

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



جامعة سعيدة - د. مولاي الطاهر
كلية العلوم والتكنولوجيا
DÉPARTEMENT DE SCIENCE DE LA MATERIE

MEMOIRE

Elaboré en vue de l'obtention du diplôme de master en
Science et Technologie
Spécialité : Chimie Organique

Intitulé :

Synthèse, Caractérisation et Activité Biologique d'une Molécule Organique En Catalyse Homogène et Hétérogène

Présenté par :

Arbaoui Mabrouka

Soutenu le 22/06/2025.

Devant le jury composé de :

Mme Mostefai Asmaa	Université de Saïda - Dr MOULAY Tahar	Présidente
Mme Chabani Malika	Université de Saïda - Dr MOULAY Tahar	Encadrante
Mme Miloudi Safia.	Université de Saïda - Dr MOULAY Tahar	Examinateuse
Mr Makloufia Mohamed	Université de Saida Dr MOULAY Tahar	Examinateur
Mr Boudou Farouk	Université de Saida Dr MOULAY Tahar	Invité

Année universitaire 2024/2025

Dédicace

Je dédie ce mémoire a mes chers parents qui ont été toujours a mes cotes et m'ont toujours soutenu tout au long de ces longues années d'études .En signe de reconnaissance ,qu'ils trouvent ici, l'expression de ma profonde gratitude pour tout ce qu'ils ont consenti d'efforts et de moyens pour me voir réussir dans mes études

Ames frères et sœurs ,a tous mes amis et amon professeur chafiaa

Et a tous ceux qui aiment le bon travail et ne reculent pas devant les obstacles de la vie

Arbaoui mabrouka



Remerciement

Je tiens à remercier d'abord Dieu le tout puissant et miséricordieux, de m'avoir donné la force, la patience et le courage nécessaire pour mener ce travail à terme.

Ce travail a été réalisé à l'université Dr Moulay Tahar Saida sous la direction de Madame CHABANI MALIKA. Elle a dirigé ce travail avec beaucoup de compétence et de qualité humaine. Ses connaissances et ses excellents conseils m'ont été précieux. Je tiens à la remercier sincèrement et lui exprimer toute ma gratitude et ma reconnaissance pour, sa disponibilité, sa confiance, son expérience qui ont permis l'accomplissement de ce travail.

Je suis très honorée par Madame. MOSTEFAI ASMAA D'avoir accepté de présider le jury de ce mémoire. Je la prie de croire à ma profonde gratitude.

Je remercie vivement Madame MILOUDI SAFIA Pour avoir bien voulu faire partie du jury

Mes remerciements vont aussi à Monsieur MAKHLOUFIA MOHAMED pour avoir voulu juger ce travail.

Mes remerciements vont également :

À Monsieur BOUDOU FAROUK pour sa gentillesse et son aide

À l'ensemble des enseignants que j'ai eu durant tout mon parcours universitaire

Je tiens à remercier toute la promotion de chimie organique et mes amis, qui m'ont permis de passer des moments très agréables, sympathiques et enrichissants

Je remercie enfin tous ceux qui nous ont apporté aide et conseils pendant tout mon travail. Et à leur tête Monsieur BEN M'HAMMED .

