

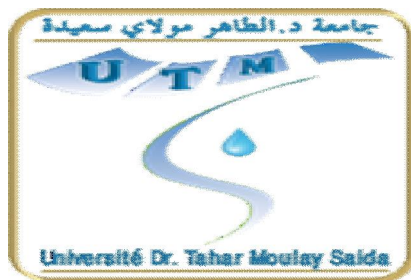
RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITÉ « DR. MOULAY TAHAR » DE SAÏDA

FACULTE DES SCIENCES ET DE LA TECHNOLOGIE

DEPARTEMENT DE CHIMIE



Mémoire De Fin D'étude En Vue D'obtention Du

Diplôme De Licence

Spécialité : Chimie

Option : Chimie organique

**Thème**

*Caractérisation D'une Quinoléine Synthétisée Et D'une Huille  
Essentielle Extraite*

Présenté par :

*M<sup>elle</sup> AMMOUR AFIA*

*M<sup>elle</sup> AKKOU NOR EL HOUDA*

Soutenu le 03/07/2013 Devant le jury composé de :

<b>M<sup>elle</sup> A.MOSTEFAI</b>	<b>Presidente</b>	<b>Maitre Conference "B" à UV de Saida.</b>
<b>M<sup>r</sup> T.KEBIR</b>	<b>Examineur</b>	<b>Maitre Conference "B" à UV de Saida</b>
<b>M<sup>me</sup> W.SELLAOUI</b>	<b>Examinatrice</b>	<b>Maitre assistant "A" à UV de Saida.</b>
<b>M<sup>me</sup> M.CHABANI</b>	<b>Encadreure</b>	<b>Maitre assistant "A" à UV de Saida.</b>

Année Universitaire 2012/ 2013

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ  
الْحَمْدُ لِلَّهِ الَّذِي  
خَلَقَ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضَ  
وَالَّذِي يُضَوِّبُ الْمَاءَ  
فَتَنْبُتُ بِشَيْءٍ مِنْهُ  
حَبَابٌ كَثِيرٌ وَالَّذِي  
يُنزِّلُ مِنَ السَّمَاءِ  
مَاءً فَنُحِيطُ بِهِ  
وَالَّذِي يُنزِّلُ مِنَ  
السَّمَاءِ حَبَابًا  
كَثِيرًا وَالَّذِي  
يُنزِّلُ مِنَ السَّمَاءِ  
مَاءً فَنُحِيطُ بِهِ  
وَالَّذِي يُنزِّلُ مِنَ  
السَّمَاءِ حَبَابًا  
كَثِيرًا

# Remerciement

Ce travail a été réalisé au département de chimie de l'université de Saida.

En premier lieu, nous remercions « **ALLAH** » (الله) le tout-puissant de nous avoir donné le courage, la volonté et la patience de mener à terme ce présent travail.

Ensuite, nous tenons à exprimer notre profonde gratitude à notre encadreur **M<sup>me</sup> « M.CHABANI »** qui nous a dirigé le long de ce travail.

Nous remercions l'ensemble des membres du jury pour le temps et l'énergie qu'ils ont consacré à la lecture et à la correction de notre manuscrit.

Un grand merci à tous nos amis qui nous ont aidé de près ou de loin dans la réalisation de ce travail.

Enfin, nous adressons également nos remerciements à tous les membres de département de « **CHIMIE.** »

# Dédicaces

*Je dédie ce modeste travail*

*Aux plus chères personnes dans ma vie : ma mère et mon père.*

*A mon tonton : Mohamed.*

*A mes frères et mes sœurs : Bachir, Kaddour, Khaldia, Aicha et  
Zohra.*

*A toute la famille : Ammour*

*A tous mes amis : B.amina et B.djaouhara et N.akkou et F.bouzide et  
k.atighe et A.mejdoub et A.moussouni et A.rahmani et K.khors  
A.souane.*

*A tous qui m'ont aidé de près ou de loin.*

*Ammour afia*

## *Dédicaces*

*Nulle expression ne saurait exprimer mes profonds sentiments envers tous ceux qui, d'une manière ou d'une autre, m'ont apporté, tout au long de mes études : Soutien, aide, réconfort et conseils et pour qui je porte du respect, de l'affection et de la reconnaissance. C'est à travers ces mots que je dédie ce travail :*

*A ma chère mère*

*Tu as tout fait pour mon bonheur et ma réussite. Que ce travail, qui t'est particulièrement dédié et qui représente l'aboutissement de tes sacrifices et encouragements, soit le modeste témoignage de ma grande affection, mon éternel amour et mon obéissance. Sans toi, je ne serais jamais ce que je suis. Que Dieu te préserve pour nous et t'accorde bonne santé et longue vie.*

*A mon cher père*

*Aucune dédicace ne pourrait exprimer toute ma reconnaissance pour le soutien moral et matériel que tu n'as cessé de prodiguer. Je ne te remercierais jamais assez pour tout ce que tu as fait pour moi. Tu as su me soutenir et tu n'as cessé de m'encourager à réaliser ce travail. Je suis très fière d'avoir réalisé ce que tu as tant attendu de moi.*

*Que Dieu te préserve pour nous et t'accorde santé, bonheur et prospérité.*

*A Mes frères Kamal et Ahmed et ma sœur Ahlam*

*A ma petite ange aimable « Halima Hiba Ghofran »*

*A tous les membres de ma famille chacun de son prénom.*

*A tous mes amis surtout Safima*

*A tout mes collègues de la promotion de chimie organique 2012/2013.*

*Liste des figures :*

<b>Figure 1</b> : Montage de chauffage à reflux.....	15
<b>Figure 2</b> : Montage de l'entraînement à la vapeur.....	16
<b>Figure 3</b> : Montage de l'extraction.....	17
<b>Figure4:</b> Mécanisme réactionnel de la synthèse de la quinoléine.....	18
<b>Figure 5</b> : Montage de l'extraction des huiles essentielles.....	26

---

*Sommaire*

<b>Introduction générale.....</b>	<b>1</b>
<b>Chapitre I :        Rappel bibliographiques</b>	
<b>I. Introduction.....</b>	<b>2</b>
<b>II. Historique.....</b>	<b>2</b>
<b>II.1. Hétérocycles monohétéroatomiques à cinq chaînons.....</b>	<b>2</b>
<b>II.1.1 Le pyrrole.....</b>	<b>2</b>
<b>II.1.2 Le thiofène.....</b>	<b>3</b>
<b>II.1.3 Le furanne.....</b>	<b>3</b>
<b>II.2 Hétérocycles monohétéroatomiques à six chaînons.....</b>	<b>3</b>
<b>II.2.1 La pyridine.....</b>	<b>4</b>
<b>II.2.2 La quinoléine.....</b>	<b>4</b>
<b>II.2.2.a Historique.....</b>	<b>4</b>
<b>II.2.2.b Synthèse de la quinoléine et ses dérivés.....</b>	<b>5</b>
<b>II.2.2.b.1 Synthèse de Skraup.....</b>	<b>5</b>
<b>II.2.2.b.2 Synthèse de Combes.....</b>	<b>6</b>
<b>II.2.2.b.3 Synthèse de Friedlander.....</b>	<b>6</b>
<b>II.2.2.b.4 Synthèse de Doebner et Von-Miler.....</b>	<b>7</b>
<b>II.2.2.b.5 Synthèse de Bayer .....</b>	<b>7</b>
<b>II.2.2.b.6 Synthèse de Conrad-Limpach et Knorr.....</b>	<b>8</b>
<b>II.2.2.b.7 Synthèse de P.Friedlander et coll.....</b>	<b>8</b>
<b>II.2.2.b.8 Synthèse de R.J.Olsen .....</b>	<b>8</b>

II.2.2.b.9 Synthèse de Seshardi.....	9
II.2.2.b.10 Synthèse de Meth et Coll.....	9
II.2.2.b.11 Synthèse de Meth, Cohn et Stya Paul.....	9
II.2.2.b.12 Synthèse de P.Stya.....	10
II.2.2.b.13 Synthèse de F.Fadel.....	10
II.2.2.c Réaction d'oxydation et de réduction de la quinoléine.....	11
II.2.2.c.a. Réaction d'oxydation.....	11
II.2.2.c.b. Réaction de réduction .....	12
II.2.2.d. Domaines d'utilisation de la quinoléine.....	12
Conclusion.....	13

## Références

## Chapitre II : Synthèse de la quinoléine résultats et discussions

I-Introduction.....	14
II-Partie expérimentale.....	14
II-1-Produit utilisés.....	14
II-2-Mode opératoire.....	15
II-2-1-Manipulation.....	15
II-2-1-1-Chauffage à reflux.....	15
II-2-1-2-Entrainement à la vapeur.....	16
II-2-1-3-Extraction par le solvant.....	17



II-3-Mécanisme réactionnel.....	18
II-4-Propriétés physico-chimiques de la quinoléine.....	19
III-Résultats et discussions.....	19
III-1-Résultats.....	19
III-1-1-Calcul du rendement pour 3% de NaOH et 25% de NaNO <sub>2</sub> .....	19
III-2-Discussions.....	20
Conclusion.....	20
Références	

Chapitre III : Caractérisation de la quinoléine synthétisée et l'huile essentielle extraite

I-Introduction.....	21
II-Description de l'arbre de l'eucalyptus.....	21
II-1-Les feuilles.....	21
II-2-les Fruits.....	22
II-3-Les fleurs.....	22
III-Les huiles essentielles.....	22
III-1-Définition.....	22
III-2-Composition chimique des huiles essentielles.....	23
III-3-Etats naturel et localisation des huiles.....	23
III-4-Constituants des huiles essentielles.....	24
III-5-Le mode d'extraction.....	25

III-5-1-Hydrodistillation.....	25
IV-Mode opératoire.....	26
V- <i>Caractérisations et Interprétation</i> .....	27
V-1. <i>Spectrométrie Infra Rouge IR</i> .....	27
V-2. <i>Spectrométrie de Résonance Magnétique Nucléaire RMN</i> .....	27
V-3. <i>Interprétation des spectres</i> .....	27
V-3.1. Spectroscopie IR.....	27
V-3.1.a. Expérience I.....	27
V-3.1.b. Expérience II.....	28
V-3.2. <i>Spectroscopie RMN</i> .....	29
V-3.2.1 <i>RMN 1H</i> .....	29
V-3.2.2 <i>RMN 13C</i> .....	30
VI. Interprétation du spectre IR de l'huile essentielle extraite.....	32
VII. Etude comparative entre les spectres IR de la quinoléine synthétisée et l'huile essentielle extraite.....	33
Conclusion.....	33
Références	
Conclusion générale.....	34

## LISTE DES ABREVIATIONS

- $\text{H}_2\text{SO}_4$  : Acide sulfurique
- $\text{C}_6\text{H}_5\text{N}$  : Aniline
- C.C.M : Chromographie sur couche mince
- $\text{C}_4\text{H}_5\text{O}$  : Diethyl éther
- $^\circ\text{C}$  : Degré celsius
- Et : Ethyl
- $\text{H}_2\text{O}$  : Eau
- NaOH : Hydroxyde de sodium
- IR : Infrarouge
- Me : Méthyl
- m : Masse
- M : Masse molaire
- $\text{C}_6\text{H}_5\text{NO}_2$  : Nitrobenzenz
- $\text{PhNO}_2$  : Nitrobenzen

- n : Nombre de mole
  
- $\text{NaNO}_2$  : Nitrite de sodium
  
- R.M.N : Raisonce magnetique nucleaire
  
- R.M.N  $^1\text{H}$  : Raisonce magnetique nucleaire du proton
  
- R.M.N  $^{13}\text{C}$  : Raisonce magnetique nucleaire du carbon
  
  
- Rdt : Rendement
  
- $\text{MgSO}_4$  : Sulfate de magnésium
  
- $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  : Sulfate de fer (II) heptahydraté
  
- T.fus : Température de fusion
  
- T.ebu : Température d' ebulation
  
- TMS : Tétraméthylsilane
  
- DMF : Diméthylformamid
  
  
- $\text{POCl}_3$  : Oxychlorure de phosphore
  
- O : Oxydation
  
  
- g : Gramme

*Liste des tableaux*

<b>Tableau 1</b> : Propriétés physiques des produits utilisés dans la synthèse de la quinoléine.....	14
<b>Tableau 2</b> : Propriétés physico-chimiques de la quinoléine.....	19
<b>Tableau 3</b> : Résultats trouvés après calculs.....	19
<b>Tableau 4</b> : Rendements obtenus.....	20

*Liste des schémas*

<b>Schéma 1</b> : Synthèse de Skraup.....	5
<b>Schéma 2</b> : Les étapes de la synthèse de Skraup.....	5
<b>Schéma 3</b> : Synthèse de Combes.....	6
<b>Schéma 4</b> : Synthèse de Fried Lander.....	6
<b>Schéma 5</b> : Synthèse de Doebner et Von-Miler .....	7
<b>Schéma 6</b> : Synthèse de Bayer .....	7
<b>Schéma 7</b> : Synthèse de Conrad-Limpach et Knorr .....	8
<b>Schéma 8</b> : Synthèse de P. Friedlander .....	8
<b>Schéma 9</b> : Synthèse R.J.Olsen .....	8
<b>Schéma 10</b> : Synthèse de Seshardi .....	9
<b>Schéma 11</b> : Synthèse de Meth et Coll.....	9
<b>Schéma 12</b> : Synthèse de Meth et Cohn et Stya Paul.....	9
<b>Schéma 13</b> : Synthèse P.Stya.....	10
<b>Schéma 14</b> : Synthèse de F.Fadel.....	10
<b>Schéma 15</b> : Réaction d'oxydation de la quinoléine.....	11
<b>Schéma 16</b> : Réaction de réduction de la quinoléine.....	12

introduction général

## **Introduction générale**

On ne saurait trop souligner l'importance de la chimie hétérocyclique. Elle occupe en effet une place prédominante dans l'industrie des colorants et des produits pharmaceutiques, et son rôle s'accroît constamment dans le domaine des plastiques, des produits chimiques agricoles et dans divers autres secteurs.

