurelle des agents antipaludique. Dans ce cadre, le groupe de Rathelot et coll. ont synthétisé une série de base de Schiff dérivées de la 5-nitroisquinolène, parmi lesquelles les systèmes représenté schéma (I.16) demeure le seul à avoir manifesté une activité appréciable envers la malaria [29].

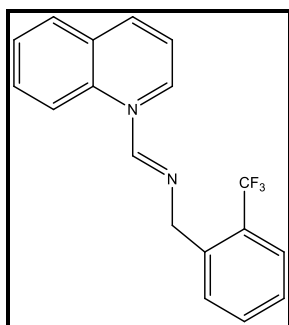


Schéma .I.16: Base de Schiff à effet antipaludique (antimalarial)

I.9.3 Activité antituberculeuse

La tuberculose est une maladie contagieuse qui s'attaque habituellement aux poumons, mais parfois aussi à d'autres parties du corps, comme les reins, les ganglions et les os. Autrefois, la tuberculose était souvent mortelle et on lui donnait le nom de « consommation ». De nos jours, le traitement par antibiotiques permet d'en guérir [30].

Une activité antituberculeuse remarquable a alors été mise en exergue pour un composé organique. Durant la même année, l'équipe de L. Shi et coll. ont révélé un

effet antituberculeux important associé à la présence d'une délocalisation électronique importante dans certaines bases de Schiff à noyaux aromatique (schéma I.17) [31].

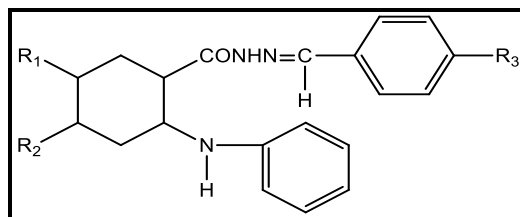


Schéma. I.17: Base de Schiff à noyaux aromatiques, dotés de propriétés antituberculeuses.

I.9.4 Activité antioxydante

Les antioxydants sont des molécules naturelle ou synthétiques qui possèdent la propriété de protégés les tissus vivants d'être endommager par les radicaux libres. Donc inhibe les processus d'oxydation dans ces phases initiales. Le Pouvoir antioxydant est un caractère déterminant la tendance d'une molécule de piéger les radicaux libres en faible concentration et de grande efficacité [32].L'équipe de Li et al [33].Ont rapporté des capacités antioxydantes des bases de Schiff de Ferrocényle comprenant l'o-(1-ferrocényl éthylidèneamino) phénol (OFP), le m-(1-ferrocényl éthylidèneamino) phénol (MFP) et le p-(1-ferrocényl éthylidèneamino) phénol (PFP). L'OFP, le MFP et le PFP possédaient des activités similaires pour piéger le DPPH et l'ABTS+.L'introduction du groupe ferrocényle sur la base de Schiff a augmenté l'efficacité antioxydante plus remarquablement que les bases de Schiff du benzène.

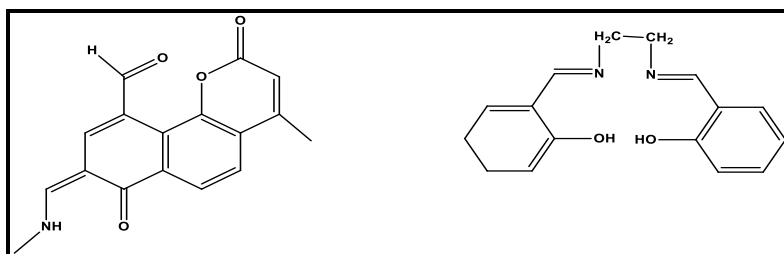


Schéma. I.18: Structures chimiques des bases de Schiff ayant une activité antioxydante

I.10.Conclusion

Ces dernières années ont vu plusieurs tests et recherches sur les bases de Schiff à cause de l'importance de ces bases, suite à la mise en évidence de leurs diverses applications dans plusieurs domaines. Dans la médecine parce qu'ils sont utilisés comme des médicaments à cause de leurs activités pharmacologiques, aussi l'utilisation de ces bases en chimie des complexes comme des ligands à cause de leurs capacités de capturer des ions métalliques pour cela ils sont utilisés dans des traitements des eaux et dans l'industrie en générale.

Chapitre II :

Méthode expérimental

II.1 Introduction

Dans ce chapitre nous présenterons la démarche suivie (les produits, les réactifs, le dispositif...) pour arriver à la synthèse de nouveaux dérivés base de Schiff à partir de deux réactives : Furan-2-carboxylic acid hydrazide et Tryptamine. Ainsi que les méthodes de caractérisations utilisées qui nous ont permis de caractériser au mieux nos échantillons (CCM, UV, IR, RMN 1D et 2D) et finalement l'étude biologique de l'activité anti-oxydante.

II.2 Méthodes de caractérisations

II.2.1 Chromatographie sur couche mince (CCM)

La chromatographie est une méthode physique de séparation des mélanges en leurs constituants ; elle est basée sur les différences d'affinité des substances à l'égard de deux phases, l'une stationnaire (fixe), l'autre mobile. Historiquement, l'apparition de ces techniques remonte à 1903, date à laquelle le botaniste russe MIKAIL TSWET a réalisé la séparation des pigments végétaux de la chlorophylle [34], mais l'apparition de la chromatographie sur couche mince remonte à 1938 [35].

La chromatographie sur couche mince (CCM), ou sur plaque, est effectuée surtout en vue d'une analyse d'un mélange qu'est fixé sur un support appelé phase stationnaire (un gel de silice déposé en couche mince sur une plaque d'aluminium ou verre). Il est entraîné par un solvant ou un mélange de solvants approprié (phase mobile ou éluant) qui migre par capillarité sur la plaque. Les constituants du mélange se séparent par migration différentielle : chacun d'eux est d'autant plus entraîné par l'éluant qu'il est plus soluble dans celui-ci et moins adsorbé sur la phase stationnaire [36].Après migration les taches doivent être révélées ; c'est la détection qui peut se faire soit :

- Pulvérisation d'un réactif caractéristique
- Par immersion dans un bain de permanganate de potassium
- Par pulvérisation de vapeur de di-iodé

Chapitre II : Méthode expérimental.

➤ Par observation à la lumière UV si la plaque de silice comporte un indicateur de fluorescence.

Après que l'échantillon ait été déposé sur la phase stationnaire, les substances migrent à une vitesse qui dépend de leur nature et celle du solvant avec un rapport frontal (Rf) qui est défini par le rapport suivant :

$$Rf = \frac{\text{la hauteur parcourue par le soluté}}{\text{la hauteur parcourue par le front de solvant}} = \frac{h}{H}$$

Chaque tache correspond à un constituant ou bien un produit on l'identifie par comparaison du Rf avec un témoin (une même substance migre à la même hauteur dans des conditions opératoires identiques ou même Rf) [37].

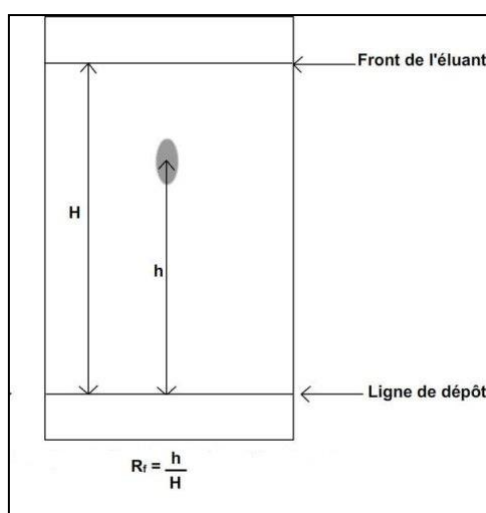


Figure II.1: Illustration de comment calculé le rapport frontal (Rf).

II.2.2 La spectroscopie UV-vis

La spectrophotométrie UV-visible est une méthode analytique quantitative qui consiste à mesurer l'absorbance ou la densité optique d'une substance chimique donnée, généralement le domaine de la spectroscopie UV s'étend en principe de $\{\lambda = 10 \text{ nm à } \lambda = 400 \text{ nm}\}$ et le domaine de la lumière visible de $\{\lambda = 400 \text{ nm à } \lambda = 800 \text{ nm}\}$. Cependant, on se limite en général à $\lambda > 200 \text{ nm}$ en raison de l'opacité de l'air pour les longueurs d'onde inférieures à 190 nm. Pour enregistrer le spectre UV-visible d'une substance, on prépare une solution diluée de concentration définie que l'on introduit dans une cuve en verre (ou en quartz pour les longueurs d'ondes inférieures à 350 nm). Le solvant doit être transparent dans la zone de longueurs d'onde choisie. Sa

Chapitre II : Méthode expérimental.

nature doit être relevée, car elle peut avoir une influence sur les caractéristiques du spectre. A l'intérieur de spectrophotomètre UV-visible, un faisceau d'intensité I_0 traverse une matière d'épaisseur l (solution diluée dont l'épaisseur de la cuve est l). Si la matière en question a des propriétés absorbantes, une partie de la lumière incidente I_0 sera donc absorbée. L'intensité I du faisceau de la concentration des molécules de la substance analysée est exprimée par la loi de Beer-Lambert [38].

$$A = \log I_0/I = \epsilon C l$$

Avec :

- A : Absorbance.
- I : Intensité du faisceau lumineux transmis.
- I_0 : Intensité du faisceau lumineux incident.
- ϵ : coefficient d'extinction molaire ou d'absorptivité molaire ($\text{l.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$).
- C : concentration de la solution analysée en (mole / litre).
- l : épaisseur de la cuve (1 cm).



Figure. II.2: Appareillage de spectroscopie UV-vis.

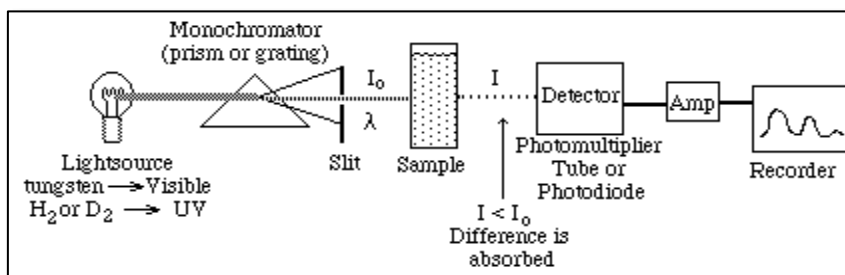


Figure. II.3: Schéma de principe d'un spectrophotomètre UV-vis.

II.2.3 Spectroscopie Infrarouge (FTIR)

La spectroscopie infrarouge est une méthode d'analyse quantitative qui permet de déterminer la présence ou l'absence des groupes fonctionnels dans une molécule organique qu'inorganique, il fut découvert en 1800 par Frédéric Wilhelm Herschel.

La spectroscopie infrarouge (IR) étudie les vibrations des molécules lorsqu'elles sont irradiées par une onde électromagnétique de fréquence comprise dans le domaine de l'infrarouge : environ 0,8 et 1000 μm . La région normale d'un spectre infrarouge se situe entre 4000 et 400 cm^{-1} (2,5 μm à 25 μm), c'est la région la plus généralement exploitée par les chimistes, les organiciens pour l'analyse fonctionnelle [39].

Nous avons utilisé un spectromètre FTIR sa gamme spectrale s'étend de 8000 à 400 cm^{-1} et la résolution maximale est de 0,1 cm^{-1} . Il est connecté aux deux extrémités du réacteur. Le spectromètre est constitué d'une source infrarouge et d'un interféromètre. Pour minimiser l'influence de l'eau (H_2O) et du dioxyde de carbone (CO_2) sur les spectres FTIR, le spectromètre est purgé en continu par de l'air comprimé, sec et sans CO_2 . L'échantillon est incorporé sur un support qui n'absorbe pas dans l'infra rouge, le support utilisé est le KBr. Un mélange homogène de KBr contenant environ 1% de l'échantillon à analyser est broyé, ensuite placé dans un moule et soumis à une très forte pression. Il est ensuite extrait du moule sous forme d'une pastille très fine [40].