Liste des figures

Figure1 : Composés hétérocyclique à cinq chainons avec un hétéroatome	4
Figure2 :Composés hétérocycliques à cinq chainons avec deux hétéroatomes.	4
Figure3 :Composés hétérocycliques à six chainons avec un hétéroatome.	5
Figure4 : Composés hétérocyclique à six chainons comportant deux hétéroatomes.	5
Figure5 : Hétérocycles bi cycliques.	5
Figure 6: Quinoléine .	6
Figure7 : Gingembre	10
Figure8 : Cumin	10
Figure9 : Curcumine	10
Figure10 : Romarin	10
Figure 11 : Lavande	11
Figure12: Menthe	11
Figure13 : Cannelle	11
Figure 14:feuilles de l'eucalyptus.	12
Figure15 : fruits de l'eucalyptus.	12
Figure16 : Montage d'hydro distillation.	15
Figure17 : Principe d' hydro diffusion.	15
Figure 18 : Représentation schématique d'un feuillet de phyllosilicate	19
Figure 19 : Structure de la Montmorillonite	21
Figure 20 : Structure tétraédrique de la Montmorillonite	21
Figure 21 : Structure octaédrique de la Montmorillonite	22
Figure22:Montage de chauffage à reflux.	25
Figure23 :Montage d'hydro distillation.	25
Figure 24 : Spectre IR du produit synthétisé par H_2SO_4	27
Figure 25: Préparation de l'argile.	28
Figure26 : Synthèse de la quinoléine par la Maght-H +	29
Figure 27: Spectre IR du produit synthétisé à 10% de Maght – H+	30
Figure28 : Spectre IR Théorique de la quinoléine par SDBS	31
Figure29 : Montage d'extraction d'huile essentielle de l'eucalyptus	34
Figure30 :Décantation d'huile essentielle	35
Figure31 :Spectre IR de HE extraite de l'eucalyptus	35
Figure32 :Spectre IR de la quinoléine par SDBS	36
Figure33 : Mécanisme de réduction du radical libre DPPH	38

Figure34 :L'activité antioxydante par la méthode DPPH _____ 38

Figure35 :Activité antibactérienne de la quinoléine synthétisée contre *Escherichia coli* ATCC 25922 (A) et de l'huile essentielle (C). _____ 44

Figure36 :Activité antibactérienne du produit de synthèse (B) et de l'huile essentielle (D) respectivement contre *Listeria monocytogenes*(ATCC19114) _____ 46

Figure 37: Activité antibactérienne du produit de synthèse (A, et B) et de l'huile essentielle (C et D) respectivement contre *Escherichia coli* ATCC 25922, *Listeria monocytogenes*ATCC19114 _____ 47

Liste des schémas réactionnels

Schéma réactionnel 01 : Synthèse de la quinoléine par la réaction de Skraup	7
Schéma réactionnel 2 : Synthèse de la quinoléine par la réaction Friedlander	8
Schéma réactionnel 3: Synthèse de la quinoléine par combes	8
Schéma réactionnel 4:Synthèse de la quinoléine par de Gould-Jacobs	9
Schéma réactionnel 5: Synthèse de la quinoléine par Conrad-Limpach	9
Schéma réactionnel 6 : Synthèse de la quinoléine par la réaction de Skraup	26

Liste des tableaux

Tableau1: Propriétés physiques des produits utilisés dans la synthèse de la Quinoléine	24
Tableau 2: Propriétés physico-chimiques de la quinoléine	26
Tableau4 : Concentration de l'huile essentielle en fonction du pourcentage d'Inhibition	39
Tableau5 : Pourcentage d'Inhibition en fonction de la concentration de la quinoléine synthétisée par H ₂ SO ₄	40
Tableau6: Pourcentage d'Inhibition en fonction de la concentration de la quinoléine synthétisée par la Maght-H ⁺	41
Tableau7 :Activité antimicrobienne de la quinoléine synthétisée contre <i>Escherichia coli</i> ATCC 25922 (A) et de l'huile essentielle (C)	44
Tableau8 :Activité anti bactérienne du produit de synthèse (B) et de l'huile essentielle (D) respectivement contre <i>Listeria monocytogenes</i> (ATCC19114)	45

Liste des graphes

Graphe 1 : Rendement en fonction de concentration de Maght-H ⁺	32
Graphe2 : Pourcentage d’Inhibition en fonction de la concentration de HE	40
Graphe3:Pourcentage d’Inhibition en fonction de la concentration de la quinoléine synthétisée	41
Graphe 4: Pourcentage d’Inhibition en fonction de la concentration de la quinoléine synthétisée	42

Liste des abréviations

ATCC :American Type Culture Collection

CE : les cations échangeables.

CEC : Capacité d'échange cationique.

DPPH :2,2-diphényl-1picrylhydrazyle

FT-IR: Transformée de Fourier en Infrarouge.

Gly : Glycérolé.

HE :Huile Essentiel.

IC50 :Inhibitrice Concentration à 50%

IR :Infra Rouge

Maght : Maghnite

Mag-H+ : Maghnite activé par l'acide sulfurique

MM : Masse Molaire.