Les hétérocycles quinoléines sont parmi les divisions classiques de la chimie organique qui se développe le plus rapidement. Cette découverte s'est traduite par la synthèse d'un grand nombre de nouveaux composés. Ainsi l'introduction de groupements fonctionnels nouveaux hétérocyclique dans des structures quinoléiques, par exemple, a permis la préparation d'une large variété de composés.

Dans ce travail, nous avons synthétisé la quinoléine hétérocycles à six chaînons.

Le premier chapitre est consacré à une étude bibliographique de la quinoléine, découverte, réactivité, utilisation, propriétés chimiques et physiques, ainsi que les méthodes de synthèse de la quinoléine et ses dérivés.

Le deuxième chapitre s'intéresse à la synthèse de la quinoléine par la réaction de Skraup [5].

Le troisième chapitre s'intéresse en premier lieu à l'extraction d'une huile essentielle de leucalyptus qui contient une petite portion de la quinine qui elle contient de la quinoléine.

En deuxième lieu des analyses par IR, RMN  $^1\text{H}$ , RMN  $^{13}\text{C}$  ont été faite sur la quinoléine synthétisée et enfin une étude comparative par analyse spectrale IR entre la quinoléine et le huile essentielle extraite.



# CHAPITRE I

## **Rappels bibliographiques**

### ***I.Introduction :***

Les hétérocycles sont une classe de composés chimiques dans lesquels un atome ou plus d'un carbocycle est remplacé par un hétéroatome comme l'oxygène, l'azote, le phosphore, le soufre, etc. Les hétérocycles les plus courants contiennent de l'azote ou de l'oxygène. Un très grand nombre de substances naturelles les plus diverse sont d'origine animal ou végétal.

Peu d'industries fines ne peuvent se passer des hétérocycles, celle des colorants leur doit beaucoup, et la photographie en couleur n'existerait pas sans eux, il existe deux types d'hétérocycles ceux à cinq chaînons et ceux à six chaînons.

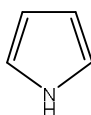
### ***II.Historique :***

#### ***II.1.Hétérocycles monohétéroatomiques à cinq chaînons :***

Les trois cycles de base des composés monocycliques aromatiques à cinq chaînons sont le pyrrole ( $Z = \text{NH}$ ), le thiofène ( $Z = \text{S}$ ), et le furanne ( $Z = \text{O}$ ).

##### ***II.1.1 Le pyrrole :***

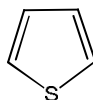
Le cycle du pyrrole se rencontre dans de nombreux composés naturels ; dans les pigments biliaires, qui renferment quatre cycles pyrroliques en chaîne ouverte ; dans les pigments du sang comme l'hémine, constituant l'hémoglobine, qui renferme quatre cycles pyrroliques en chaîne fermée.



structure du pyrrole

### II.1.2 Le thiofène :

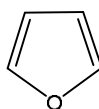
Le thiofène et ses homologues se rencontrent dans certains pétroles et dans la fraction benzénique des distillats de goudrons de houille.



Structure du thiofène

### II.1.3 Le furanne :

Le furanne se rencontre dans les goudrons de bois de pin. se prête particulièrement aux synthèses diéniques. Le furanne est utilisé comme solvant et pour la production de l'acide adipique et de l'hexaméthylènediamine, qu'on emploie dans la fabrication du nylon.



Structure du furanne

## II.2 Hétérocycles monohétéroatomiques à six-chaînons :

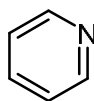
Les cycles de base de cette série on cite entre autre , la pyridine, la quinoléine et ses derivé

De très nombreux composés de ce groupe ont une importance pratique : on y rencontre par exemple des vitamines du complexe B (pyridoxine ou B6, la nicotinamide ou PP), ainsi que la vitamine E, de nombreux alcaloïdes (nicotine, papavérine), les sucres pyrannosiques (glycopyrannose), des colorants naturels (anthocyanidines).

### II.2.1 La pyridine :

La pyridine, a été découverte par Anderson (1846) dans les goudrons d'os ; dans les goudrons de houille .On extrait la pyridine des goudrons d'os (huiles animales de Dippel) par action de l'acide sulfurique dilué.

La pyridine est largement utilisée comme solvant organique ; elle sert aussi à dénaturer l'éthanol commercial employé dans ce même but. elle sert, en outre, à la fabrication de nombreux produits pharmaceutiques, la synthèse du caoutchouc et elle est utilisée comme imperméabilisant, bactéricide et insecticide [1].



pyridine

### II.2.2 La quinoléine:

#### II.2.2.a Historique:

La quinoléine a été découverte et isolée la première fois par Fried Ferdinand Runge, en 1834 [2]. Elle a été extraite du goudron de houille. En 1842, Charle Frédéric Gerhardt a découvert que les produits de décomposition de la quinine [3] et la cinchonine [4] par l'action des alcalis peuvent engendrer la quinoléine.

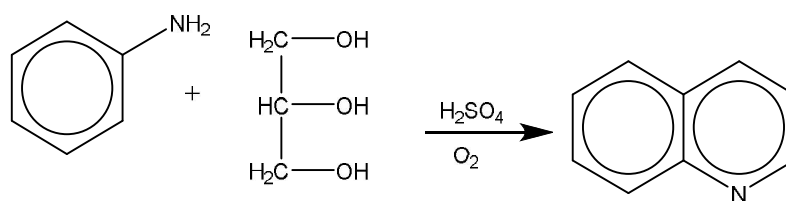
La quinoléine est également présente naturellement dans les Rutace poussant en Amérique du Sud, ainsi que dans le monde animal, chez certains phasmes (Insecta-phasmatodea) comme *Oreophetes peruana* (Saussure 1868) également connu sous le nom de phasme du Pérou, qui secrète s'il est dérangé un liquide blanc riche en quinoléine par deux glandes situées sur le prothorax.

### II.2.2.b Synthèse de la quinoléine et ses dérivés :

#### II.2.2.b.1 Synthèse de Skraup[5] :

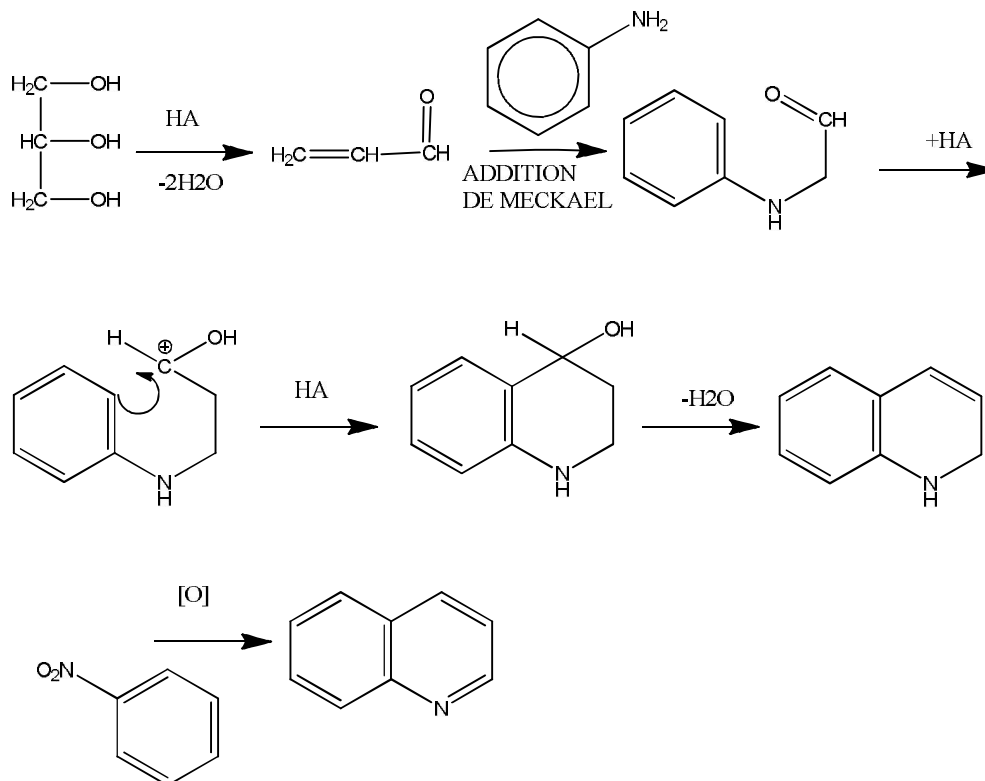
La synthèse de la quinoléine la plus générale est la synthèse de Skraup [5].

Dans cette méthode l'aniline est chauffée avec du glycérol en présence d'acide sulfurique et d'un agent oxydant. Divers agents oxydants ont été employés ; y compris le nitrobenzène et l'air.



**Schéma 1** : Synthèse de Skraup

La réaction comporte les étapes suivantes :



**Schéma 2** : Les étapes de la synthèse de Skraup.

Dans la première étape le glycérol est déshydraté en présence de l'acide pour produire du propenal (acroléine) ensuite une addition de Michael de l'aniline sur le propenal est suivie de la cyclisation catalysée par un acide pour donner de la dihydroquinoléine enfin l'oxydation de la hydroquinoléine produit la quinoléine [5] .

### II.2.2.b.2 Synthèse de combes [6] :

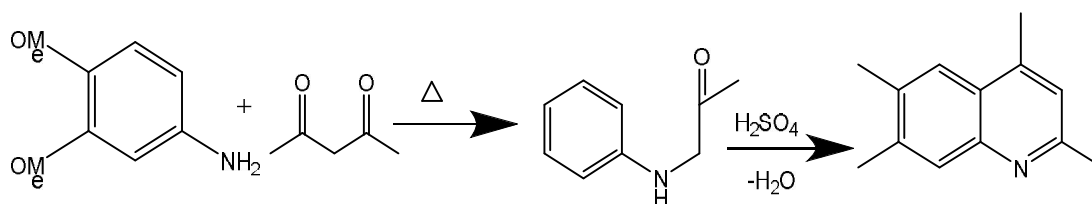


Schéma 3 : Synthèse de combes

### II.2.2.b.3 Synthèse de friedlander[7] :

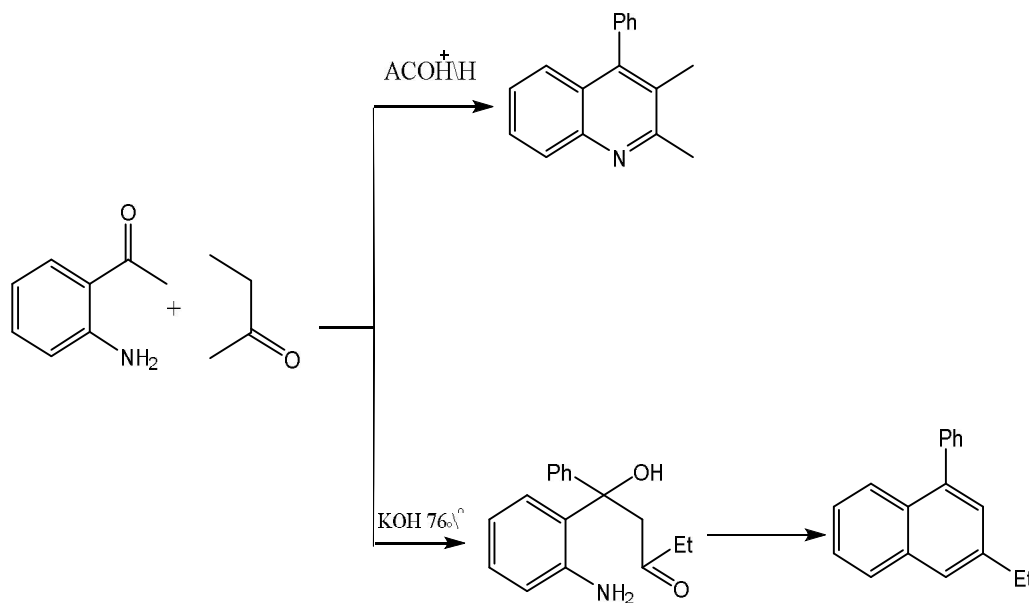


Schéma 4: Synthèse de friedlander

II.2.2.b.4 Synthèse de Doebner et Von-Miler [8] :