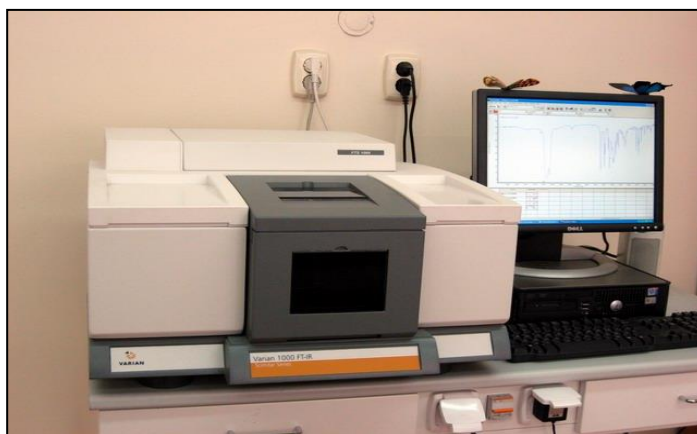


Figure. II.4: Appareillage de spectroscopie IR.

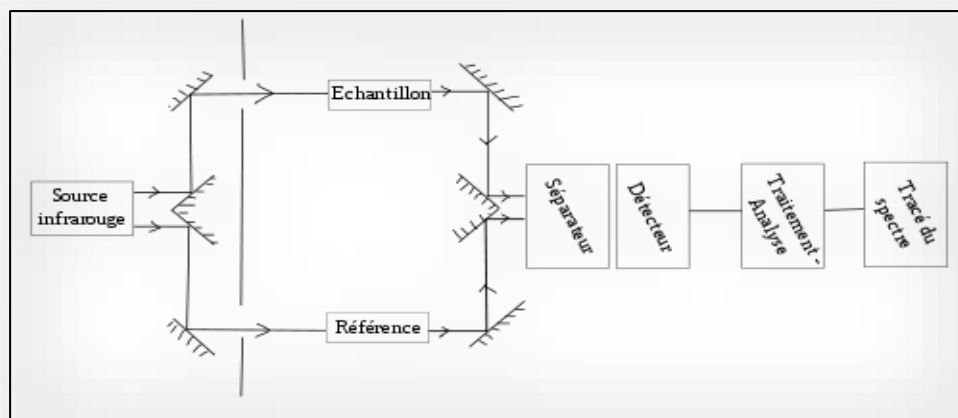


Figure. II.5: Schéma de principe d'un spectrophotomètre IR.

II.2.4. La Résonance Magnétique Nucléaire (RMN)

La spectrophotométrie de RMN (Résonance Magnétique Nucléaire) est une méthode récente (1950-1960), basée sur les propriétés magnétiques de certains noyaux atomiques qui est très utile pour l'identification et la caractérisation des composés organiques; elle est la plus performante des techniques spectroscopiques courantes car elle donne des renseignements sur le squelette hydrocarboné, Cette technique peut être utilisée pour les éléments possédant un nombre de protons et de nucléons simultanés impairs. Les atomes de H^1 , C^{13} , sont les plus étudiés, de suivre l'évolution des réactions chimiques et étudier l'effet stérique de groupements substitués ainsi que la pureté d'un échantillon. En mesurant la fréquence de résonance des spins nucléaires de certains noyaux atomiques lorsqu'ils sont placés dans un champ magnétique intense, on peut étudier l'environnement chimique de ces atomes [40].



Figure. II.6: Appareillage de spectroscopie RMN.

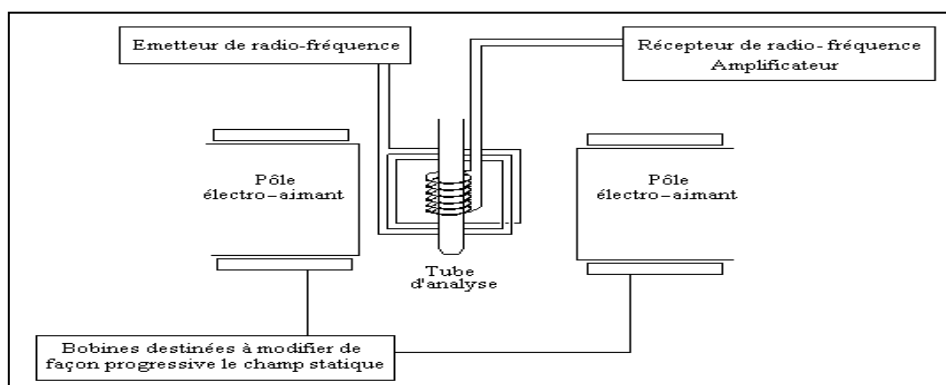


Figure. II.7: Schéma de principe d'un spectromètre de RMN.

II.3. Synthèse

II.3.1 Réactifs et solvants utilisés dans la synthèse

II.3.1.1 Réactifs utilisés

Chapitre II : Méthode expérimental.

Tableau. II.1: Réactifs utilisés dans la synthèse organique.

Les réactifs	Formule brute	L'état physique	La densité (g/cm ³)	La masse molaire (g/mol)
Furan-2-caboxylic acid hydrazide	C ₆ H ₈ N ₂ O ₂	Solide	1.281±0.06	140.13992
Benzaldéhyde	C ₇ H ₆ O	Liquide	1.049±0.06	106.12194
Acétophénone	C ₈ H ₈ O	Liquide	0.993±0.06	120.1485
Acide acétique	C ₂ H ₄ O ₂	Liquide	1.069±0.06	60.05196
Tryptamine	C ₁₁ H ₁₄ N ₂	Solide	1.057±0.06	174.24226

II.3.1.2-Solvant utilisés

Tableau.II.2: Solvants utilisés dans la synthèse organique.

Les solvants Utilisés	Formule Brute	La densité (g/cm ³)	La masse molaire (g/mol)	Point d'ébullition (C°)
Méthanol	CH ₃ OH	0.753±0.06	32.04186	64,7
Ethanol	C ₂ H ₅ OH	0.780±0.06	46.06844	78,37
Chloroforme	CHCl ₃	1.500±0.06	119.37764	61,2

II.3.2 Montage expérimental

Le chauffage à reflux est un montage très souvent utilisé pour ces synthèses chimiques, car il permet d'accélérer la transformation des produits de départ aux produits finaux sans perte de matière. Le montage représenté dans le schéma suivant :



Figure. II.8 : Le montage au reflux utilisé.

II.3.3 Mode opératoire

II.3.3.1 Mode opératoire général

1. Sur une balance électronique, on pèse 0.63g de **Hydrazide d'acide furane-2-carboxylique** ou la **Tryptamine**.
2. On dissout cette quantité dans 10ml d'éthanol (on agite jusqu'à la solubilité totale du produit)
3. On verse la solution dans un ballon Bicol.
4. On ajoute à solution précédente 0.45 ml de Benzaldéhyde ou l'acétophénone et 2 gouttes de l'acide acétique.
5. On place le montage à reflux et sous agitation.
6. On suivre l'évolution de la réaction par CCM chaque 30min; on pique sur une plaque CCM (5×7cm) le réactif comme témoin, on a utilisé comme système d'éluion le chloroforme et le méthanol avec un rapport de (9/1).
7. Après 4 heures on remarque un précipité coloré.
8. Une filtration a été procédé en vue de séparer le solide, ce dernier a été lavé plusieurs fois par l'éthanol puis le lisier sécher à l'air libre.

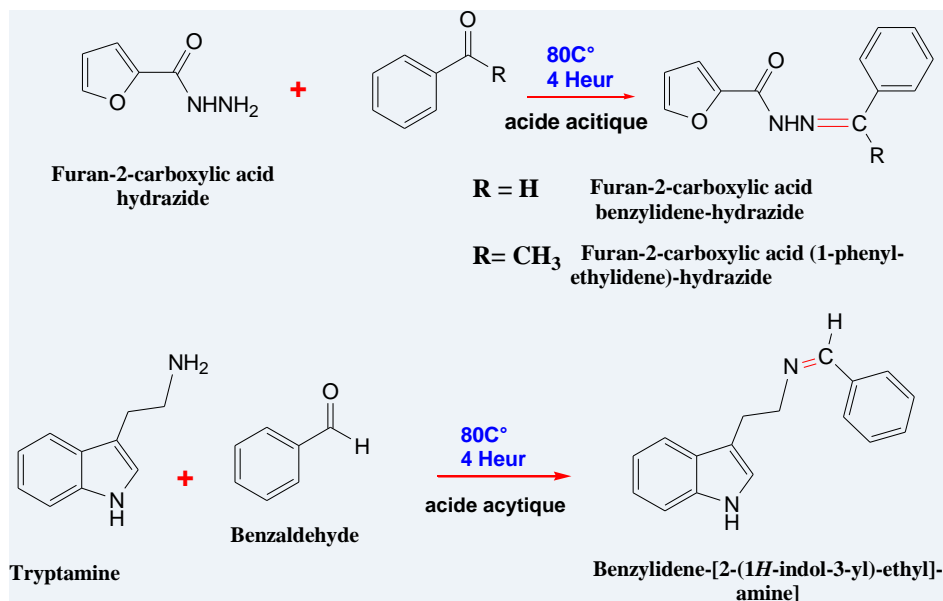


Schéma. II.1 : Schéma général de la synthèse des bases de Schiff.

Chapitre II : Méthode expérimental.

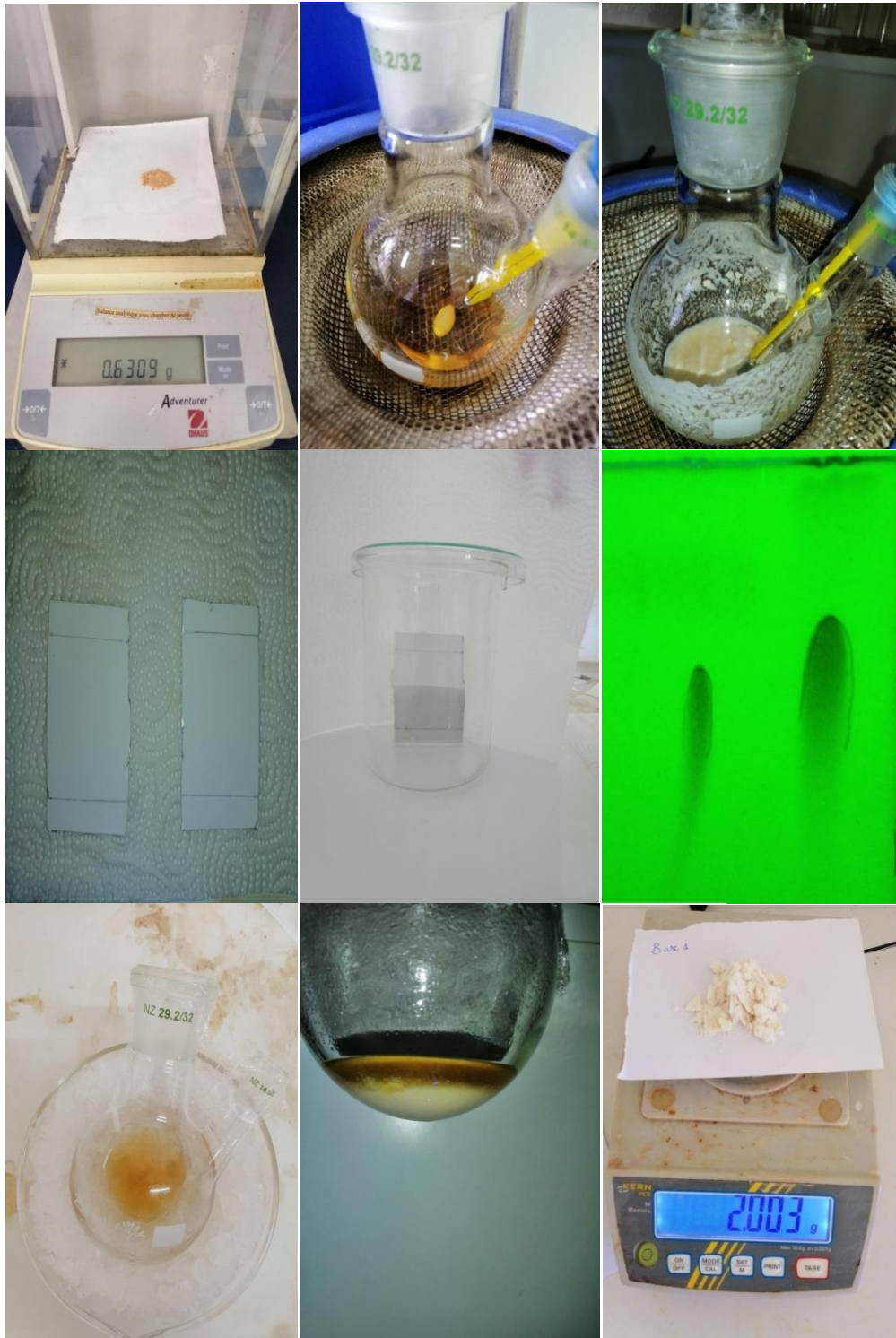


Figure .II.9: Différents étapes de synthèse des bases de schiff (1-3).