MMT: Montmorillonite.

SDBS :Spectral Database for Organic Compounds

t : temps

T amb : Température ambiante.

T°: Température.

Sommaire

Dédicace	
Remerciement	
Liste des figures	I
Liste des schémas réactionnels	III
Liste des tableaux	IV
Liste des graphes	V
Liste des abréviations	VI
Introduction générale	1
References	2

Chapitre I : **Partie bibliographique**

I-Introduction :	4
II-Hétérocycles à cinq chainons :	4
II-1-Composés hétérocycliques avec un seul hétéroatome:	4
II-2- Composés hétérocycliques comportant deux hétéroatomes :	4
III- Hétérocycles à six chainons :	5
III-1-Composés hétérocycliques à six chainons avec un hétéroatome:	5
III-2-Composés hétérocycliques comportant deux hétéroatomes :	5
IV -Hétérocycles bicycliques :	5
IV-1 -La Quinoléine :	6
IV-2- Origine naturelle de la quinoléine :	6
IV-3 – Méthodes de synthèse de la quinoléine :	6
a- Synthèse de Conrad-Limpach :	9
IV- 4 -Utilisations de la quinoléine et ses dérivés:	9
V- Généralité sur les plantes médicinales et aromatiques :	10
VI -Généralité sur l' Eucalyptus :	11
VI-1-Description de l'arbre :	11
VI-2Utilisations de l'Eucalyptus :	13
VII-Généralités sur les huiles essentielles :	13
VII-1-L'huile essentielle d'Eucalyptus :	13
VII-2- Utilisation des huiles essentielles de l'eucalyptus :	13
VIII-Différente méthodes d'extraction :	14
a-Macération :	14
b-Infusion :	14

c-L'hydro distillation et l'hydro distillation sous pression :	14
d-L'hydro diffusion :	15
e -Distillation à la vapeur :	16

Chapitre II :

Synthèse de la quinoléine en catalyse homogène et hétérogène

I- Introduction :	18
II- Catalyseurs :	18
II-1- Catalyseur Homogène :	18
II-2- Catalyseur Hétérogène :	18
III- Les Argiles:	19
III-1- Définition :	19
III-2 - Différents types d'argiles:	19
III-3- Structure des argiles:	20
III-3-1- Structure de la Kaolinite:	20
III-3-2- Structure de l'illite :	20
III-3-3- Structure de la chlorite:	20
III-4 -1 Structure de la Montmorillonite :	21
III-4-1-a-Unités structurales tétraédriques :	21
III-4-1-b- Unités structurales octaédriques :	22
III-4 -2- Propriétés de la montmorillonite :	22
III-4-3-Utilisation de la montmorillonite :	22
III-4-4-Activation acide de la montmorillonite :	22
IV--Partie expérimentale :	24
IV-1- Produits utilisés :	24
IV-2 -Mode Opératoire	24
IV-2 -1- Synthèse de quinoléine par catalyseur homogène :	24
a- Manipulation :	24
b- Mécanisme réactionnel :	26
IV-2-2- Propriétés physico-chimique de la quinoléine :	Erreur ! Signet non défini.
IV-2-3- interprétation :	27
V- Synthèse de la quinoléine par catalyseur hétérogène :	28
V-1- Préparation du catalyseur :	28
V-2- Synthèse de la quinoléine par la Magt-H+	29
V-3- Caractérisation du produit synthétisé par IR :	30
VI -Effet de la quantité du catalyseur Magt -H+ sur le rendement	31

A-Interprétation et discussion des résultats	32
Conclusion	32

Chapitre III :

Activités biologiques de la quinoléine synthétisée et d'une huile essentielle extraite de l'eucalyptus globulus