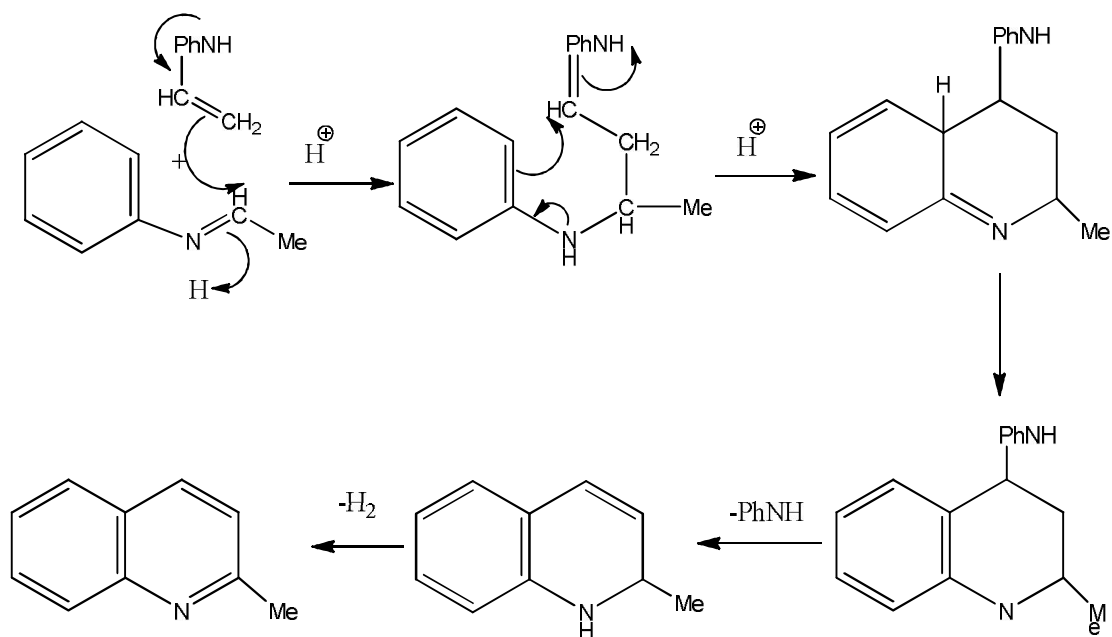


Schéma 5 : Synthèse de Doebner et Von-Miler

II.2.2.b.5 Synthèse de Bayer [9] :