II.4 Activités Biologique

II.4.1 Généralité

Plusieurs méthodes sont utilisées pour évaluer, in vitro et in vivo, l'activité antioxydante. Certaines d'entre elles reposent sur la capacité réductrice d'un composé comme un indicateur significatif de son potentiel antioxydant, d'autres reposent sur la mesure de la capacité d'une substance à piéger des radicalaires libres [41].

Plusieurs méthodes peuvent être utilisées pour estimer l'activité antioxydante, Certaines d'entre elles reposent sur la capacité réductrice d'un composé comme un indicateur significatif de son potentiel antioxydant, d'autres reposent sur la mesure de la capacité d'une substance à piéger les composés radicalaires [42, 43].

Dans cette étude, l'activité antioxydante des produits synthétisés (1-3) a été déterminée en utilisant la méthode réduction du radical libre DPPH (1,1 Diphenyl-2-Picryl Hydrazyl) un antioxydant peut être suivie par spectrométrie UV-visible, en mesurant la diminution de l'absorbance à 517 nm provoquées par la présence d'une solution des produits synthétisés. Le DPPH est initialement violet, se décolore lorsqu'on lui associe avec un proton. Cette décoloration est représentative de la capacité des composés à piéger ces radicaux libres indépendamment de toutes activités enzymatiques. De point de vue méthodologique, le test au radical libre DPPH est recommandé pour des composés contenant, SH-, NH- et OH- [44,45]. Il s'effectue à température ambiante, le principe de cette méthode est la réduction du DPPH (2,2-diphenyl-1-picryl hydrazyl) de couleur violette en (2,2-diphenyl-1-picryl hydrazine) de couleur jaune. Le DPPH absorbe à 517 nm, mais lors de la réduction par un antioxydant, son absorption diminue.

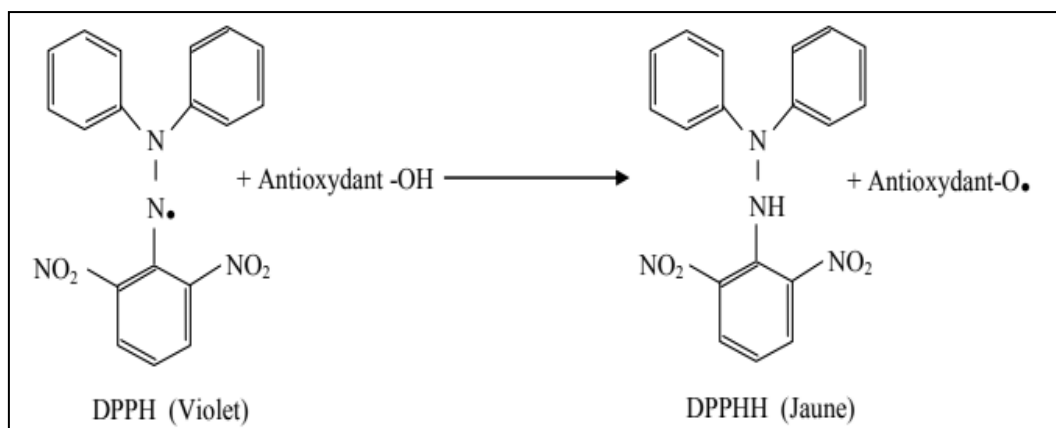


Figure. III.10: Réaction d'un antioxydante avec le radical DPPH.

II.4.2. Mode opératoire

En premier lieu, nous avons préparé une solution de DPPH a une concentration de $0.5 \cdot 10^{-3}$ M dans le DMSO et cela comme suit :

$$M_{\text{DPPH}} = 394.32 \text{ g/mol}, C_{\text{DPPH}} = 0.5 \cdot 10^{-3} \text{ M}, V_{\text{DPPH}} = 10 \cdot 10^{-3} \text{ l}$$

$$\text{On a: } n = \frac{m}{M} \longrightarrow n = C \cdot V \longrightarrow n_{\text{DPPH}} = 5 \cdot 10^{-6} \text{ mol}$$

$$\text{On a aussi : } n = \frac{m}{M} \longrightarrow m = n \cdot M \longrightarrow m_{\text{DPPH}} = 0.00197 \text{ g}$$

- Nous avons dissous cette masse de DPPH dans 10 ml de DMSO pour obtenir notre solution.

En second lieu, nous avons préparé des solutions de nos composés ligands et complexes de la même manière, même concentration et même solvant et nous avons préparé trois mélanges :

- Mélange 1 : 400 μl de la solution DPPH dans une éprouvette de 10 ml + 500 μl du composé à tester puis compléter avec du DMSO jusqu'à 4ml.
- Mélange 2 : 400 μl de la solution DPPH dans une éprouvette de 10 ml + 1000 μl du composé à tester puis compléter avec du DMSO jusqu'à 4 ml.
- Mélange 3 (contrôle) : 400 μl de la solution DPPH dans une éprouvette de 10 ml et compléter jusqu'à 4 ml avec du DMSO.

La mesure de la variation de l'absorbance a été faite 30 min après l'introduction des cuves dans le spectrophotomètre UV. Les valeurs obtenues sont transformées ensuite en pourcentages d'inhibition en utilisant la formule suivante [46].

Chapitre II : Méthode expérimental.

$$A\% = 100 \times (A_{\text{témoin}} - A_{\text{test}}) / A_{\text{témoin}}$$

$A_{\text{témoin}}$ est l'absorbance du témoin (contenant tous les réactifs sans le produit à tester), A_{test} étant l'absorbance du test.

Le graphe de la variation du pourcentage d'inhibition en fonction de la concentration des composés (1-3), le seul qui a été soumis à l'évaluation de l'activité antioxydante, permet de déterminer le IC_{50} (autrement appelée EC_{50} , concentration correspondant à 50 % d'inhibition et qui constitue l'activité antioxydante de nos produits. Cette valeur est comparée à celle trouvée pour le composé de référence.

L'expérience a été effectuée dans un spectrophotomètre UV/visible monochromatique (Littrow 1200 lignes/mm par palier) à la longueur d'onde de 517 nm.

CHAPITRE III :

Résultats et discussions

III- Résultats et discussions

III.1- La réactivité des bases de Schiff :

Les imines sont considérées comme des intermédiaires en synthèse organique et ils sont aussi largement utilisés dans la création de nouvelles molécules. De nombreux dérivés ont prouvé leur efficacité aussi bien dans la synthèse asymétrique que dans les réactions de cyclisation. Le but de cette partie consiste à la synthèse et la caractérisation des ligands à base de Schiff et l'étude de leurs activités biologiques telles que l'activité antibactérienne et l'activité antioxydante.

Notre approche à ces imines est représentée par le **Schéma synthétique 1**.

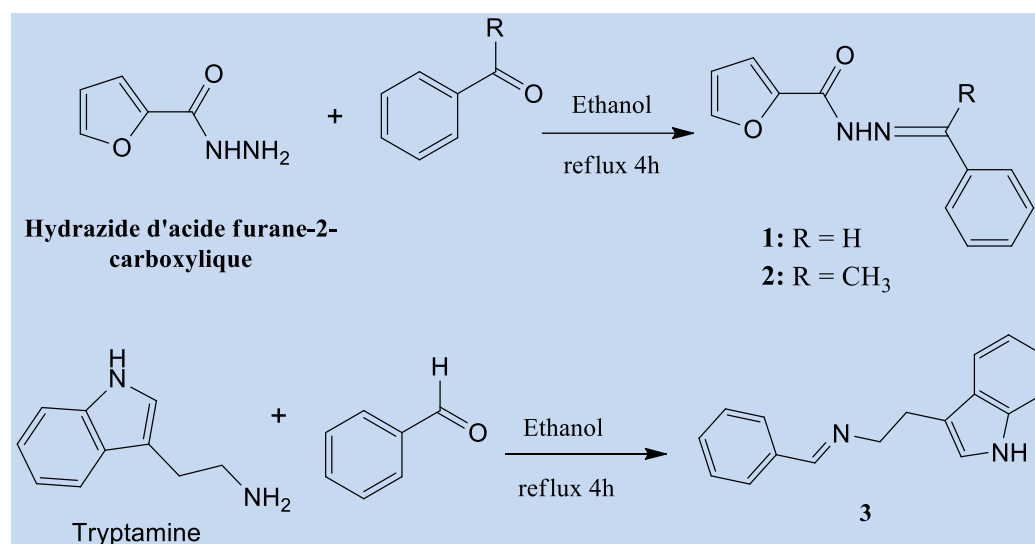


Schéma.III.1: Les réactions générales des composés imines.

✓ La méthodologie adoptée pour cette étude repose sur : La synthèse de notre produit qui est la base de Schiff substituées et la caractérisation spectroscopique des produits obtenus.

L'obtention de ces produits **1-3** est schématisée par le mécanisme proposé ci-dessous.

Chapitre III : Résultats et discussions.

Le mécanisme réactionnel de la formation des composés **1-3** se résume comme suit : L'attaque nucléophile de groupement amine sur la fonction carbonyle suivi de départ d'une molécule d'eau et la formation d'imine selon le schéma ci-dessous :

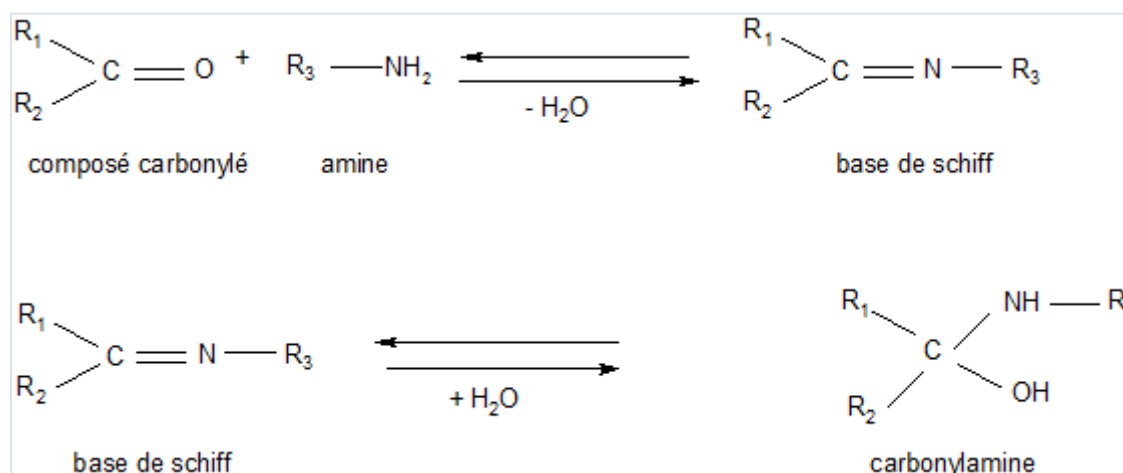


Schéma.III.2 : Mécanisme réactionnel de synthèse bases de Schiff.