I-Introduction :	34
II-Extraction de l'huile essentielle de l'eucalyptus globules:	34
II-1 Partie experimental:	34
II- 2 Caractérisation par IR de HE :	35
III- Activité biologique	36
III-1-Activité anti oxydante	36
III-1-1 –L' antioxydant :	37
III-1-2. Radicaux libres	37
III-1-3- Méthodes d'évaluation de l'activité antioxydante :	37
III-1-3-1 Evaluation du pouvoir anti radicalaire par la méthode de DPPH	37
a-Principe	37
III-1-4-Test de l'activité antioxydante par la méthode DPPH des produits synthétisés et de HE extraite de l'eucalyptus	38
III-1-4-Résultats	39
a-Activité antioxydante de l'huile essentielle extraite de l'eucalyptus	39
b-Activité antioxydant de la quinoléine catalysée par H ₂ SO ₄ :	40
c-Activité antioxydante de la quinoléine catalysée par la Maght-H+	41
III-1-4-2-Discussion	42
III-2 Activité anti bactérienne	42
III-2-1- Evaluation de l'activité antibactérienne des produits synthétisés et de l'huile essentielle extraite	43
III-2-2-Résultats:	43
1-Analyse de l'activité antibactérienne	43
III-2-3-Discussion	46
Conclusion générale	48
Références bibliographiques	50
Annexes	55
Résumé	55

Introduction générale

Les hétérocycles sont des produits utilisés non seulement dans le domaine de la recherche scientifique mais également pour une grande variété d'applications industrielles, en particulier dans l'industrie pharmaceutique, colorants, cosmétiques et produits agrochimiques [1,2], des polymères [3], et bio-informatique [4].

Parmi les produits hétérocycliques les plus utilisés, la quinoléine , elle est importante industriellement , et elle est douée d'activités biologiques dues essentiellement à la présence de l'hétérocycle pyridinique au sein de sa structure.

Vu son importance, des recherches ont été effectuées afin d'élaborer des méthodes de synthèse permettant de l' obtenir dans les meilleures conditions. Ainsi, l'objectif de cette étude est la synthèse de la quinoléine en catalyse homogène et hétérogène en utilisant une argile naturelle comme catalyseur appelé Maghnite- H+ [5].

L'intérêt de celle-ci est, d'une part, sa capacité de résoudre des problèmes d'ordre écologiques et économiques et d'autre part, son utilisation dans des conditions douces, moins nocives et qui obéissent à quelques principes de la chimie verte.

Les objectifs que nous nous sommes fixés pour mener à bien ce travail ,articulent autour de trois chapitres.

- ✓ Dans le premier chapitre, nous nous sommes intéressés à une étude bibliographique exhaustive sur les différents travaux effectués sur la synthèse de la quinoléine et ses dérivés
- ✓ Le deuxième chapitre est consacré, dans une première partie à une brève étude bibliographique sur les argiles et en particulier la Maghnite -H+,
Dans une seconde partie, à la synthèse et la caractérisation de la quinoléine catalysée par un catalyseur homogène H_2SO_4 et un catalyseur hétérogène la Maghnite H+ dans une troisième partie, on s'intéresse à l'effet de la quantité de catalyseur sur cette synthèse.
- ✓ Le troisième chapitre est réservé à l'extraction d'une huile essentielle d'une plante médicinale qui contient la quinoléine , et faire une étude biologique anti oxydante et anti bactérienne sur la quinoléine synthétisée et sur huile essentielle extraite.

Enfin, nous terminons ce travail par une conclusion générale.

References

- [1] Gupta ,R.R.Phenothiazines and 1,4-benoth-iazines :chemical and biomedical aspects,(1988)
- [2] Marcos,C.F.;Polo,C.; Rakitin O.A Rees,C.W Torroba,T.One-pot synthesis and chemistry of bis β 1,2 dithioliopyrroles .Chem .Commun.(Camb.),(1997).
- [3] A.B.Emilyand L.E.Tinothy,Imidazole and imdazolium-containing polymers for biology and material science applications polymer,(2010)
- [4] P.N.Anna and B.kirtee,computer based drug designvarious heterocyclic compounds having anticancer activity .a brief review,J.Bionformat Genom Prteom (2017)
- [5]M.Belbachir,A.Bensaoula20030069446.April10,(2003)

Chapitre I :

Partie bibliographique

I-Introduction :

Les hétérocycles, occupent une place importante dans la chimie organique et constituent un domaine intéressant pour la recherche .Un très grand nombre de substances naturelles et de médicaments sont des hétérocycles [1]Ces molécules réunissent en effet dans une même structure les caractères remarquables des composés hétérocycliques saturés, partiellement saturés ou aromatiques, les plus importants des hétérocycles on cite entre autre la quinoléine et ses dérivés qui constituent une grande classe d'hétérocycles, très répandue dans le règne végétal ou elles sont à l'origine de divers métabolites secondaires ausein de certaines plantes elles sont douées d'activités biologiques qu'on étudiera leurs importance par la suite .