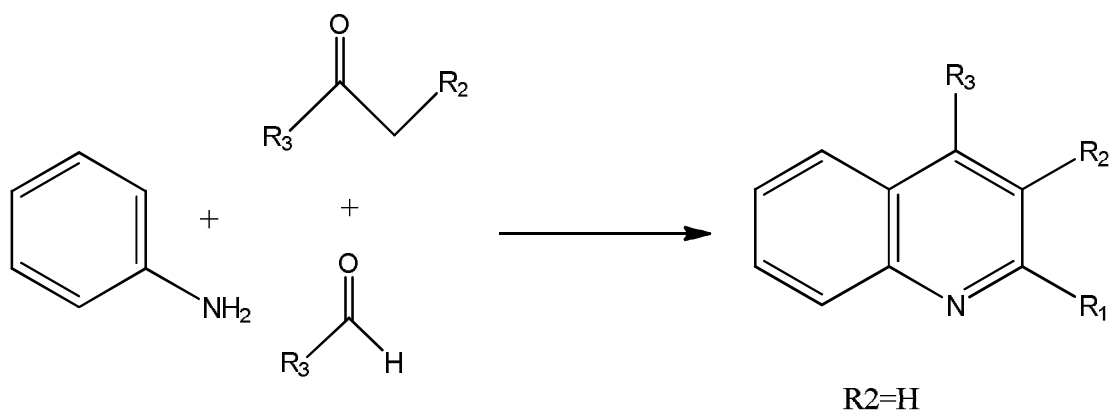


Schéma 6 : Synthèse de Bayer

## II.2.2.b.6 Synthèse de Conrad-Limpach [10] et Knorr [11] :

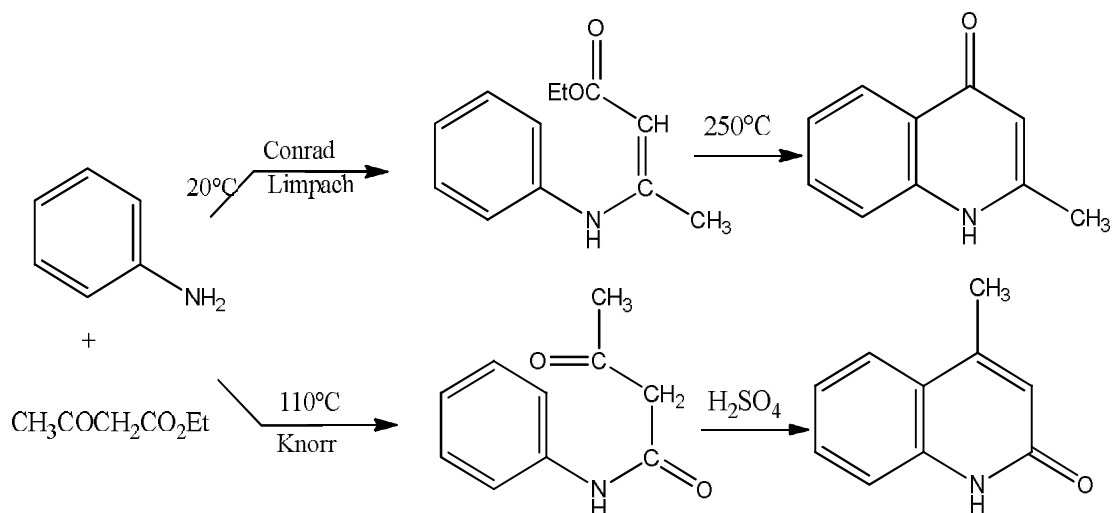


Schéma 7 : Synthèse de Conrad-Limpach et Knorr

## II.2.2.b.7 Synthèse de P. Friedlander et coll [12] :

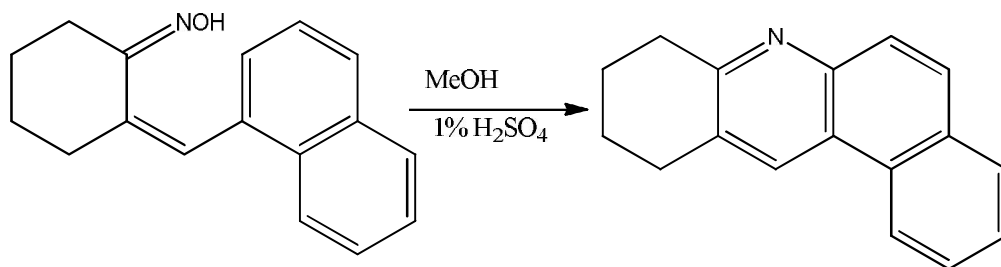


Schéma 8: Synthèse de P. Friedlander

## II.2.2.b.8 Synthèse de R.J. Olsen [13] :

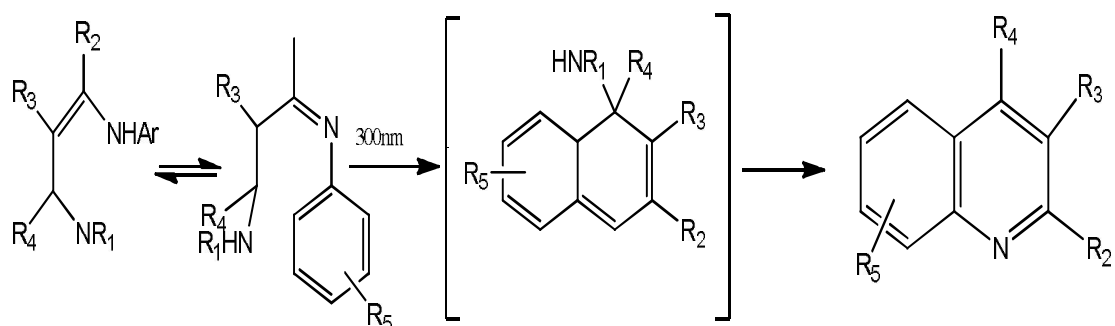


Schéma 9 : Synthèse R.J. Olsen



## II.2.2.b.9 Synthèse de Seshardi [14] :

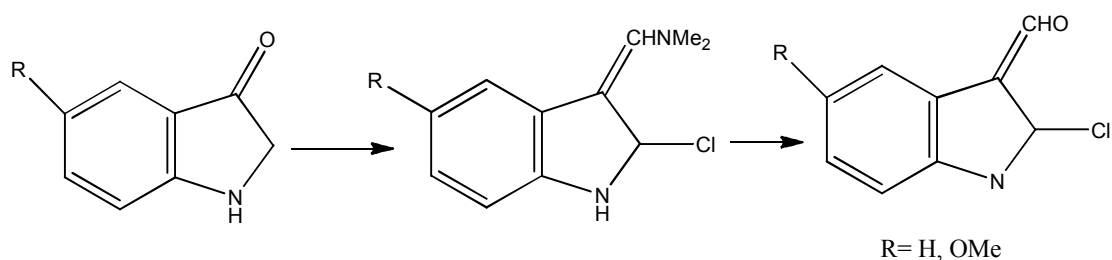


Schéma 10 : Synthèse de Seshardi

## II.2.2.b.10 Synthèse de Meth et Coll [15,16,17] :

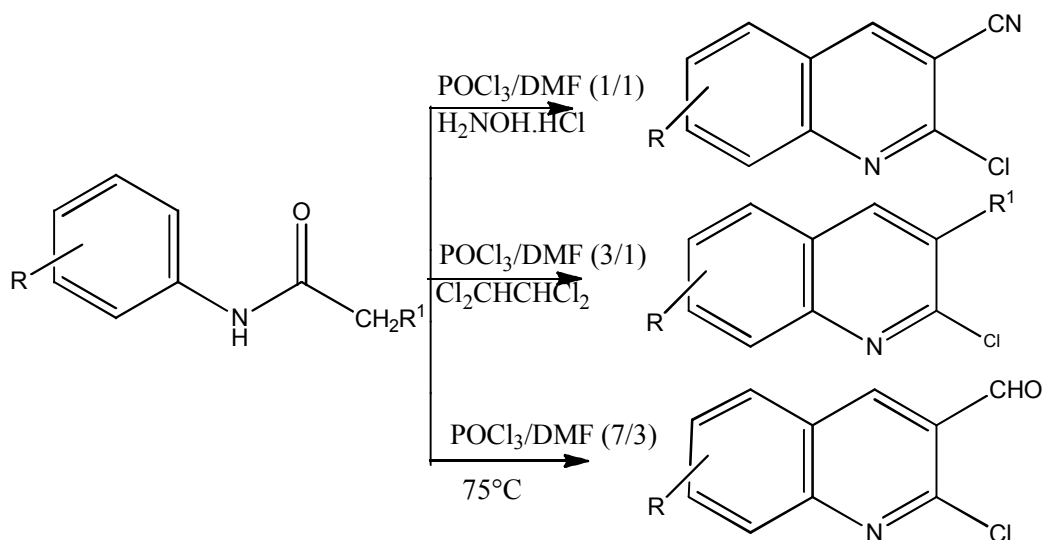


Schéma 11 : Synthèse de Meth et Coll

## II.2.2.b.11 Synthèse de Meth, Cohn et Styra Paul [18,19] :

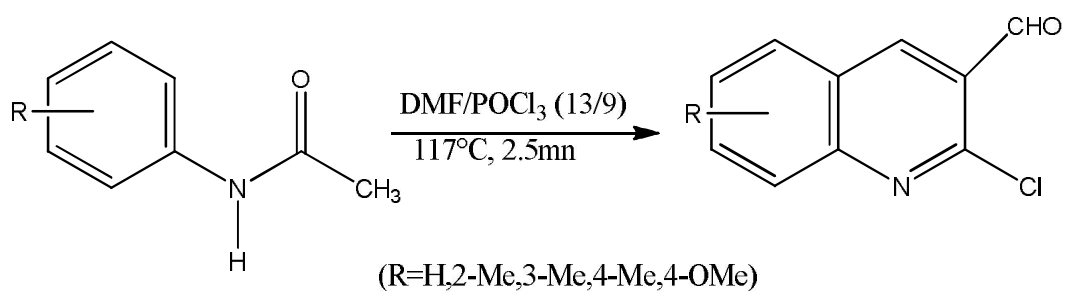


Schéma 12 : Synthèse de Meth et Cohn et Styra Paul

## II.2.2.b.12 Synthèse de P.Stya [20] :

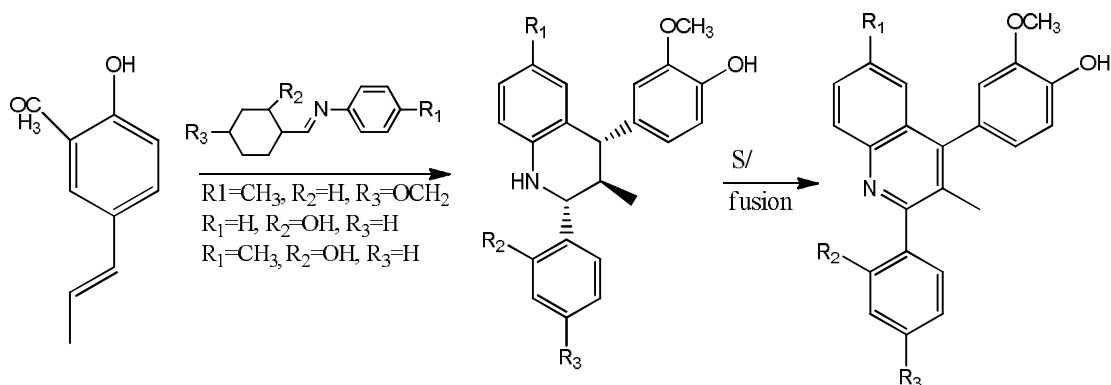


Schéma 13 : Synthèse P.Stya

## II.2.2.b.13 Synthèse de F.Fadel [21]:

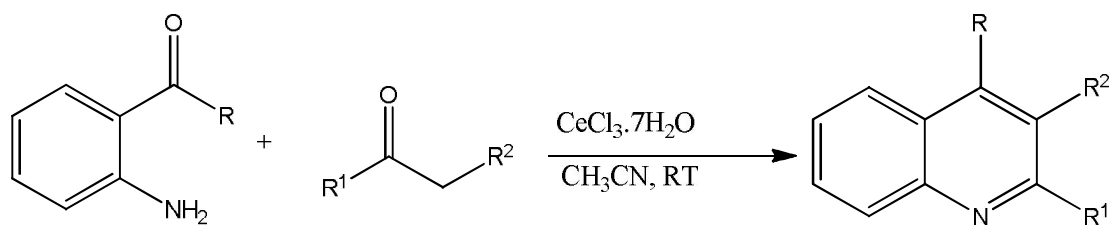
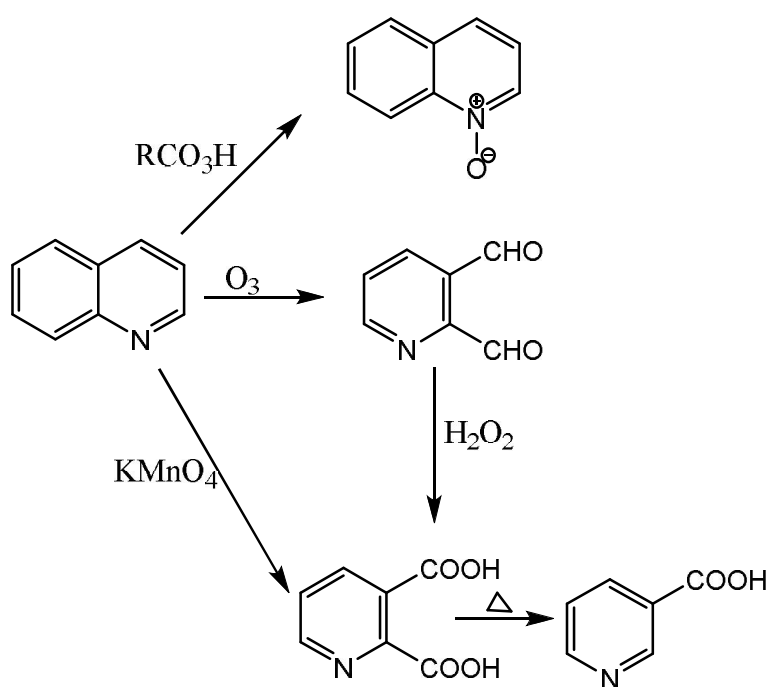


Schéma 14 : Synthèse de F.Fadel

**II.2.2.c Réaction d'oxydation et de réduction de la quinoléine:****II.2.2.c.a Réaction d'oxydation :**

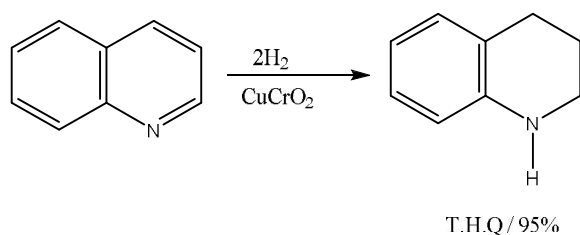
En général, le cycle benzénique est affectée par l'oxydation [22], dans lequel souvent l'acide quinolinique est formée par les agents oxydants, comme le permanganate de potassium [23] le schema suivants indique la réaction d'oxydation de la quinoléine avec les differents agents oxydants.

**Schéma 15** : Réaction d'oxydation de la quinoléine

**II.2.2.c.b Réaction de réduction :**

Le noyau benzénique résiste à la réduction, par contre le noyau pyridine est plus facile à réduire en donnant le tétra hydre quinoléine avec de bons rendements.

Le schéma suivant indique la réaction de réduction de la quinoléine :



**Schéma 16 :** Réaction de réduction de la quinoléine

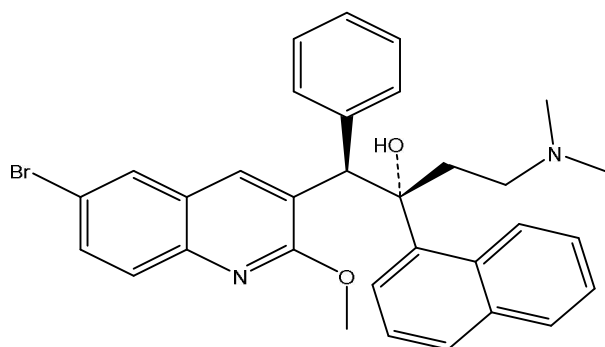
**II.2.2.d. Domaines d'utilisation de la quinoléine :**

La quinoléine trouve son application dans divers domaines aussi bien à l'échelle industrielle que pharmaceutique, elle est utilisée pour la désactivation partielle des catalyseurs tels que les catalyseurs de Lindlar [24,25].

De plus, la réduction de Rosenmund [26] qui est aussi une réduction catalysée par les chlorures de palladium des acides carboxyliques en aldéhydes, la neutralisation de la quinoléine c'est aussi une matière première pour la synthèse industrielle des colorants cyanines.

La quinoléine est en outre employée comme inhibiteur de la corrosion en tant que base d'antiacide à des réactions chimiques utilisées

La quinoléine est utilisée comme médicament antituberculose [27].



Dans le domaine cosmétique la quinoléine peut être utilisée dans la fabrication des shampoings et des savon à usage médical, [28]. La quinoléine est ensuite diluée dans une base de pommade, tel que la vaseline [29].

### ***Conclusion :***

Dans ce chapitre nous avons donné un rappel bibliographique englobant les différentes méthodes de synthèse les plus significatives, rapportées dans la littérature. de la quinoleine et ses dérivés, comme nous avons montré l'importance de certains produits d'origine naturelles et synthétiques aussi bien dans le domaine industriel, pharmaceutique et thérapeutique. Nous avons aussi décrit quelques méthodes classiques et récentes de synthèses de ces composés.

## *Les références*

- [1]. L. Allinger , P. Cava, C. Jongh, R. Johnson, A. Lebel, L. Stevens chimie organique, Chp 28 (application 3) **1982**.
- [2]. H. Collin, Hoke: quinoléine et Isoquinoline, in: L'encyclopédie de chimie industrielle de Ullmann , Wiley-VCH, Weinheim, **2005**.
- [3]. Ch Gerhardt : études sur les bases organiques , dans: Annales de Chimie et Pharmacie, 42 , pp 310-313, doi :10.1002/jlac.18420420310, **1942** .
- [4]. ]. J. Prat : études sur la classification chimique des substances organiques, in : 28, pp 65-100, doi : 10.1002/prac.18430280112 16. **1843**.
- [5]. Graham solomons – graig fryhle – chimie organique 7e édition c) modul éditeur **2000**.
- [6].A.combes.bull.soc.chim.France ; ;49 ;89 **1888**.
- [7].p.Friedlandem Ber. ;15;2572 **1882**.
- [8]. O. Doebner and W. Von miller, *Ber.*, 14, 2812 **1881**.
- [9].C. Beyer, J. Prakt. *Chem*, 33,393**1886**.
- [10]. M. COURAD and L. Limpach, *Ber*, 21,523, **1888**.
- [11]. L.Knorr, *Annalen.*, 236, 69, **1886**
- [12]. P. Friedlander, *Ber*, 15, 2572, **1882**.
- [13]. R. J. Olsen, *Tetrahedron Lett*, 34, 5325, **1993**.
- [14]. P. J. Campos, C. Q. Tan, J. M. Gonzalez and M. A. Rodriguez, *Tetrahedron Lett*, 34, 5351, **1993**.
- [15]. R.Sescharidi, m.sadessai, S.Betrabet, *Indian J.Chem*, 7,662.**1969**.
- [16]. O.Meth-cohn, D.L.Taylor, *Tetrahedron lett*, 51, 1287.**1995**.

- [17]. O.Meth-cohn, B.Narine, B.Tarnowski, *Tetrahedron lett*, 33, 3111.**1979**.
- [18]. O.Meth-cohn, *Heterocycle*, 35,539, **1993**.
- [19]. O.Meth-cohn, B.Narine, B.Tarnowski, *J.Chem.Soc.perkintransI*. 1520,**1981**
- [20]. P.Stya, M.Gupta, R.Gupta, *Syn.letter*, 8, 1115.**2000**.
- [21]. F.Fadel, A.L.Titouani, M.Soufiaoui, H.Ajamay, A.Mazzeah, *Tetrahedron Lett*, 45, 5905-5908, **2004**.
- [22]. F. W. Bergstrom, Heterocyclic Nitrogen Compounds. Part IIA. Hexacyclic Compounds: Pyridine, Quinoline, and Isoquinoline., in: Chem. Rev. 35, 77–277; doi:10.1021/cr60111a001. **1944**
- [23]. JB Wommack, TG Barbee Jr., DJ Thoennes, MA McDonald, DE Pearson: La synthèse de quinoléine et isoquinolinecarboxaldehydes , in: J. Heterocycl. Chem , 6 , pp 243-245, doi : 10.1002/jhet.5570060217, **1969** .
- [24].H. Lindlar, R. Dubuis: catalyseur de palladium pour la réduction partielle des acétylènes . Dans: synthèses organiques . Coll.Vol 5, p 880 vol 46, p. 89 ( PDF ). 86. **1973, 1966**
- [25]. H. Lindlar: Un nouveau catalyseur pour l'hydrogénation sélective , in: Helv Chim. Acta, 35 , pp 446-450, doi :10.1002/hlca.19520350205, **1952** .
- [26]. J. Buddrus: Fundamentals of Organic Chemistry , p 538, 3 Édition, de Gruyter, Berlin, ISBN 3-11-014683-5 **2003**.
- [27].N.Lounis;et al.Médecine etmaladies infectieuses ;40 ;383;**2010**
- [28]. USP30-NF25 page 1817
- [29].John Sheail, ‘Hooley, Edgar Purnell (1860–1942)’, Oxford Dictionary of National Biography, online edn, Oxford University Press, Sept 2004 accessed 21 June **2010**

# CHAPITRE II

**Synthèse de la quinoléine**

**Résultats et discussions**



**I- Introduction :**

La quinoléine, la benzopyridine [1,2] ou azanaphthalène [3] est décrite comme étant une base hétérocyclique ayant une formule brute  $C_9H_7N$ , elle résulte de la jonction d'un noyau benzénique et d'un noyau pyridinique. La Quinoléine est un liquide incolore il devient brun sous l'effet de la température [4].