Suivant le protocole expérimental décrit dans la littérature, et dans lequel on utilise l'éthanol comme solvant de réaction, tous les produits étaient solides et ont été purifiés par recristallisation dans l'éthanol qui par la suite a été identifiés comme étant des produits d'addition nucléophile. Le temps réactionnel s'étale entre 4 heures à 6 heures pour le moins. Les données de ces produits sont rassemblées dans le tableau suivant :

Tableau .II.1: Propriétés physiques des produits 1-3 on utilise solvant l'éthanol.

Produits	Couleur	Formule brute	Rendement (%)	Analyse Élémentaire (calc.)			
				C	H	N	O
1	Blanc	C ₁₂ H ₁₀ N ₂ O ₂	-	67.28	4.71	13.08	14.94
2	Blanc	C ₁₃ H ₁₂ N ₂ O ₂	-	68.41	5.30	12.27	14.02
3	Marron	C ₁₇ H ₁₆ N ₂	75	82.22	6.49	11.28	----

✓ L'achèvement de la réaction a été contrôlé par la chromatographie sur couche mince plaque CCM, on utilise un mélange d'éluant CHCl₃/MeOH avec

Chapitre III : Résultats et discussions.

un rapport (9/1) 10%, pour le composé **2-1**. Mais pour le composé **2-2** on utilise un mélange de 8/2 de l'éther de pétrole acétate d'éthyle 20%.

✓ On remarque ici que les rendements sont très élevés. Toutes les données spectroscopiques usuelles sont en accord avec les structures des produits obtenus et proposées.

III.2. Analyse Ultraviolet-visible

Les spectres UV-vis sont le plus utilisés en analyse qualitative et quantitative par application de la loi de Beer Lambert, ce qui permet de calculer l'absorption A. Mais dans notre cas le plus important c'est l'interprétation des spectres UV-VIS des produits synthétisés, enregistrés dans le domaine 200-400 nm en milieu méthanol absolu, sont représentés ci-dessous. Les spectres des produits synthétisés **1**, **2** et **3** sont caractérisés par des absorbances totalement différentes par rapport au produit de départ et sont caractérisés par les transitions électroniques $\pi \rightarrow \pi^*$ et $n \rightarrow \pi^*$.

Tableau. III. 2: Absorbances et longueurs d'ondes des produits synthétisés.

Produits	λ (nm)	Abs. (A)	T %	C (mol/l)
1	222.43 $n \rightarrow \pi^*$	0.03	41.52	10^{-2}
	271.04 $n \rightarrow \pi^*$	0.03	32.10	
	291.73 $\pi \rightarrow \pi^*$	0.10	0.08	
2	219.57 $n \rightarrow \pi^*$	0.04	21.35	10^{-2}
	244.69 $n \rightarrow \pi^*$	0.02	0.08	
	291.30 $\pi \rightarrow \pi^*$	0.38	71.25	
3	239.44 $n \rightarrow \pi^*$	0.03	18.12	10^{-2}
	270.37 $n \rightarrow \pi^*$	0.17	0.06	
	305.78 $\pi \rightarrow \pi^*$	2.95	81.75	

Chapitre III : Résultats et discussions.

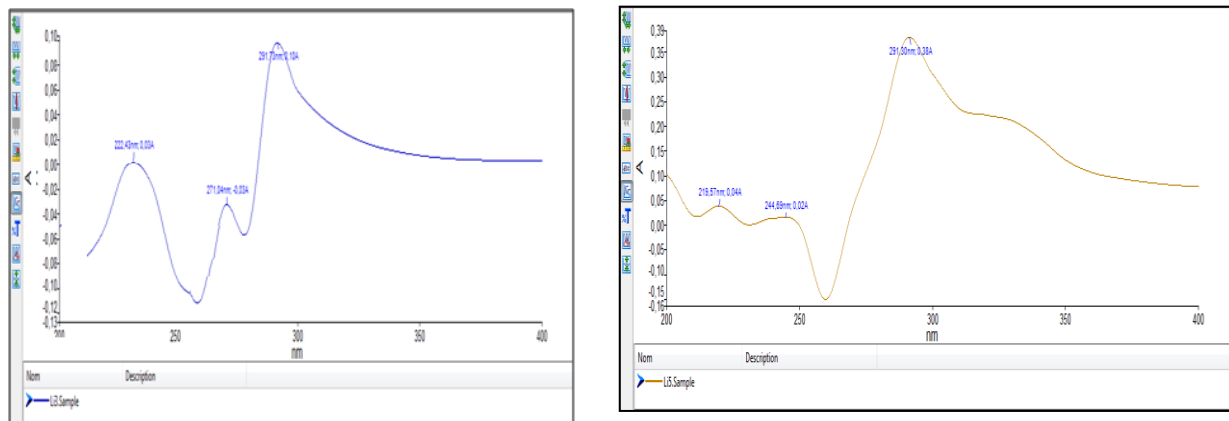


Figure. III.1: Spectres UV-vis des composés (1) et (2).

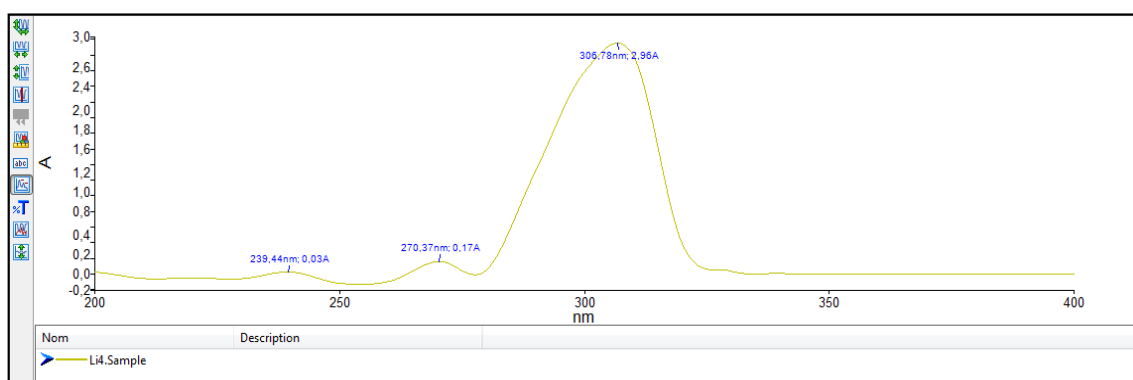


Figure. III.2: Spectre UV-vis de composé (3).

III.3. Analyse FT-IR

La spectroscopie d'infra-rouge (FT-IR) permet de déterminer la présence de groupements fonctionnels dans les molécules organiques, et les structures dans certaines molécules simples. La spectroscopie IR est une méthode d'emploi courant, laissée un peu de côté ces dernières années au profit de la RMN, qui permet de déterminer avec une grande précision les structures moléculaires.

Les spectres infra-rouge des molécules **2-1** et **2-2** représentés sur les Figures III-3 et III-4, caractérisés des bandes moyennes entre $[3200-3400]$ cm^{-1} de vibration d'élongation de NH d'imines, et le $\text{HC}=\text{C}$ de la fonction vinyle de cycle furane, entre

Chapitre III : Résultats et discussions.

[3000-3200] cm^{-1} et les vibrations d'élongations de C-H aromatique apparaît entre [2811-3000] cm^{-1} , entre [1700-1600] cm^{-1} des bandes fines fortes vibration d'élongation de la fonction carbonyle. En revanche des bandes moyennes de C=N de vibration d'élongation entre [1560-1547] d'un système cyclique conjugué, le reste des bandes dans la région entre [1400-1000] cm^{-1} sont des vibrations d'élongations et déformations de reste de différentes fonctions des composés identifiants.

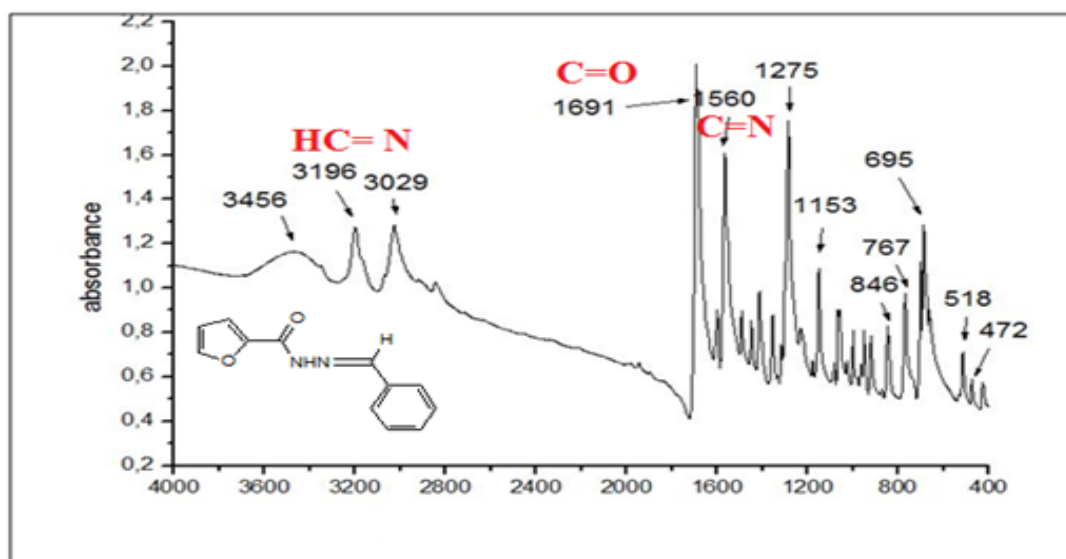


Figure. III.3: Spectre FT-IR de composé (1).

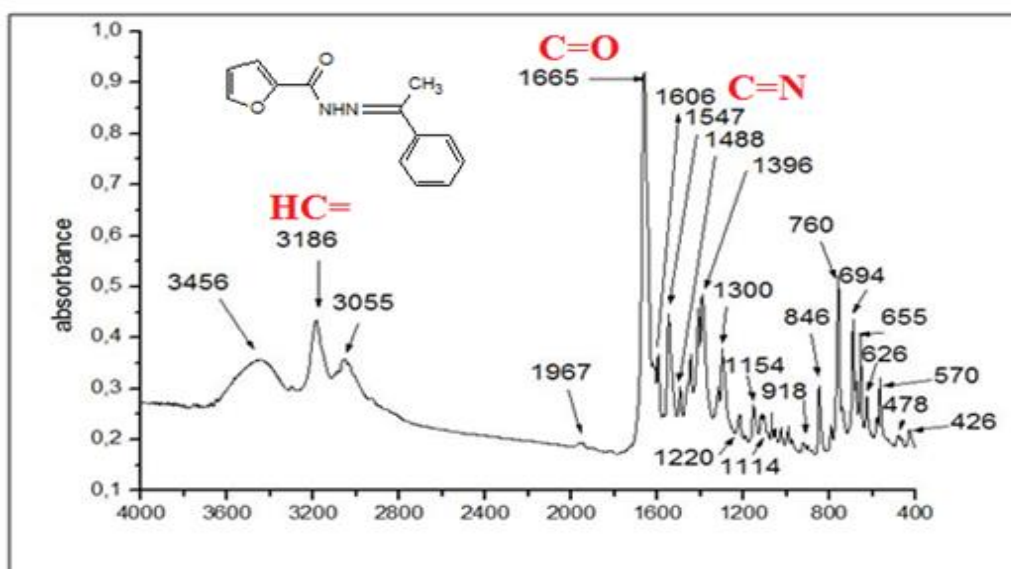


Figure. III.4: Spectre FT-IR de composé (2).