**II-Partie expérimentale :**

On s'intéresse dans cette partie à la synthèse de la quinoléine :

**➤ II.1 Produits utilisés :**

	Formule brute	M. g.mol <sup>-1</sup>	Tempér fusion (C°)	Tempér ébullition (°C)	densité	N° CAS
Sulfate de fer(II) Heptahydraté	FeSO <sub>4</sub> •7H <sub>2</sub> O	278,01	56,6			7782-63-0
Glycerol	C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> O <sub>3</sub>	92,09	18,2	290	1.22	56-81-5
Aniline	C <sub>6</sub> H <sub>7</sub> N	93.13	-6	184.1	1.02	62-53-3
Nitrobenzène	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> NO <sub>2</sub>	123,10	6	211	1.20	98-95-3
Acide sulfurique	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	98,07	10,31	337	1,83	7664-93-9
nitrite de sodium	NaNO <sub>2</sub>	68,995	280	320	2,2	7632-00-0
hydroxyde de sodium	NaOH	40	318	1 39		1310-73-2
Diethyl éther	C <sub>4</sub> H <sub>10</sub> O	74,12	-116	34,6	0,71	60-29-7
Sulfate de magnésium	MgSO <sub>4</sub>	120,36	1 124	255		7487-88-9

**Tableau1:** Propriétés physiques des produits utilisés dans la synthèse de la Quinoléine

## II.2. Mode Opérateur :

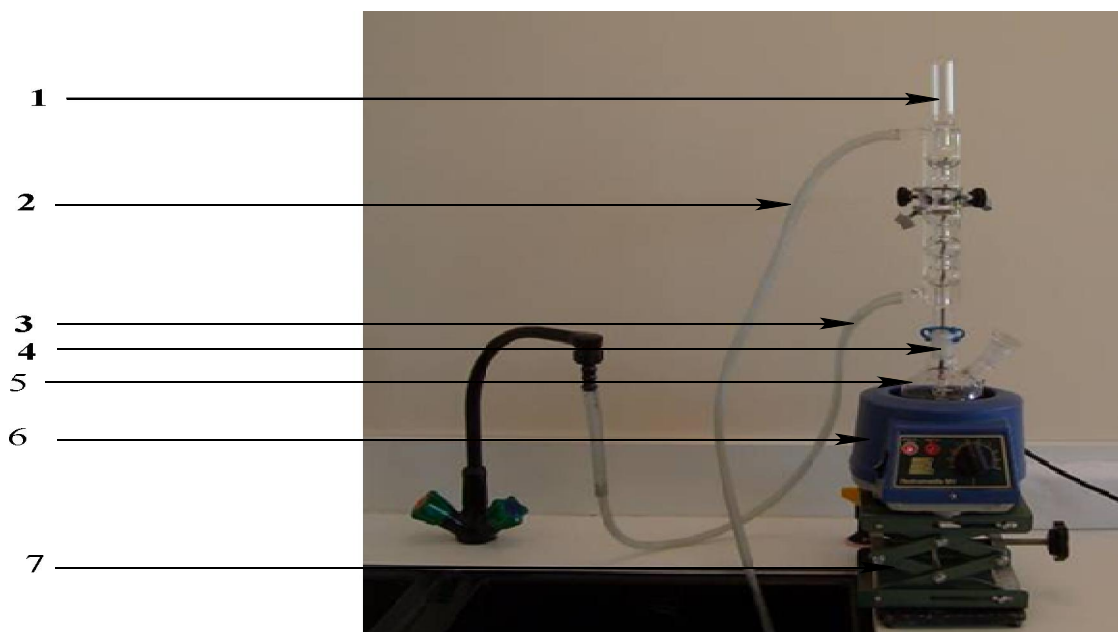
### II.2.1. Manipulation :

Lors de cette expérience on procède comme suit

#### II.2.1.1 Chauffage à reflux

Dans un ballon tricol on introduit 5g de sulfate de fer (II) heptahydraté qu'on lui ajoute 50g de glycérol anhydre, ajoute à ce mélange 12.3g d'aniline puis 9.6g de nitrobenzène. Le produit obtenu est agité manuellement, ensuite on ajoute goutte à goutte 25ml d'acide sulfurique concentré. La réaction est amorcée en chauffant très légèrement pendant 30mn. Après on procède à un chauffage à reflux pendant 3h.

Le mélange est refroidit à température ambiante puis on ajoute 50ml d'eau.

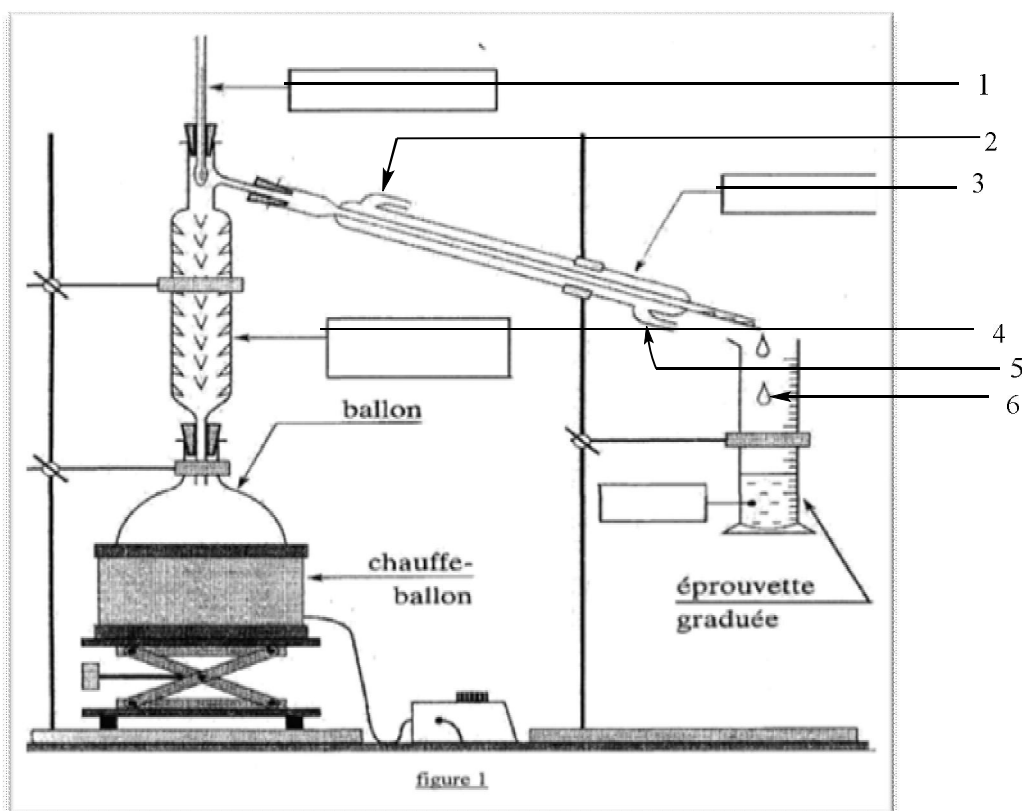


**Figure1** : Montage de chauffage à reflux

1. Réfrigérant
2. Sortie d'eau
3. Entrée d'eau
4. FeSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O + C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>O<sub>3</sub> + C<sub>6</sub>H<sub>7</sub>N + C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>NO<sub>2</sub> + H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>
5. ballon
6. chauffe ballon
7. elevateur

### II.2.1.2 Entraînement à la vapeur :

Cette technique nous permet d'éliminer le nitrobenzène en excès, la température d'ébullition du nitrobenzène utilisée est de 211°C.



**Figure 2:**Montage de l'entraînement à la vapeur

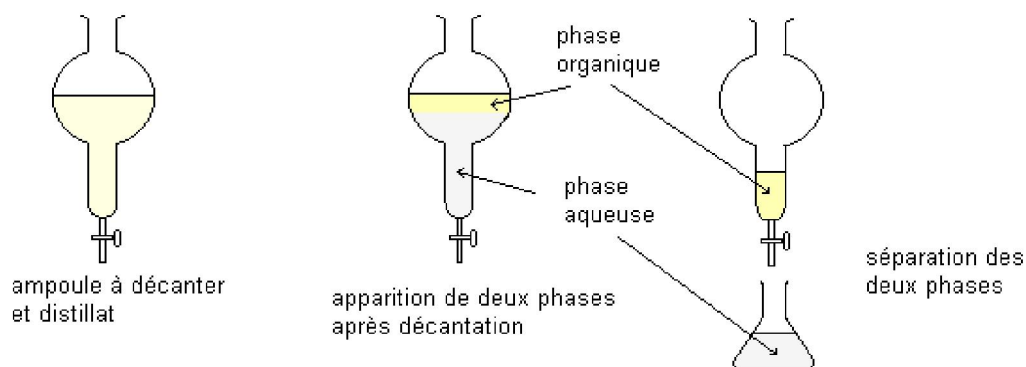
1. Thermomètre
2. Sortée d'eau
3. réfrigérant à boules
4. réfrigérant
5. Entrée d'eau
6. goutte de aniline

Le mélange réactionnel est ensuite refroidi à la température ambiante. Une fois le mélange refroidi on procède à la préparation de solutions aqueuses à 0.25% et 25% de nitrite de sodium qu'on ajoute par petites portions sous vive agitation au mélange réactionnel, on remarque. L'apparition d'une coloration violette ensuite. Le mélange est réchauffé à reflux pendant 30 min.

Après avoir préparé une solution aqueuses à 0.3% et 3% d'hydroxyde de sodium, on ajoute la solution de soude au mélange réactionnel précédent.

### II.2.1.3 Extraction par le solvant :

Afin de purifier la quinoléine synthétisée on procède à l'extraction par l'éther qui un solvant de la quinoléine, les phases organiques réunies sont ensuite séchées par du sulfate de magnésium anhydre  $MgSO_4$ , pour éliminer les traces d'eau, puis filtrées et récupérées. La quantité d'éther restante est ensuite chassée par distillation à  $34^{\circ}C$ .



**Figure3:** Montage de l'extraction



## II.4. Propriétés physico-chimique de la quinoléine :

Propriétés chimiques		Propriétés physiques	
T° fusion	237,700 °C	Formule brute	C <sub>9</sub> H <sub>7</sub> N
T° ébullition	119,800 °C	Masse molaire	129,158g .mol <sup>-1</sup>
Solubilité	l'éther,	Moment dipolaire	2,29 ± 0,11 Deby
Masse volumique	1,093 g.ml <sup>-1</sup>	Diamètre moléculaire	0,623 nm
Point critique	508,850 °C		

Tableau 2: Propriétés physico-chimiques de la quinoléine

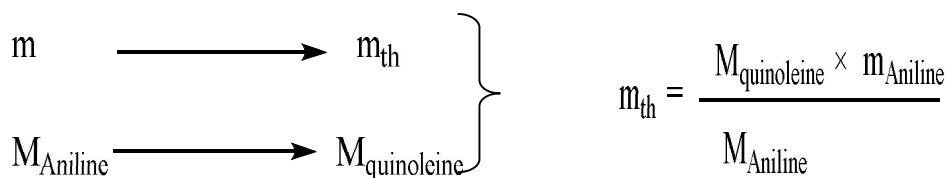
## III. Résultats et discussions:

## III.1. Résultats :

Afin de connaître les résultats de la synthèse on procède aux calculs suivants :

III.1.1 Calcul des rendements pour (25%, 0,25%) de NaNO<sub>2</sub> et (3%, 0.3%) de NaOH

$$\text{Le rendement} = (m_{\text{exp}}/m_{\text{th}}) \times 100.$$



$$\frac{129,15 \times 12,30}{93,13} = 17,05 \text{ g} \quad , \quad \frac{0,40}{17,05} \times 100 = 2,34 \% \quad , \quad \frac{4,25}{17,05 \text{ g}} \times 100 = 25 \%$$

	M(g/mol)	m(g)	n(g)	m <sub>exp</sub> (g) <i>I</i>	m <sub>exp</sub> (g) <i>II</i>
Quinoléine	129,15	17,05	0,13	4.26	0.40
Aniline	93,13	12,30	0,13		
Glycerol	92,09	50,00	0,54		

**Tableau 3** : Resultats trouvés après calculs

Les rendements obtenus lors des synthèses *I* et *II* sont regroupés dans le tableau suivant :

quinoléine	NaNO <sub>2</sub> (%)	NaOH(%)	Rdt (%)
<i>I</i>	25	3	2,34
<i>II</i>	0.25	0.3	25

**Tableau 4** : Rendements Obtenus

### III.2.Discussions:

D'après les résultats obtenus on remarque que le rendement pour 0,25% de NaNO<sub>2</sub> et 0,3% de NaOH est plus grand sa valeur est de 25% , tandis que le rendement pour 25% de NaNO<sub>2</sub> et 3% de NaOH sa valeur est de 2,34% donc il est préférable de travailler avec NaNO<sub>2</sub> à 0,25% qui est considérée comme une valeur minimale et optimisée .ceci va se traduire clairement dans l'interprétation des spectre ultérieurement.