Chapitre III : Résultats et discussions.

Le spectre enregistré indique la disparition de bandes d'absorption caractéristiques de l'amine primaire (-NH₂) et (-C=O) dans les régions infrarouges lointains et moyens comme prévu. 1593 cm⁻¹ a été attribué au double carbone-azote mode vibration qui confirme la condensation réussie de ce produit souhaité. Vibrations des signaux caractéristiques de(C-H) aromatique et aliphatique des modes d'étirement ont été observées entre 2855 à 3000 cm⁻¹.

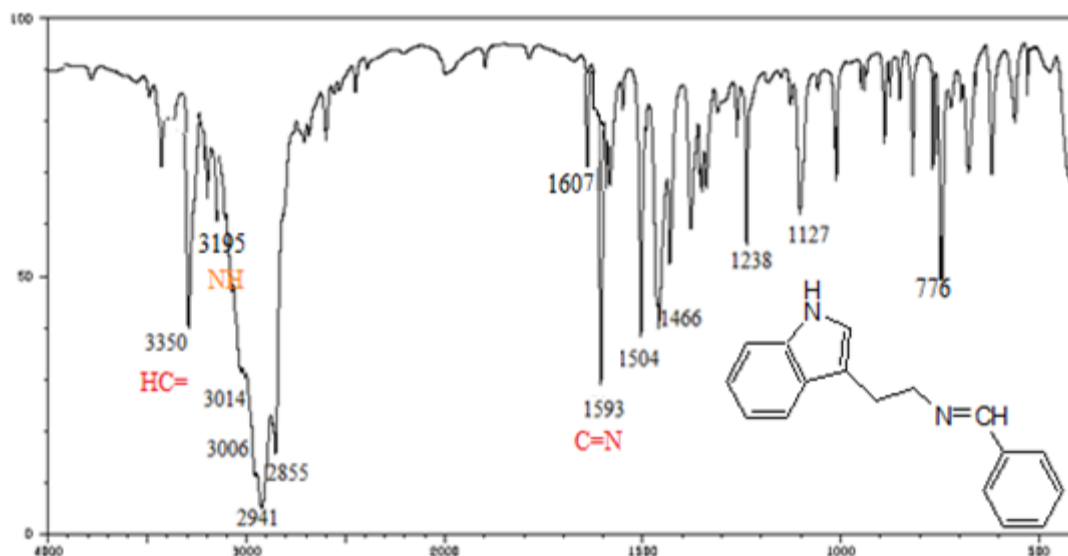


Figure. III.5: Spectre FT-IR de composé (3).

III.4 Analyse par RMN H¹et C¹³

La résonance magnétique nucléaire RMN est une méthode importante pour déterminer la structure d'une molécule soit naturelle ou synthétique. Elle permet d'aborder l'ensemble des problèmes posés par l'examen d'une molécule en solution. L'originalité de la RMN par rapport aux autres techniques spectroscopiques réside dans le fait d'apporter une information précise et individuelle sur la très grande majorité des atomes constitutifs de la molécule et leurs déplacements chimiques. La numérotation de la molécule présentée dans le schéma suivant.

Chapitre III : Résultats et discussions.

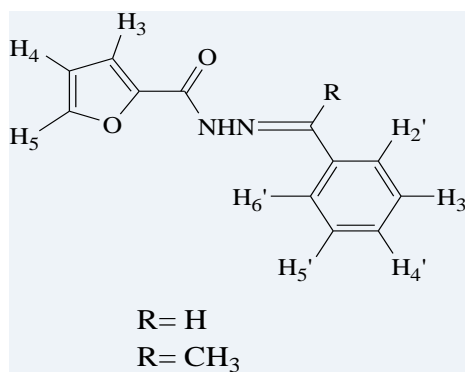


Schéma. III.3: Numérotation des molécules (1) et (2).

Le spectre RMN H¹ de la molécule (2) montre la présence d'un pic singulet à 2.31 ppm correspondent aux protons méthyliques d'un groupement CH₃-C= de la fonction imine par contre dans le spectre RMN H¹ de la molécule (1) on remarque le manque de ce groupe qui indique vraiment que la molécule ne contient pas le groupement méthylique. D'autre part on remarque aussi qu'il y'a un signal à 8.12 ppm dans le spectre RMN H¹ de la molécule (1) attribué au CH=N de la fonction imine qui ne trouve pas dans le spectre RMN H¹ de la molécule (2), les restes signaux H-4, H-3, H-5 de cycle furane et les protons aromatiques présents dans les deux spectres et leurs déplacements chimiques regroupés dans le tableau suivant. Les spectres RMN enregistrés dans le DMSO-d₆.

Tableau 3: Déplacements chimiques des différents protons des composés (1) et(2)

Numérotations de protons	Multiplicité	Déplacement chimique δ (ppm)	
		1	2
CH ₃	<i>S</i>	-	2.31
H-4	<i>S</i>	6.25	6.70
H-2' à H-6'	<i>M</i>	6.46-6.48	7.44-7.82
H-3	<i>S</i>	7.88	7.84
H-5	<i>S</i>	7.91	7.95
<u>H</u> C=N	<i>S</i>	8.12	-

Chapitre III : Résultats et discussions.

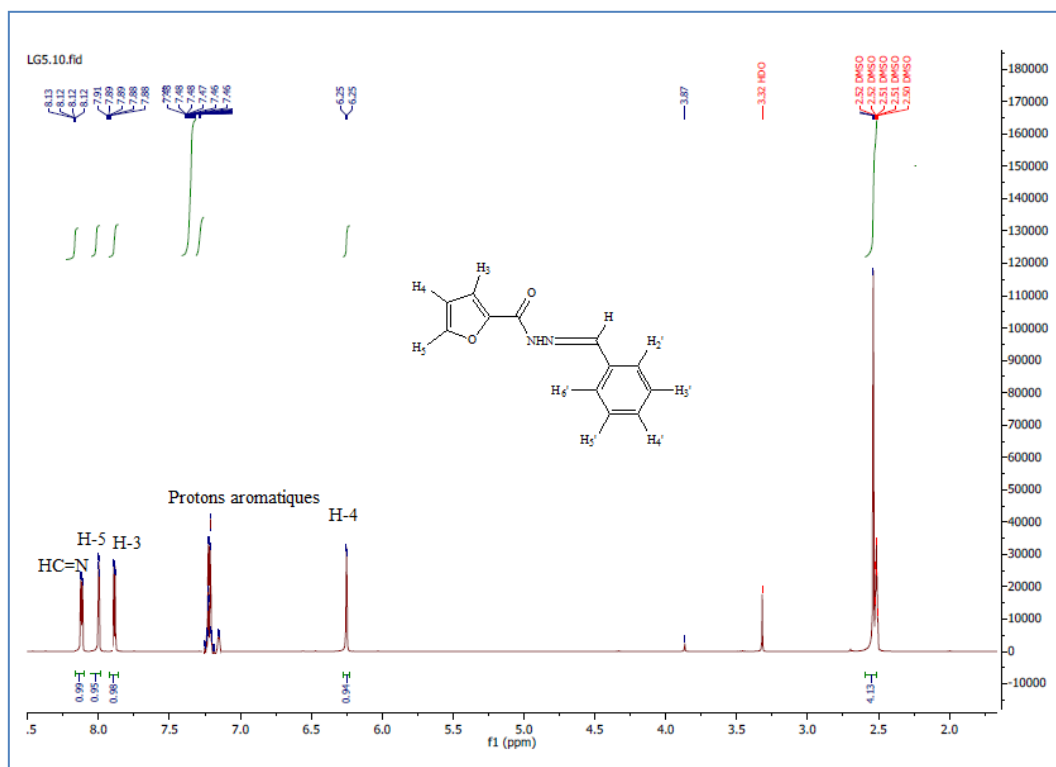


Figure. III.6: Spectre RMN H^1 de composé (1).

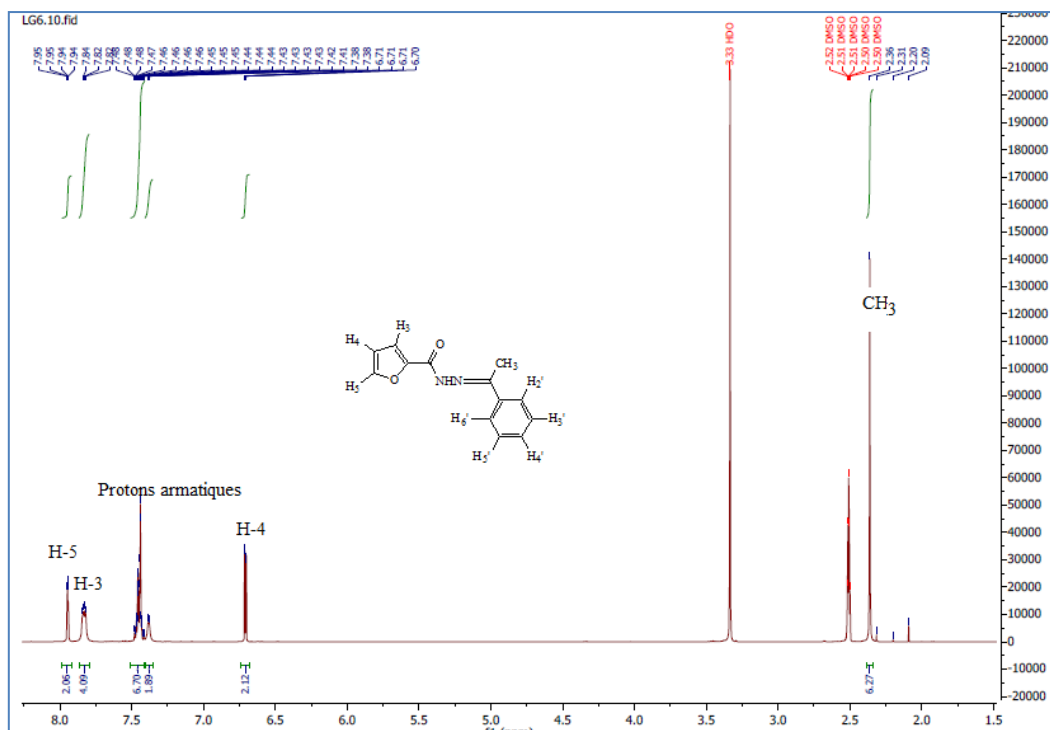
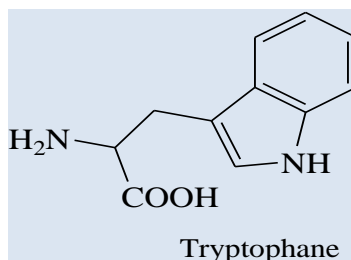


Figure. III.7: Spectre RMN H^1 de composé (2).

Chapitre III : Résultats et discussions.

La tryptamine, un dérivé de l'acide aminé du tryptophane a récemment attiré l'attention de nombreux chercheurs en raison de son importance biologique et de sa facilité de formation. La tryptamine est le produit de la décarboxylation enzymatique et ou chimique de tryptophane [47]. Nous sommes intéressés à la synthèse de la base de Schiff à partir de cette molécule (tryptamine) et caractérisation structurale de produit attendu.



Le spectre RMN H¹ de la molécule **3** représenté sur la Figure III.8. Montre la présence d'un signal triplet à 3.12 ppm caractérisé d'un groupement CH₂ en position β et un autre signal au champ fort à 3.89 ppm correspondant aux deux protons d'un groupement CH₂ en position α . Grâce au spectre RMN homonucléaire bidimensionnel corrélé (HSQC), il a été possible d'attribuer une interaction magnétique entre les deux hydrogènes et leurs carbones à 27.16 et 61.88 ppm. Notamment dans la région au champ faible entre 7.58-7.72 ppm correspondants aux protons aromatiques des deux cycles benzène.

Chapitre III : Résultats et discussions.

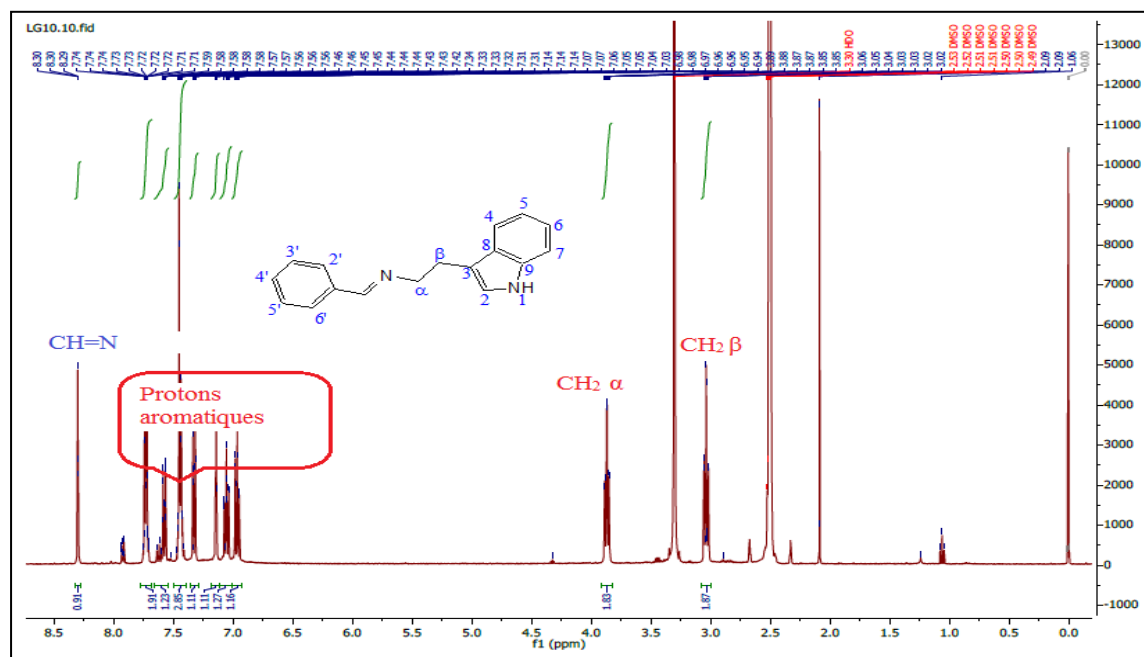


Figure. III.8: Spectre RMN H¹ de composé (3).

Ces protons aromatiques sont en accord avec leurs carbones dans le spectre HSQC Figure III.9. Et dans la région entre 111.77 à 136.71 ppm. En revanche un signal très caractéristique à 8.30 ppm attribué au proton HC=N de la fonction hydrazone qui indique bien qu'on a réussi de synthétiser la base de Schiff. Finalement un pic large vers 10.75 ppm attribuable à la liaison NH de l'indole qui apparait clairement dans le spectre HSQC.

Chapitre III : Résultats et discussions.

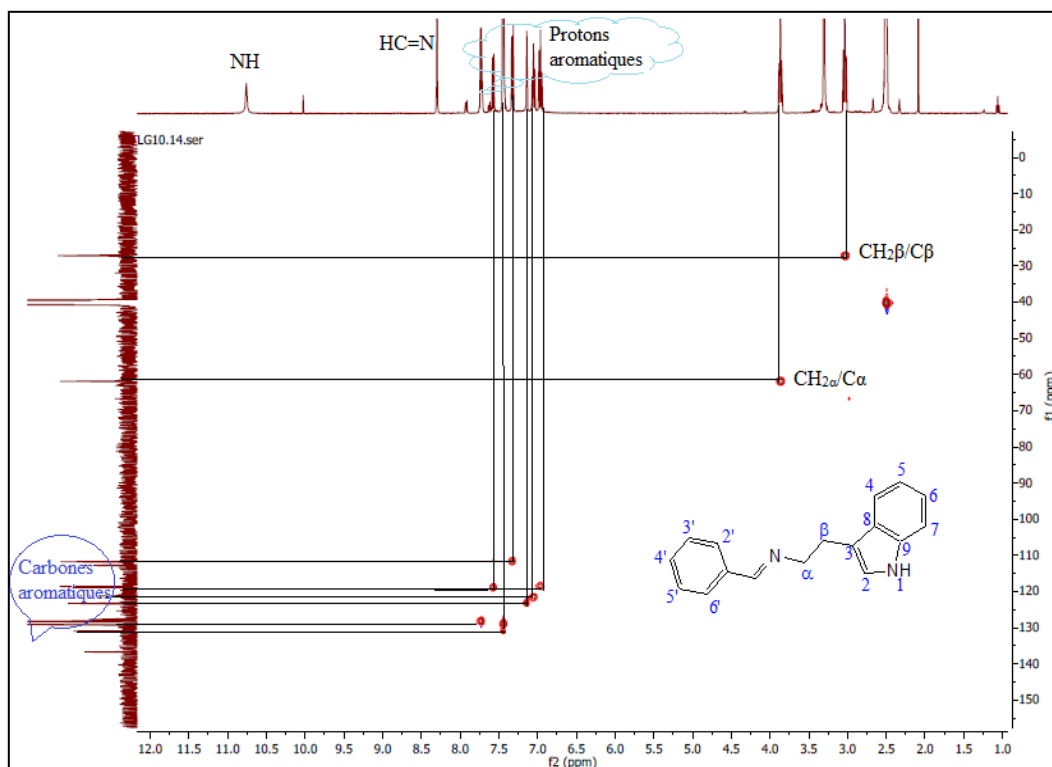


Figure. III.9: Spectre HSQC de composé (3).

Tous les carbones sont attribués en combinant les résultats RMN C^{13} . La différence entre les carbones quaternaires et ceux porteurs d'hydrogène est établie à l'aide des différents spectres de carbones C^{13} . Le carbones CH_2 confirmé par la technique RMN C^{13} (DEPT 135) Figure. III.10. Les restes déplacement chimiques sont des carbones quaternaires attribués aussi par la comparaison avec la littérature [48].

Chapitre III : Résultats et discussions.

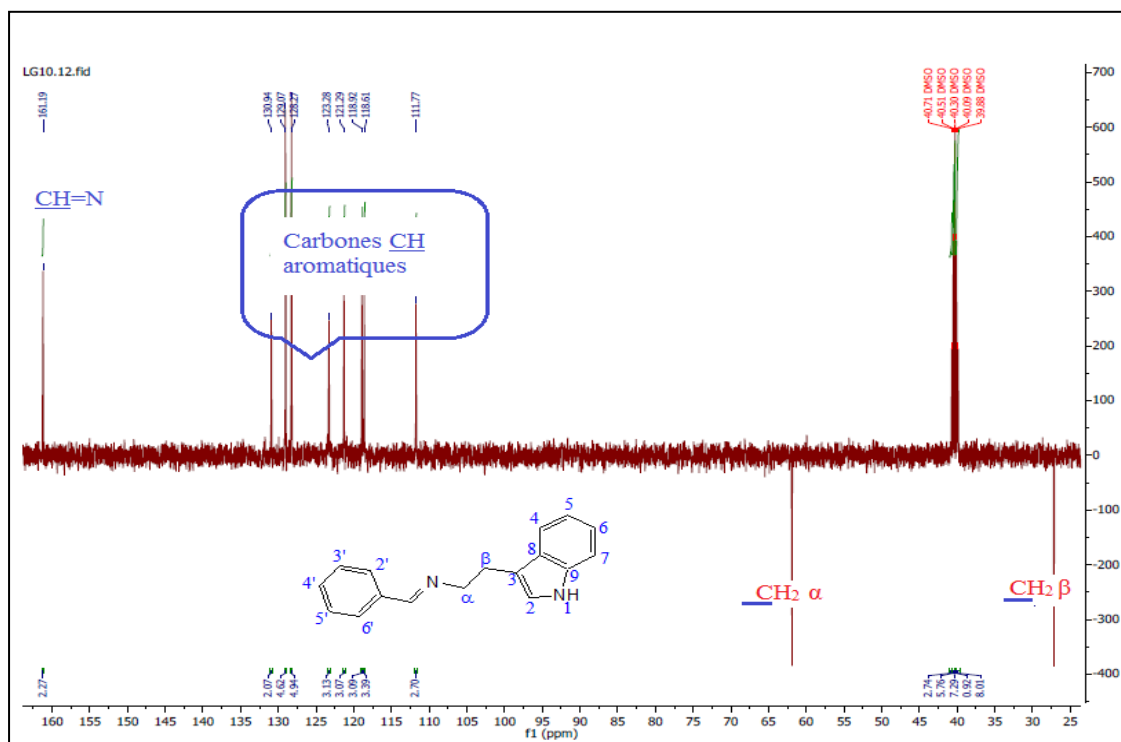


Figure. III.10: Spectre RMN C^{13} (DEPT 135) composé (3).

Notre étude est complétée par la méthode spectroscopique bidimensionnelle HMBC qui confirme bien la structure proposée. Le spectre HMBC Figure. III.11. Montre des corrélations entre le proton de la fonction imine $\underline{HC=N}$ à 8.30 ppm avec les carbones CH_2 en position α , les de carbones C-2' et C-6' et aussi C-1'. Aussi bien on peut observer des corrélations entre les protons CH_2 en position α avec le carbone caractéristique $\underline{CH=N}$ à 161.19 ppm qui indique bien la formation de cette liaison hydrazone. Grâce au spectre de RMN corrélé homonucléaire bidimensionnel ($H^1 \times H^1$ -COSY 45 °), il a été possible d'attribuer une interaction magnétique entre l'hydrogène indole N-H à 10.75 ppm avec H-2 à 7.15 ppm. La technique de corrélation hétéronucléaire bidimensionnelle RMN $H^1 \times C^{13}$ COSY a montré les corrélations entre l'hydrogène indole et ses carbones respectifs malheureusement on n'a pas le spectre COSY pour confirmer cette corrélation.

Les résultats des déplacements chimiques des protons et de carbones sont donnés dans le tableau 4 ci-dessous.

Chapitre III : Résultats et discussions.