### Conclusion :

Dans ce chapitre la synthèse de la quinoléine a travers ces différentes étapes entraîne l'apparition de plusieurs produits, dans certains sont considérés comme produits secondaires tels que le nitrobenzène qui est éliminé par l'entraînement à la vapeur et l'aniline qui est transformée en ion phényle diazonium par ajout du NaNO<sub>2</sub> qui donne la coloration violette et qui rentre dans la synthèse des colorants ; ce même produit est ensuite transformé en phénol par chauffage à reflux. Les analyses par spectroscopie IR , RMN <sup>1</sup>H et RMN <sup>13</sup>C prouveront l'existence de ces différents produits.

***Référence de chapitre II :***

[1] :RH.F.Manske.chem.Rev.30,113 ,F,W,Bergstrom.chem.Rev;36;77;Elderfield.Hétérocyclic compounds;wiley;New-york;chapman. ,**1942, 1944.**

[2] :N.campbell ;in ‘‘Rodchemistryof carbon. compounds’’ ;ed.s.coffeg ;elseiver ;amsterdam ;2nd;vol.Uf.p.231;**1976 .**

[3] : F.F.Runge. Ann.phys.chem ;31(2) ;65;**1834 .**

[4] : Georg Thieme Verlag, Stuttgart Römpf Online – Version 3.5, **2009.**



# CHAPITRE III

**Caractérisation de la quinoléine  
synthétisée et l'huile essentielle  
extraite**

## ***I. Introduction:***

L'eucalyptus est un arbre robuste et vivace de 25 à 30 m de hauteur (mais certaines espèces arrivent à dépasser les 100m. Il est originaire d'Australie. Il est actuellement cultivé dans les régions tropicales, subtropicales et tempérées. L'eucalyptus fut rapidement planté dans les régions subtropicales de l'Asie et du bassin méditerranéen aux longues racines et au tronc droit avec un bois rouge et une écorce lisse de couleur gris cendré à lenticelles gorgées de gomme balsamique il en existe plus de 300 espèces.

Eucalyptus est un grand arbre qui se caractérise par les feuilles ovales et minces avec une apparence cireuse de coloration verte bleuâtre. Pendant les périodes de floraison on le reconnaît par ses belles étamines duveteuses rouge et jaune. Ses principes actifs composés principalement de eucalyptus de globuleol d'alpha-pinène et de pinocarviol en font un produit de soins pour des multiples usages quotidien, particulièrement dans l'hiver pour affronter la grippe son parfum se reconnaît facilement par la note camphré de eucalyptol, créant ainsi une ambiance de fraîcheur dans le local où il est diffusé [1].

## ***II. Description de l'arbre de l'eucalyptus:***

### ***II.1. Les feuilles:***

La plupart des eucalyptus sont à feuilles persistantes mais quelques espèces tropicales perdent leurs feuilles à la fin de la saison sèche. Comme les autres membres de la famille de myrtacée, les feuilles d'eucalyptus sont couvertes de glandes à huile. L'abondante production d'huile est une caractéristique importante de ce genre.

Les feuilles, bleutées, ont une curieuse caractéristique: sur les jeunes arbres, elles sont opposées, sessiles et ovales et glauques, mais par la suite elles deviennent alternes, pétiolées, très allongées, parfois un peu courbées comme des lames de faux et d'un vert luisant. Les deux types de feuillage cohabitent dans les mêmes forêts, donnant l'impression qu'on n'a pas affaire aux mêmes arbres[2].

## ***II.2. fruits :***

Les fruits secs sont en forme de cône et des valves qui se soulèvent pour laisser échapper les grains. La plupart des espèces ne fleurissent pas jusqu'à l'apparition du feuillage adulte. Deux exception notables: *Eucalyptus cinerea* et *eucalyptus perriniana* [3].

## ***II.3. Les fleurs:***

Sont très variées. Elles ont de très nombreuses étamines qui peuvent être blanches, crème, jaunes, roses ou rouges. Au départ, les étamines sont enfermées dans un étui fermé par un opercule (d'où le nom d'eucalyptus du grec eu: bien et kaluptos: couvert) formé par les pétales et/ou les sépales. Lorsque les étamines grandissent, elles soulèvent l'opercule et s'étalent pour former la fleur. Les fleurs d'eucalyptus constituent la source de nectar floral la plus importante pour la production de miel en Australie [4].

## ***III. Les huiles essentielles :***

Les molécules actives, impliquées dans les mécanismes de défense des plantes, sont issues du métabolisme secondaire. Elles ne participent pas directement à la croissance des plantes, mais ont évolué pour leur fournir une protection naturelle contre les attaques de microbes ou d'insectes. Une partie de ces métabolites secondaires se concentre dans les sacs oléifères, qui sont des poches sécrétrices d'huiles essentielles. L'exploration des huiles essentielles pour la recherche de molécules à activité antibiotique semble donc être une voie intéressante.

### ***III.1. Définition***

Les huiles essentielles sont des mélanges naturels complexes de métabolites secondaires volatiles, isolées des plantes par hydrodistillation ou par expression mécanique [5]. Elles sont obtenues à partir de feuilles, de graines, de bourgeons, de fleurs, de brindilles, d'herbes, d'écorces, de bois, de racines ou de fruits.

Mais également à partir des gommés qui s'écoulent du tronc des arbres. L'hydrodistillation reste le moyen le plus employé pour produire les huiles essentielles, en particulier à des fins commerciales [6].

Les métabolites secondaires sont extraits des plantes par un entraînement à la vapeur d'eau. Le volume d'huile essentielle récupéré dépend du rendement de distillation, qui est variable, chez une même plante, en fonction de la saison [7].

Les huiles essentielles peuvent aussi être obtenues par expression à froid, comme pour les agrumes. De nouvelles techniques, permettant d'augmenter le rendement de production, ont été développées, comme l'extraction au moyen de dioxyde de carbone liquide à basse température et sous haute pression [8]. ou l'extraction assistée par ultrasons ou micro-ondes [9].

### ***III.2. Composition chimique des huiles essentielles :***

La composition de nombreuses huiles essentielles a été décrite dans la littérature. Elle varie en fonction de différents facteurs, incluant le stade de développement des plantes, les organes prélevés, la période et la zone géographique de récolte [10].

L'étude de la composition chimique est généralement effectuée par chromatographie en phase gazeuse (CPG) et par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CPG-SM) [11]. La résonance magnétique nucléaire (RMN) peut également être utilisée pour identifier les constituants des huiles essentielles [12].

### ***III. 3. Etats naturel et localisation des huiles :***

On trouve les huiles essentielles naturelles dans les fleurs, les fruits, les racines les graines et les écorces de nombreux végétaux l'essence de lavande par exemple, est obtenue à partir d'une fleur l'essence de patchouli est issue d'une feuille et l'essence

d'orange provient d'un fruit. L'essence se forme dans les parties vertes de la plante [13]. Les huiles essentielles sont élaborées au sein du cytoplasme de certaine cellule, elles s'en séparent par synérèse sous forme de petites gouttelettes qui confluent ensuite en plage plus ou moins tendues (DEYSON). Les cellules sécrétrice peuvent se trouver dans tous les oranges végétaux [14].

Les HE peuvent être localisée dans des :

- cellules sécrétrice isolés
- poche sécrétrices
- poile sécréteur (compose)
- les canaux sécréteurs

Mais on connaît peu de choses sur le mode de formation de ces essences au sein de la plante [15]. Ses huiles s'accumulent d'autres parts dans certains tissus au sein de cellules ou de réserve à essence, sous l'épiderme des poils, des glandules ou dans les espaces inter cellulaires [16].

#### **III. 4. Constituants des huiles essentielles :**

Les constituants des huiles essentielles peuvent être répartis en deux classes en fonction de leur voie de biosynthèse : les terpénoïdes et les phénylpropanoïdes. La classe des terpénoïdes est la plus variée au niveau structural. Les terpénoïdes, dont 25 000 sont connus comme métabolites secondaires, dérivent du précurseur isoprénique à cinq carbones, l'isopenténylpyrophosphate. Les plus petits terpénoïdes sont les hémiterpénoïdes (C<sub>5</sub>), qui sont formés d'une seule unité isoprénique. Les autres molécules, appartenant à cette classe, résultent de la condensation de plusieurs isoprènes. Ainsi, les monoterpénoïdes (C<sub>10</sub>) sont constitués de deux unités isopréniques alors que les sesquiterpénoïdes (C<sub>15</sub>) sont formés par l'association de trois isoprènes. Les mono- et les sesquiterpénoïdes sont les plus représentés dans les huiles essentielles. Les phénylpropanoïdes, ou composés phénoliques, sont biosynthétisés à partir des acides aminés aromatiques qui sont la phénylalanine et la tyrosine. Ils sont généralement caractérisés par la présence d'un groupement hydroxyle fixé à un cycle phényle. Les terpénoïdes et les phénylpropanoïdes confèrent aux huiles

essentielles leurs propriétés antibactériennes. L'activité de ces molécules dépend, à la fois, du caractère lipophile de leur squelette hydrocarboné et du caractère hydrophile de leurs groupements fonctionnels. Les molécules oxygénées sont généralement plus actives que les molécules hydrocarbonées. Une liste, visant à classer les constituants des huiles essentielles en fonction de l'intensité de leur activité, a d'ailleurs été établie [17].

### **III.5. Le mode d'extraction :**

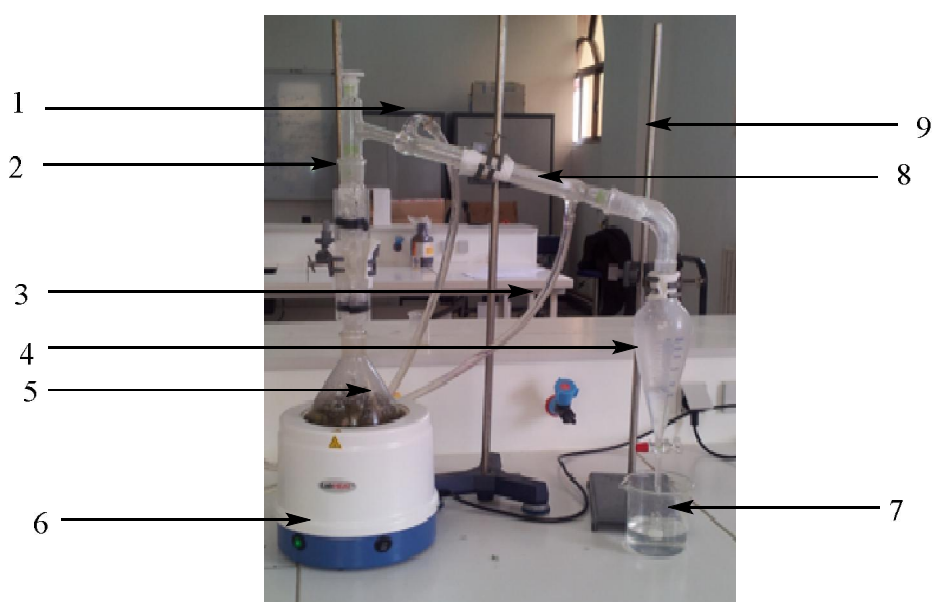
Il existe plusieurs modes d'extraction des huiles essentielles comme la distillation, l'hydrodistillation, la percolation, l'expression qui peuvent faire évoluer la composition de l'H.E.C.T. Deux procédés sont principalement employés et font l'objet d'une monographie à la Pharmacopée.

#### **III.5.1. Hydrodistillation :**

L'hydrodistillation reste le moyen le plus employé pour produire les huiles essentielles [18]. La méthode d'extraction des huiles essentielles la plus simple est l'hydrodistillation. Elle consiste à immerger la matière première végétale dans un bain d'eau mis à ébullition. Les composés volatils contenus dans les cellules diffusent à travers les parois cellulaires (hydro diffusion) sous l'action physique qu'exerce le gonflement de la matière végétale (phénomènes d'absorption d'eau ou osmotique), *via* la pression interne et l'action chimique de l'eau. Une fois diffusée en dehors des cellules, l'huile forme avec l'eau un système liquide vapeur. La non-miscibilité des deux liquides confère au mélange la propriété d'avoir une température d'ébullition inférieure aux températures d'ébullition des deux liquides purs. Cette caractéristique explique la volatilisation des composés des huiles essentielles à une Température d'environ 100°C. Une fois vaporisés, les composés sont transportés par le flux de vapeur d'eau refroidi plus loin et condensé dans un essencier ou un vase florentin. Lors de la décantation, la différence de densité entre l'eau et les composés aromatiques entraîne la formation d'une phase aqueuse et d'une phase organique : l'huile essentielle [19].