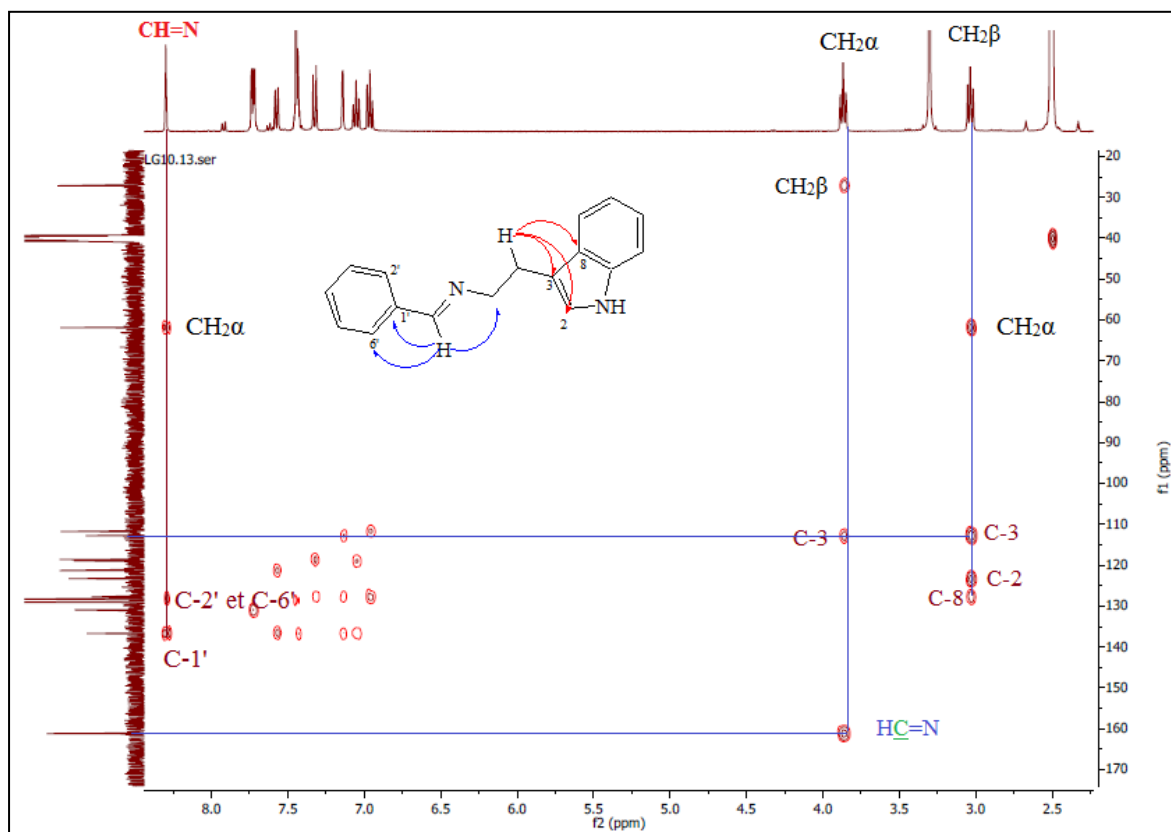


Figure. III.11. Spectre HMBC de composé (3).

Tableau.III.4 : Déplacements chimiques des différents protons et carbones de composé (3).

Numérotations de protons	Déplacement chimique δ (ppm) de composé 3	
	RMN H^1	RMN C^{13}
CH ₂ β	3.06 <i>s</i>	27.16
CH ₂ α	3.88 <i>s</i>	61.88
CH-2	7.15 <i>d</i>	123.28
C-3	-	112.76
C-8	-	127.76
CH-4	7.58 <i>d</i>	118.92
CH-6	6.95 <i>t</i>	118.61
CH-5	7.05 <i>t</i>	121.29
CH-7	7.34 <i>dd</i>	111.77
CH-3' et CH-5'	7.45 <i>m</i>	128.78

Chapitre III : Résultats et discussions.

CH-4'	7.45 <i>m</i>	130.94
CH-2' et CH-6'	7.74 <i>m</i>	129.07
C-9	-	136.70
C-1'	-	136.70
C-8	-	127.76
CH=N	8.30 <i>s</i>	161.19

s= singulet, d= doublet, t= triplet, dd= doublet dedoublet, m= multiplet

IV : Activité Biologique

IV-1 : Activité antioxydante

Actuellement la synthèse des bases de Schiff constitue un thème de recherche très important qui attire plusieurs nombreuses équipes de recherche à travers le monde. Et cela peut être associé essentiellement à l'importance et à la diversité des réactions de complexations ou des applications dans les domaines biologiques ou pharmaceutiques. Ce travail s'inscrit dans le cadre de l'étude de la Synthèse ; et l'activité biologique antioxydante des produits synthétisés de types base de Schiff. Ces derniers sont obtenus essentiellement à partir d'une amine primaire avec des composés carbonylés.

Les molécules synthétisées au cours de ce travail de mémoire ont été exploitées pour leurs activités antioxydantes. Pour évaluer l'activité antioxydante de nos composés, nous avons utilisé la méthode du DPPH (1,1-diphényl-dipicrylhydrazyl), radical libre stable de couleur violette en solution et présentant une absorbance caractéristique à 517 nm. Cette couleur disparaît rapidement lorsque le DPPH est réduit en diphényle picryl-hydrazine par un composé à propriété antiradicalaire, entraînant ainsi une décoloration (l'intensité de la coloration est inversement proportionnelle à la capacité des antioxydants présents dans un milieu à donneur de protons).

IV.2 : Résultats et discussion

La mesure de l'absorbance (ou densité optique DO) a été effectuée par spectrophotométrie à 517 nm. A partir des valeurs obtenues, nous avons calculé les

Chapitre III : Résultats et discussions.

pourcentages d'inhibition en utilisant la formule donnée auparavant. Les valeurs obtenues ont permis de tracer les courbes (Figure. IV.1-IV.4) qui représente la variation du pourcentage d'inhibition en fonction des concentrations de nos composés (1-3). Nous avons déterminé graphiquement les concentrations correspondant à 50 % d'inhibition (IC_{50}), qui constitue l'activité antioxydante de chacun de ces produits. Pour mieux caractériser le pouvoir antiradicalaire, deux autres paramètres sont introduits :

- Calcul de l' EC_{50} qui prend en considération la concentration de DPPH dans le milieu réactionnel [concentration effective à 50%, $EC_{50} = (IC_{50}/\text{mg de DPPH/ml})$].

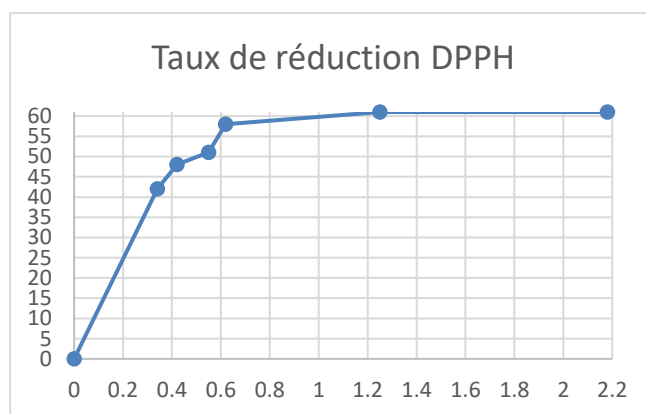


Figure. IV.1: Activité antiradicalaire de composé 1.

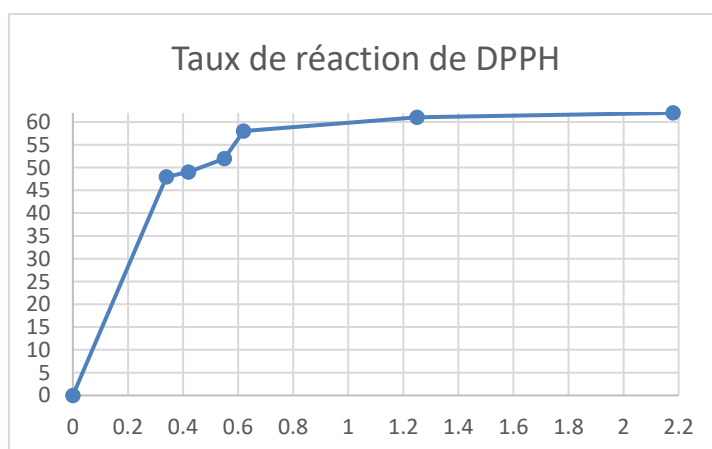


Figure. IV.2: Activité antiradicalaire de composé 2.

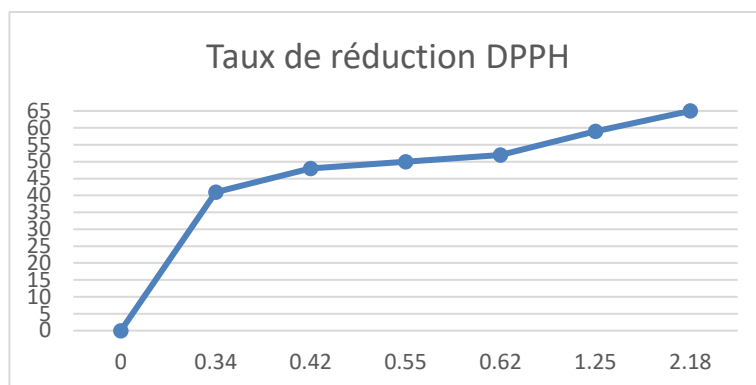


Figure. IV.3: Activité antiradicalaire de composé 3.

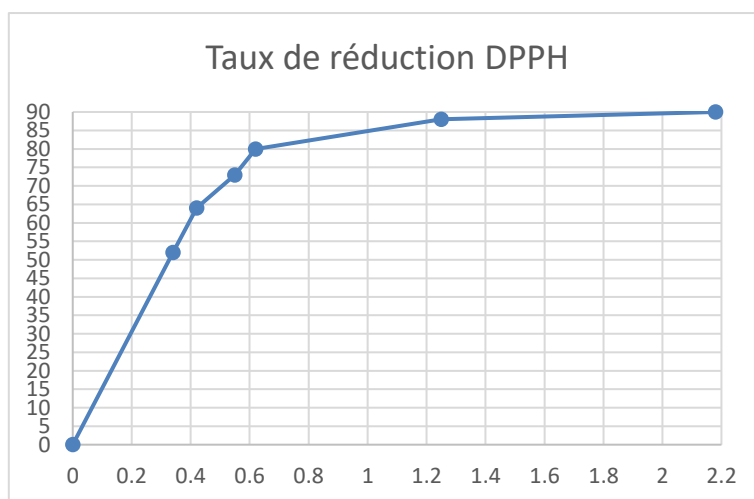


Figure. IV.4. Activité antiradicalaire de l'acide ascorbique Vitamine C.

Les résultats présentés dans les Figures IV.1-3. Des activités antiradicalaires des composés 1-3, montrent des IC₅₀% (Concentration inhibant 50% de la réaction) = 0,469, 0.454 et 0.523 pour les composés 1-3 respectivement, qui sont plus élevées que celle enregistrée pour l'acide ascorbique qui est de : IC₅₀% = 0,328 mg/ml.

Selon les résultats trouvés, les composés synthétisés sont dotés des pouvoirs antioxydant modérés, leurs EC₅₀ sont largement supérieures à celle de l'acide ascorbique. Il a été démontré que les molécules antioxydants telles que l'acide ascorbique, les phénols et les flavonoïdes et les tanins réduisent et décolorent le DPPH en raison de leur capacité à céder l'hydrogène facilement. On peut dire que la fonction azométhine montre une activité antioxydante modérée pour toutes les molécules synthétisées.

Conclusion

Les synthèses des azométhine à partir d'une réaction de condensation des amines avec des composés de fonction carbonyle sont réalisées avec un bon rendement.

Les méthodes spectroscopiques comme (UV, FT-IR, RMN H¹ et RMNC¹³) nous ont permis de connaître la caractérisation structurale de nos produits.

Conclusion générale.

Conclusion générale

Au cours de ce travail nous avons synthétisé des composés organiques type azométhine (base de Schiff) à partir de Hydrazide d'acide furane-2-carboxylique par la réaction de condensation avec le benzaldéhyde et d'autre part avec acétophénone et on a utilisé aussi la base tryptamine avec benzaldéhyde dans les mêmes conditions.

Après la synthèse des produits, nous vérifions la pureté des produits par la chromatographie planaire CCM et chaque produit est caractérisé par son rapport frontal et le succès des essais est jugé par les rendements obtenus au cours des réactions, et nos produits sont obtenus avec de bons rendements.