**IV. Mode opératoire :**

On pèse environ 120g de feuilles d'eucalyptus. Les émietter très finement puis les introduire dans un ballon bicol de 500ml . On ajoute environ 300ml d'eau adapter un réfrigérant à air sur le ballon. Chauffer à reflux pendant 1 h. Le mélange est refroidit à température ambiante, ensuite pour pouvoir séparer les deux phases aqueuse et organique on procède à la décantation à l'aide d'une ampoule à décanter comme indiqué dans le montage suivant :



**Figure 4:** montage de l'extraction

- 1- entrée d'eau
- 2- réfrigérant
- 3- sortie d'eau
- 4- ampoule décounté
- 5- ballon
- 6- chauffe-ballon
- 7- b cher
- 8- r frig rant d'eau
- 9- support

La phase organique (l'huile essentielle) est ensuite analys e par spectroscopie IR

**V- Caractérisations et Interprétation:**

Les résultats obtenus sont analysés par deux méthodes d'analyse :

**V-1. Spectrométrie Infra Rouge IR :**

Spectromètre à transformée de fourrier JASCO FT/IR-4200 de l'université d'Oran esenia, au laboratoire de chimie organique.

Les échantillons liquides sont examinés dans des cellules en présence de l'éther comme solvant. Les fréquences d'absorption ( $\nu$ ) sont données en  $\text{cm}^{-1}$ .

**V-2. Spectrométrie de Résonance Magnétique Nucléaire RMN :**

Spectromètre à transformée de Fourier BRUKER 300 de l'université d'Oran esenia, au laboratoire de chimie des polymères.

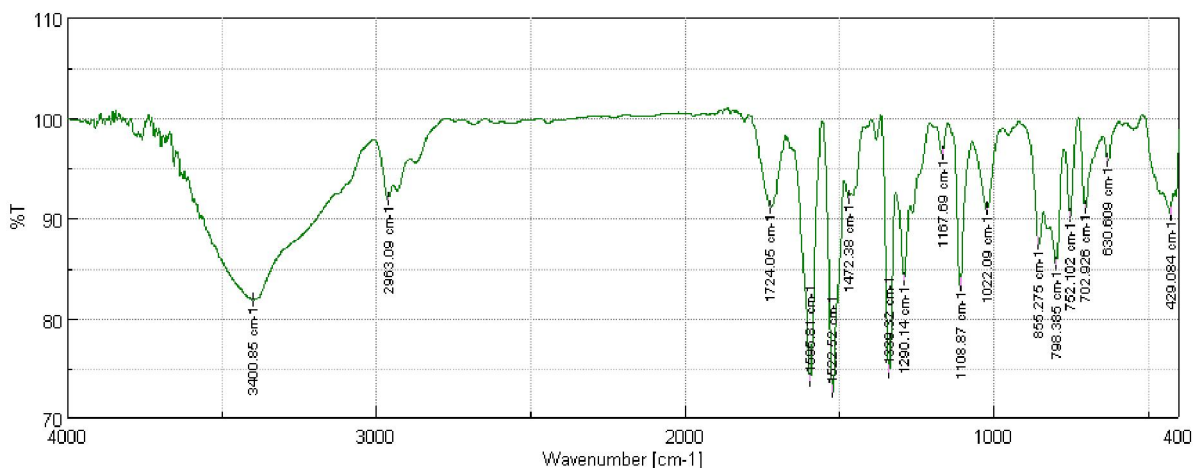
Les déplacements chimique  $\delta$  sont exprimés en partie par million (ppm) par rapport au tétraméthylsilane (TMS) utilisé comme référence interne pour la RMN du  $^1\text{H}$  et du  $^{13}\text{C}$ .

Les spectres sont enregistrés dans le chloroforme deutéré  $\text{CDCl}_3$ .

**V-3. Interprétation des spectres :**

**V-3.1. Spectroscopie IR :** les résultats obtenus sont caractérisés comme suit :

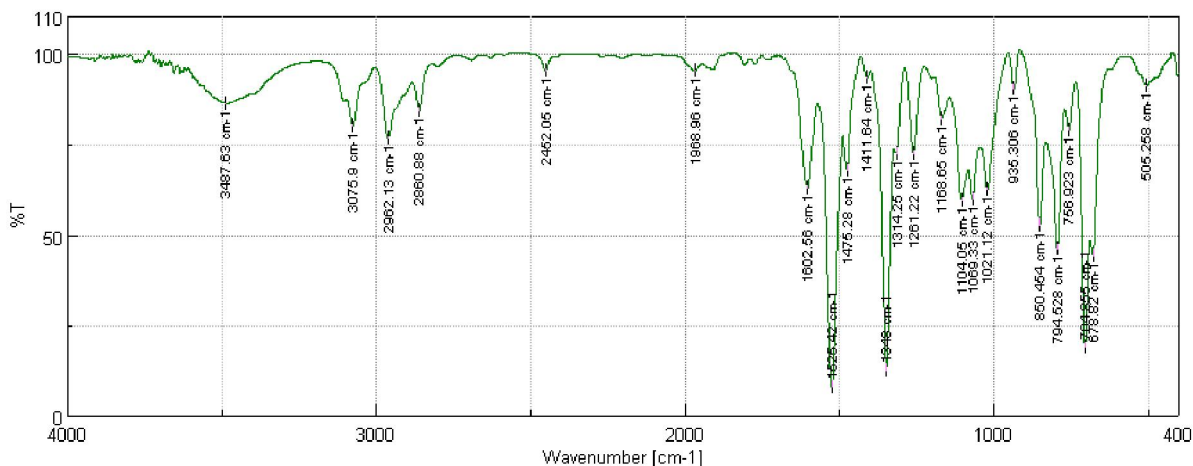
**V-3.1.a. Experince I :** lors de l'utilisation de 25% de  $\text{NaNO}_2$  et 3% de  $\text{NaOH}$



**Spectre IR : Quinoléine de Synthétisée I**



V-3.1.b. Experince II: lors de l'utilisation de 0,25% de NaNO<sub>2</sub> et 0,3% de NaOH

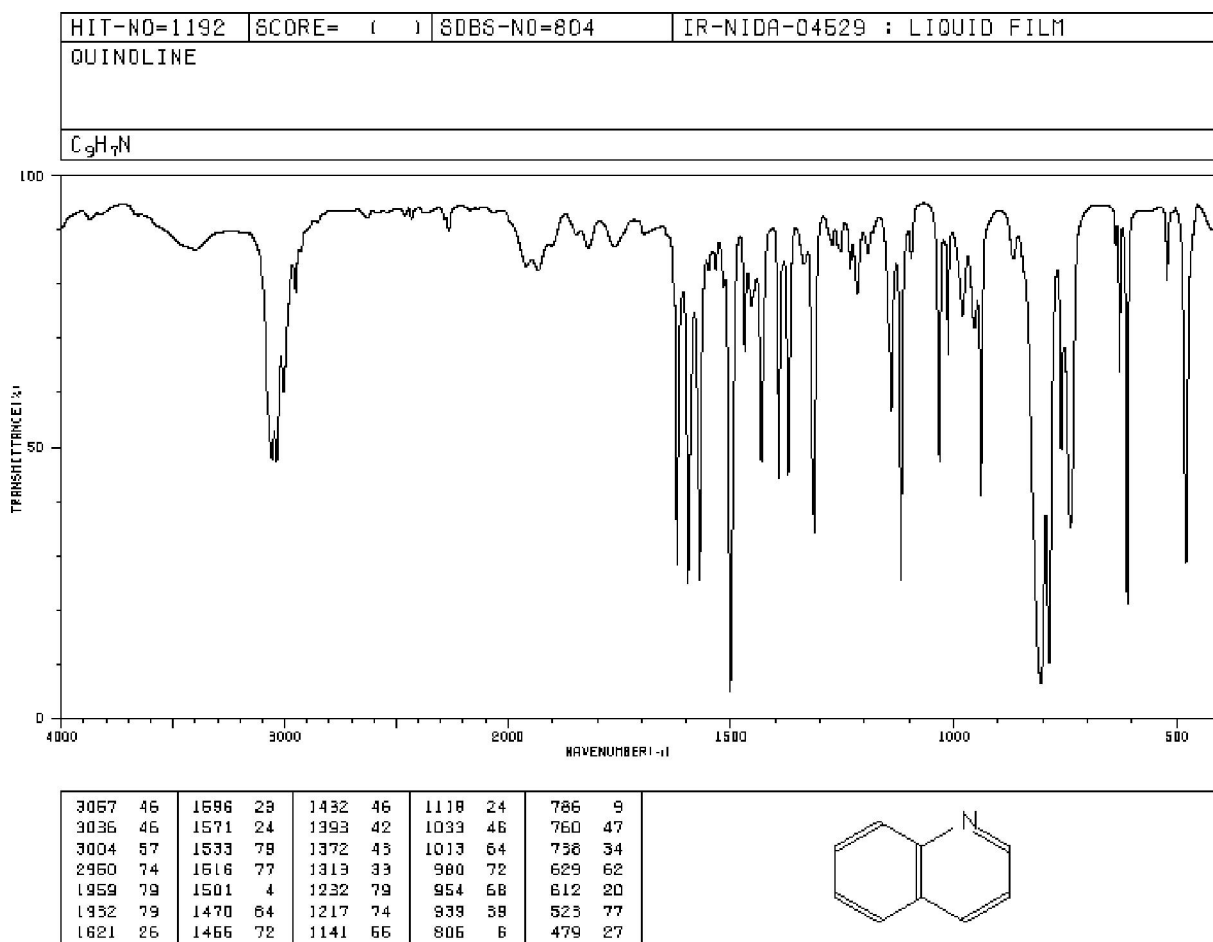


Spectre IR : Quinoléine de Synthésée II

Les spèctres IR des produits isolés purs permettent de constater la présence d'une forte absorbtion dans la zone 1602,56 cm<sup>-1</sup> qui correspondant à la fonction alcène ainsi qu'une forte bande d'absorption ν<sub>C=N</sub> 1525,42 cm<sup>-1</sup>, et une bande vers 3075,90cm-1 qui correspond au ν<sub>benzene</sub> et une bande vers 850,454cm<sup>-1</sup> qui correspond au ν<sub>C-N</sub>.

Sauf que pour le spectre de l'experiece I on remarque que la bande d'absorption pour la fonction phenol est forte à 3400,85cm<sup>-1</sup> tandis que pour l'experiece II cette bande d'absorption est faible à 3487,63cm<sup>-1</sup>.

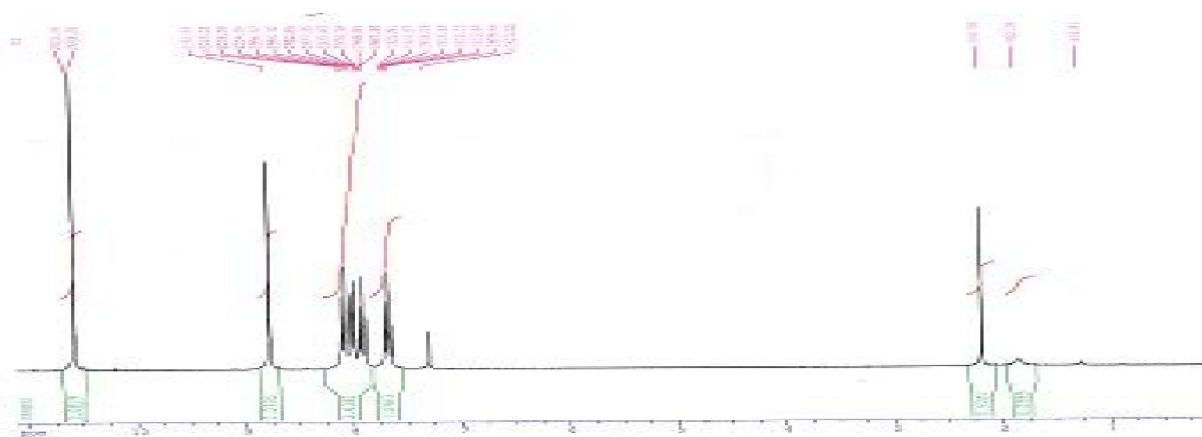
Ceci est en accord avec le spectre theorique



Spectre IR : théorique de la Quinoléine par SDBS

### V-3.2. Spectroscopie RMN

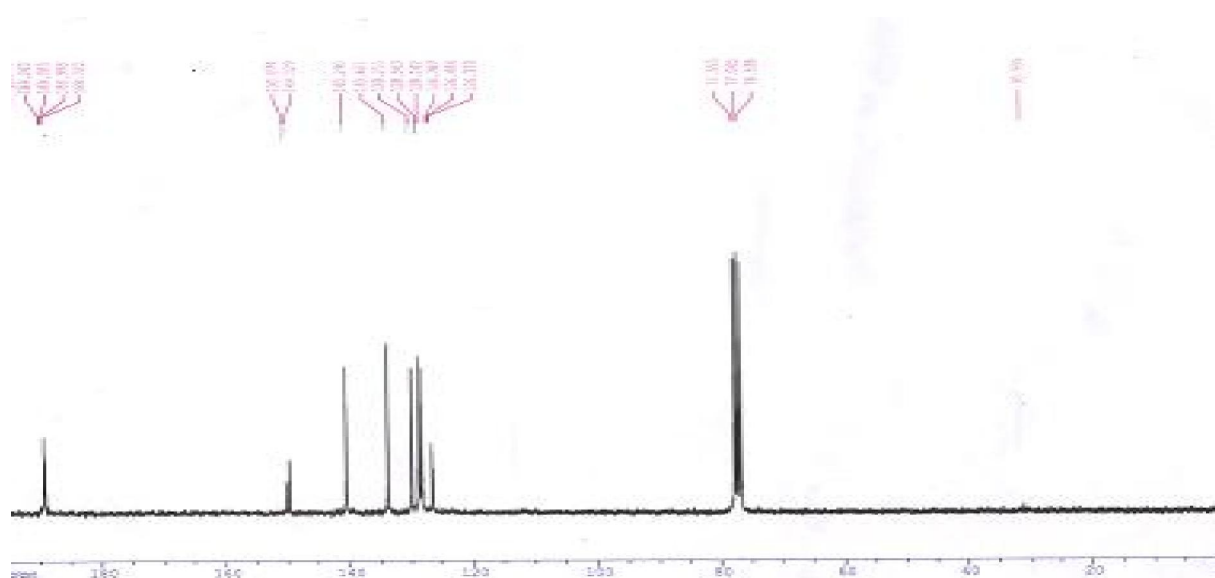
V-3.2.1 RMN <sup>1</sup>H : les résultats obtenus sont caractérisés comme suit :

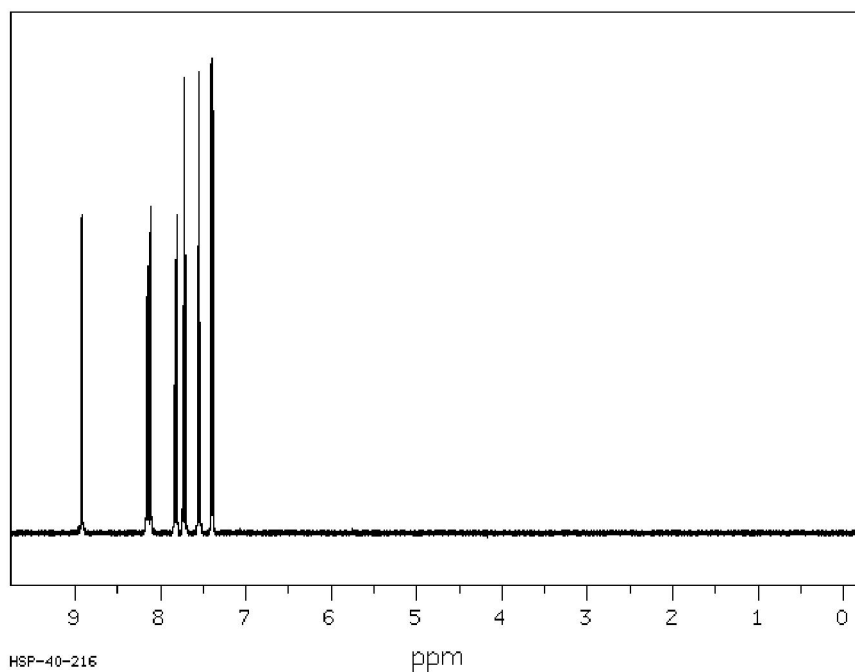


Spectre RMN <sup>1</sup>H : Quinoléine synthétisée

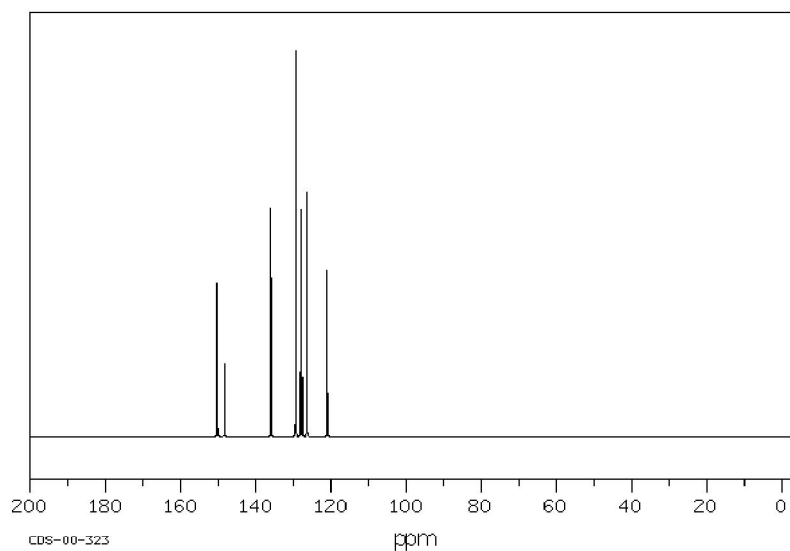
La quinoléine synthétisée présente deux signaux caractéristiques dans les spectres RMN<sup>1</sup>H, celui du cycle benzenique qui apparaît entre 7,25-8ppm Et celui de l'hétérocycle pyridinique qui apparaît entre 7-9 ppm. Celui du chloroforme apparaît à 6,25 ppm

### V-3.2.2 RMN <sup>13</sup>C :





**Spectre RMN<sup>1</sup>H : théorique de la Quinoléine par SDBS**



**Spectre RMN<sup>13</sup>C : théorique de la Quinoléine par SDBS**

### VI. Interprétation du spectre IR de l'huile essentielle extraite :

L'huile extraite de l'eucalyptus est analysée par spectroscopie IR. D'après la littérature cette huile contient de la quinine qui représente le médicament le plus utilisé dans le traitement de la malaria qui elle contient la quinoléine [20].

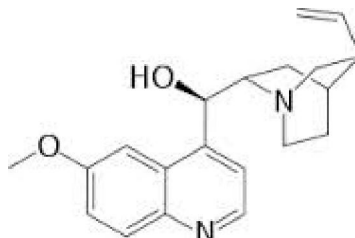
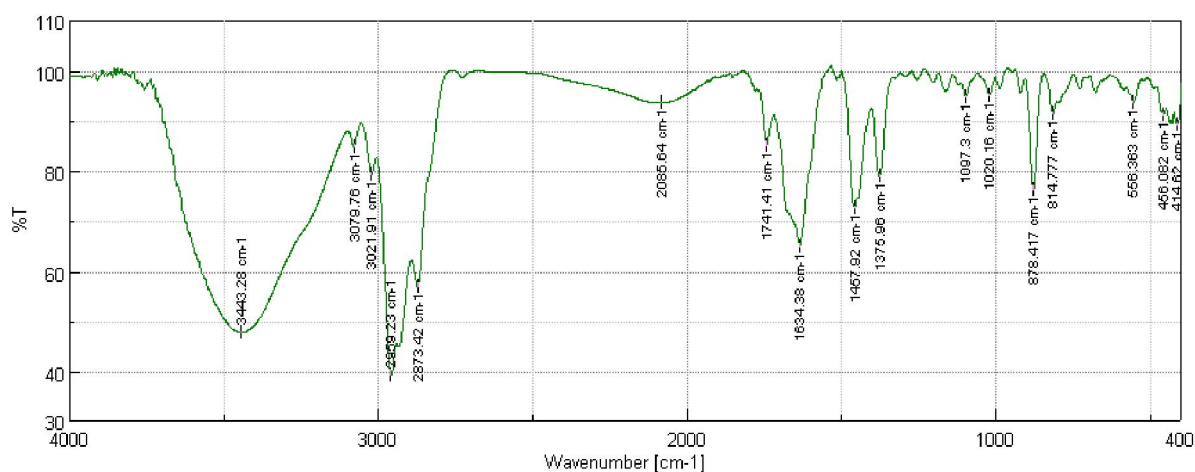


Schéma 1 : Structure de la Quinine



Spectre IR : L'huile essentielle extraite

D'après ce spectre on remarque l'apparition d'une forte bande d'absorption dans la zone  $1602,56 \text{ cm}^{-1}$  qui correspond à la fonction alcène ainsi qu'une forte bande d'absorption  $\nu_{\text{C=N}}$  à  $1457,92 \text{ cm}^{-1}$ , et une faible bande vers  $3021,91 \text{ cm}^{-1}$  qui correspond au  $\nu_{\text{benzene}}$  ainsi qu'une bande vers  $878,777 \text{ cm}^{-1}$  qui correspond au  $\nu_{\text{C-N}}$ .

***VII. Etude comparative entre les spectres IR de la quinoléine synthétisée et l'huile essentielle extraite :***

D'après les résultats obtenus on remarque que les mêmes bandes trouvées dans la quinoléine se trouvent dans l'huile essentielle extraite ceci prouve que la quinoléine se trouve bien dans la quinine qui elle est présente dans l'eucalyptus.

***Conclusion :***

Dans ce chapitre et après caractérisation par IR et RMN  $^1\text{H}$  et RMN  $^{13}\text{C}$  de la quinoléine synthétisée et huile essentielle extraite de l'eucalyptus on a abouti aux résultats espérés .

## **Références:**

- [1]. D. Bergamini, the land and wildlife of Australia. Life Natural Library, New York (Etats-Unis). **1964**
- [2]. D. Bergamini, The land and wildlife of Australia. Life Natural Library, New York (Etats-Unis) 1964.
- [3]. Organisation des Nations unies pour l'alimentation et l'agriculture.. Les eucalyptus dans les reboisements. FAO, Italie. **1982**
- [4]. V. Serventy, **1968**. Wildlife of Australia. Thomas Nelson Ltd, Canada.
- [5]. D. Kalembe, A. Kunicka Antibacterial and antifungal properties of essential oils. *Curr.Med. Chem.* **10**: 813-829. **2003**
- [6]. S. Burt Essential oils: their antibacterial properties and potential applications in foods a review. *Int. J. Food Microbiol.* **94**: 223-253. **2004**
- [7]. M. Gonny, P. Bradesi, J. Casanova Identification of the components of the essential oil from wild Corsican *Daucus carota* L. using <sup>13</sup>C-NMR spectroscopy. *Flavour Fragr. J.* **19**: 424-433. **2004**
- [8]. S. Santoyo, S. Cavero, L. Jaime, E. Ibanez, FJ. Senorans, G. Reglero Chemical Composition and antimicrobial activity of L. *Rosmarinus officinalis* essential, oil obtained via Supercritical fluid extraction. *J. Food Prot.* **68**: 790-795. **2005**
- [9]. AC. Kimbaris, NG. Siatis, DJ. Daferera, PA. Tarantilis, CS. Pappas, MG. Polissiou  
Comparison of distillation and ultrasound-assisted extraction methods for the isolation of Sensitive aroma compounds from garlic (*Allium sativum*). *Ultrason Sonochem.* **13**: 54-60. **2006**.
- [10]. PJ. Delaquis, K. Stanich, B. Girard, G. Mazza Antimicrobial activity of individual and mixed fractions of dill, cilantro, coriander and eucalyptus essential oils. *Int. J. Food Microbiol.* **74**: 101-109. **2002**
- [11]. UJ. Salzer, The analysis of essential oils and extracts (oleoresins) from seasonings a critical review. *C.R.C Crit. Rev. Food Sci. Nutr.* **9**: 345-373. **1977**
- [12]. F. Tomi, P. Bradesi, A. Bighelli, J. Casanova Computer-aided identification of individual components of essential oils using Carbon-13 NMR spectroscopy. *J. Magn. Reson. Anal.* **1**: 25-34. **1995**
- [13]. encarta
- [14]. A. Taleb, tentative de corrélation entre l'étude pédologique des sols à *Artemisia herba alba* de la différente station située Nord-Sud de tlemcen p74.
- [15]. Le grand G. Manuel préparateur en pharmacie. Edition Masson, Paris.
- [16]. Grund.les plantes médicinales 256 illustration en couleur, Paris.

[17]. D. Kalembe, A. Kunicka, Antibacterial and antifungal properties of essential oils. *Curr.Med. Chem.* **10**: 813-829. **2003**

[18]. S. Burt, Essential oils: their antibacterial properties and potential applications in foods a review. *Int. J. Food Microbiol.* **94**: 223-253. **2004**.

[19]. E. Cassel, R. M. F.; Vargas, N. Martinez, D. Lorenzo, E. Dellacassa, *Industrial Crops & Products*, 29, 171- 176. **2009**

[20]. C. Spinorin, *Ann. Rev. Microbiol*, 43, 601. **1989**



# Conclusion générale

## **Conclusion générale**

Les hétérocycles en général trouvent leur application dans divers domaines. L'intérêt essentiel de ce travail était la synthèse d'un composé organique hétérocyclique à six chaînons qui est la quinoléine utilisée dans divers domaines en particulier dans celui de la pharmacie et dans la synthèse des colorants....

Les résultats obtenus lors de la caractérisation par IR et RMN sont bien en accord avec ceux trouvés en littérature.

Une étude comparative a été établie entre la quinoléine synthétisée et l'huile essentielle extraite de l'eucalyptus. Les résultats spectroscopiques par IR montrent bien la ressemblance spectrale entre les bandes essentielles des deux composés.