Les données spectroscopiques RMN 1D et 2D montrent bien que la formation de la liaison azométhine, Les ligands de base de Schiff ont été testés pour évaluer leur activité antioxydante à l'aide des méthodes de piégeage des radicaux libres dont le test de DPPH et l'acide ascorbique. Notamment les résultats obtenus montrent que les composés qui font l'objet de notre étude présentent des activités antioxydants modérés de piégeage des radicaux libres DPPH.

En conclusion, ce travail nous a permis de mettre en évidence la synthèse des ligands de base de Schiff dont les différentes méthodes d'analyse chromatographiques et spectroscopiques montrent que ces composés sont purs et en accord avec la littérature. Ces composés à base azométhine représentent une activité antioxydante considérable peuvent être utilisés pour traiter les maladies qui nécessitent le piégeage des radicaux libres.

Bibliographie

- [1]- A. Strecker, *Justus Liebig. chem*, **1850**, 75, 27–45.
- [2]- P. Gamet, J. Reeds, *European Journal of Chemistry*, **2015**, 6, 44 - 47.
- [3]- P. Vogel, *Chimie organique, méthodes et modèle*, **1997-1998**.
- [4]- Mme. HADJ YOUCEF, Synthèse de bases de Schiff polydentées. Etude de leurs propriétés complexantes et extractantes en présence de tensioactifs, vis-à-vis du nickel(II), cuivre(II) et fer(III), **2014/2015**.
- [5]- H. Schiff, En ce qui concerne l'effet du phosphore sur einige anorganische Säuren Super chlorure, en allemand, *Justus Liebig. En génie Chimique*, **1857**, 102, 111–118.
- [6]- H. Schiff, *Ann .Chem*, **1864**, 131, 118.
- [7]- A. Xavier, N. Srividhya, *Journal of Applied Chemistry (IOSR-JAC)*, **2014**, 7(11).
- [8]- H. Chakraborty, N. Paul, M .L. Rahman, *Transition Metal Chemistry*, **1994**.
- [9]- A. Mesli, *Bull.Soc.Chem*. **1964**, 21.
- [10]- A. Mesli, *Bull.Soc.Chem*. **1975**, 45.
- [11]- M.S. Subhan, N.K.Bhatti, M. Mohammad ET A.Y. Khan, *Turk, J. Chem*. **2000**, 24, 223.
- [12]- G. Werber, F. Buccheri, M. Gentile et L. Librici, *J. Heterocyclic Chem*, **1977**, 14, 853.
- [13]- S.R.Selman, S.H.Shawkat et G.M.El-Obeidi, *Spectrosc. Lett*, **1989**, 22.
- [14]- H. Chakraborty, N. Paul, M.L. Rahman, *Transition Metal Chemistry*, **1994**
- [15]- A. Kheniche, Synthèse et caractérisation de ligands et complexes des manganèses (ii)- bases de schiff pentadentates du type n,n'-bis(3-minopropyle) salicyldiiminato études des propriétés electrocatalytiques de complexes de Manganèse

Bibliographie.

en présence d'oxygène moléculaire, Mémoire de magister université mohamed boudiaf m'sila , **2011**, p137,p13,p14.

[16]- M. Gullot, Pasini, P. fantucci, R. Ugo, R. D. Gillard, Encyclopedia universalis corpus, **2002**.

[17]- P .Pfeiffer, Breith, E. Lübbe, E .Tsumaki, T. Justus Liebigs.Chem, **1933**,503, 84.

[18]- N. Jacobsen,W. Zhang, A.R.Muci, J.R. Ecker, L.J Deng, Ann. Chem Soc,**1991** , 113 , 7063.

[19]- G. Clyden, W .Warren, Edition Jacquemont Paris, Chimie Organique, **2003**, p1508 ; p349, 356.

[20]- J .Arzallier, C .Mesnil, F .Brenon, Edition Vaibert 63bd St-Germain, Chimie Organique 2-Reactions Classes Preparation Cours De Chimie, **1987**, p 217, 218, 219,220.

[21]- S. Vittorio, L. Ulrich, On the Formation of Imines in Water—A Comparison Tetrahedron letters vol 50, **2009** p4663-p 4665.

[22]- S. Kumar, D. N.Dhar and P. N. Saxena, Journal of Scientific & Industrial Research, **2009**, 68, 181.

[23]- C.M. Da-Silva, D. L. da Silva, L.V. Modolo , R.B. Alves , M. A. de Resende, C.V.B. Martins , A. de Fatima, Journal of Advanced Research,**2011**, 2, 1.

[24]- O. Kayser, A.F. Kiderlen, S.L. Croft, Parasitol Res, **2003**, 90 (Suppl 2), S55.

[25]- Z. Guo, R. Xing, S .Liu, Z. Zhong , X. Ji , L. Wang, et al. Carbohydrate Research, **2007**,342(10), 1329.

[26]- J. Iqbal, S.A. Tirmizi, F.H. Wattoo, M. Imran, M.H.S. Wattoo, S. Sharfuddin, and S. Latif, Turkish Journal of Biology,**2006**, 30(1), 1.- S.N. Pandeya, S. Smitha, M. Jyoti and S. KSridhar, Acta Pharmaceutica,**2005**,55(1), 27.

[27]- L.W. Henri, J. Tagenine and B. Gupta, Indian Journal of Chemistry, **2001**, 40A, 999.

[28]-(<https://www.futura-sciences.com/sante/definitions/medecine-paludisme-4214/>).

[29]- H. Amii, Y. Kishikawa, K. Uneyama, Org. Lett, **2001**, 3, 1109-1112.

Bibliographie.

[30]-

(https://www.passeportsante.net/fr/Maux/Problemes/Fiche.aspx?doc=tuberculose_pm).

[31]- M.L. Martin and G.J. Martin, Manuel de résonance magnétique nucléaire, Ed. A. Zoulay, **1971**, 40.

[32]- J. Pincemail, K. Bonjean, K. Cayeux, J.O.Defraigne, Mécanismes physiologiques de la défense antioxydante. Nutrition clinique et métabolisme, **2002**,16(4) : 233-239. -Sashidhara et al. [K. V. Sashidhara, J. N. Rosaiah, G. Bhatia and J. K. Saxena, Eur. J. Med. Chem, **2008**, 43, 2592.

[33]- Y.F. Li and L. Zai-Qun, Eur. J. Pharm. Sci, **2011**, 44, 158.

[34]- G. Burgot, J.L. Burgot, Méthode instrumentale d'analyses chimiques et applications, **2002**.

[35]- K. Randerath, G. Villars, Chromatographie sur couche mince, **1971**.

[36]- D. Helm, H. Labischinski, G. Schallehn, D. Nauman, Journal de Microbiologie Générale, **1991**, p 69 series 137.

[37]- D. Neumann, C.P Shultz, D. Helm, Que peut-spectroscopie infrarouge nous dire sur la structure et la composition des cellules bactériennes intactes?, In: Infrared spectroscopy of Bio-molecules, H. HMantsch and D. Chapman eds, Wiley-Liss, Inc, New-York, **1996**, p 279 séries 310.

[38]- I.A. Voinovich, Igor analyses dessols.

[39]- M .Florence, G .Loustalot, caractérisation des polymers par RMN, **1988**.

[40]- J. McMurry, Chimie organique, les grands principes, Paris, **2000**.

[41]- J. Javanmardi, C. Stushnoff, E.Locke, J.M. Vivanco, Antioxidant activity and total phenol content of Iranian Ocimum accession , Food Chemistry,**2003**,101: 410 – 550.

[42]- F. Marc, A. Davin, L. Deglene-benbrahim, C. Ferrand, M. Baccaunaud, P. Fritsch, Méthodes d'évaluation du potentiel antioxydant dans les aliments, Médecine/sciences, **2004**,54, 458 – 63.

Bibliographie.

- [43]- J.M. Ricardo da Silva, N. Darmon, Y. Fernandez, S. Mitjavila, Oxygen free radical scavenger capacity in aqueous models of different procyanidins from grape seeds. *J. Agric. & Food Chem.*, **1991**, 39, 549-1552.
- [44]- P. Sharma Om, T.K. Bhat. DPPH antioxidant assay revisited, *Food chem.*, **2009**, 113(4), 1202.
- [45]- N. Salah, N.J. Miller, G. Paganga, L. Tijburg, G.P. Bolwell, C.A. Rice-Evans, Polyphenolic flavanols as scavengers of aqueous phase radicals and as chain-breaking antioxidants. *Arch. Biochem & Biophys.*, **1995**, 339-346.
- [46]- G.G Leitao, S.G. Leitao, W. Vilagag, Quick preparative separation of natural naphthopyranones with antioxidant activity by high-speed counter-current chromatography, *Naturforsch.* **2002**, 57, 1051-1055.
- [47]- B.B. Williams et al, Discovery and Characterization of Gut Microbiota Decarboxylases that Can Produce the Neurotransmitter Tryptamine, *Cell Host Microbe*, **2014**, vol. 16, no. 4, pp. 495–503.
- [48]- F.Y. Thierry, I.I. Monisola, N.P. Berka and N.T. Derek, Biological Applications of Tryptamine Schiff Base Derivatives, Parys, South Africa, 9th Int'l Conference on Advances in Science, Engineering, Technology & Waste Management (ASETWM-17), **2017**.

Résumé :

L'objectif de notre travail est la synthèse et la caractérisation spectroscopiques de trois bases de Schiff, pour cette objectif nous avons préparé trois bases deux à partir de Hydrazide d'acide furane-2-carboxylique et la troisième à partir de Tryptamine qui condensons avec des groupements carbonyle, Les bases obtenues ont été caractérisées par les différentes méthodes spectroscopiques (UV, IR, RMN) pour connaître leurs structures moléculaire, On fait des tests pour évaluer leur pouvoir antioxydante de ces bases, Les résultats des tests de l'activité biologique effectuée sur les molécules synthétisées sont très encourageants, donc on peut dire que ces produits sont biologiquement actifs et peuvent être utilisés ultérieurement dans d'autres applications.

Mots clé : Base de Schiff, Hydrazide d'acide furane-2-carboxylique, Tryptamine, Activité biologique, Antioxydante.

Summary

The objective of our work is the spectroscopic synthesis and characterization of three Schiff bases, for this objective we have prepared three bases two from Furan-2-carboxylic acid hydrazide and the third from Tryptamine which condenses with groups carbonyl, The bases obtained were characterized by different spectroscopic methods (UV, IR, NMR) to know their molecular structures, Tests are carried out to evaluate their antioxidant power of these bases, The results of the tests of the biological activity carried out on the molecules synthesized are very encouraging, so we can say that these products are biologically active and can be used later in other applications.

Key words: Schiff bases, Furan-2-carboxylic acid hydrazide, Tryptamine, Biological activity, Antioxidant.

ملخص

الهدف من عملنا هو التوليف الطيفي وتوصيف ثلاثة قواعد شيف ، لهذا الهدف قمنا بإعداد ثلاث قواعد اثنتين من فوران - 2-هيدرازيد حمض الكربوكسيل والثالثة من التريتامين الذي يتكثف مع مجموعات الكربونيل ، تميزت القواعد التي تم الحصول عليها بطرق طيفية مختلفة (الأشعة فوق البنفسجية ، الأشعة تحت الحمراء ، الرنين المغناطيسي النووي) لمعرفة تركيبها الجزيئي ، وتجرى الاختبارات لتقييم قوتها المضادة للأكسدة لهذه القواعد ، ونتائج اختبارات النشاط البيولوجي التي أجريت على الجزيئات التي تم تصنيعها مشجعة للغاية ، لذلك يمكننا القول أن هذه المنتجات نشطة بيولوجيًا ويمكن استخدامها لاحقًا في تطبيقات أخرى.

الكلمات المفتاحية : قواعد شيف, فوران -2-هيدرازيد حمض الكربوكسيل, التريتامين, النشاط البيولوجي, المضادة للأكسدة .