II-Hétérocycles à cinq chainons :

Les hétérocycliques à cinq chainons peuvent être considérés comme hétérocyclique peut être subdivisés en :

II-1-Composés hétérocycliques avec un seul hétéroatome:

Les plus importants des hétérocycles avec un seul hétéroatome sont :

le furane , le pyrrole et le thiophène

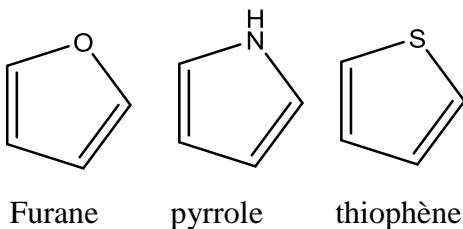


Figure1 : Composés hétérocyclique à cinq chainons avec un hétéroatome

II-2- Composés hétérocycliques comportant deux hétéroatomes :

Ces hétéro atomes peuvent être identiques ou différents les exemples les plus courants de ces composés hétérocycliques sont :

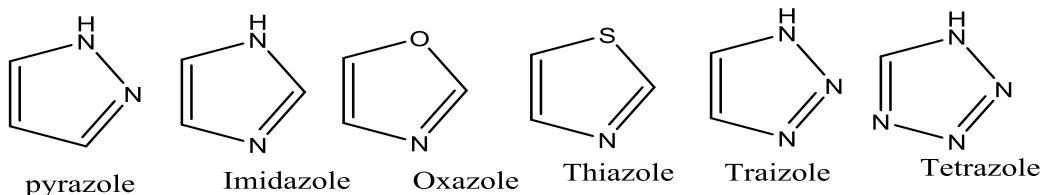


Figure2 :Composés hétérocycliques à cinq chainons avec deux hétéroatomes.

III- Hétérocycles à six chainons :

Les hétérocycles à six chainons, peuvent être considérés à des analogues au benzène où un atome de carbone est remplacé par un hétéroatome. Comme pour les composés hétérocycliques à cinq chainons, les composés hétérocycliques à six chainons peuvent également être subdivisés en :

III-1-Composés hétérocycliques à six chainons avec un hétéroatome:

Comme c'est montré dans la figure 3, les plus courants de ces hétérocycles sont :

La pyridine , Le 4H- pyran, Le 4H- thiopyran.

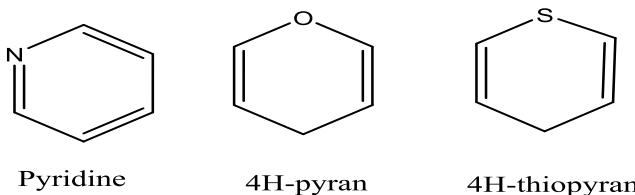


Figure3 :Composés hétérocycliques à six chainons avec un hétéroatome.

III-2-Composés hétérocycliques comportant deux hétéroatomes :

Les composés hétérocycliques comportant deux hétéroatomes les plus courants sont: La pyridazine, La pyrimidine et la pyrazine

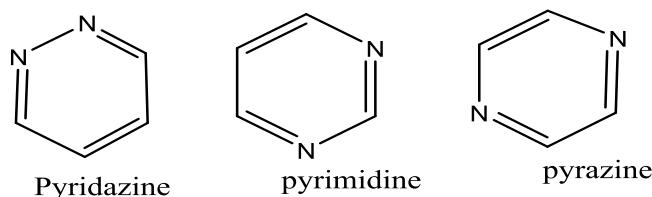


Figure4 : Composés hétérocyclique à six chainons comportant deux hétéroatomes.

IV –Hétérocycles bicycliques :

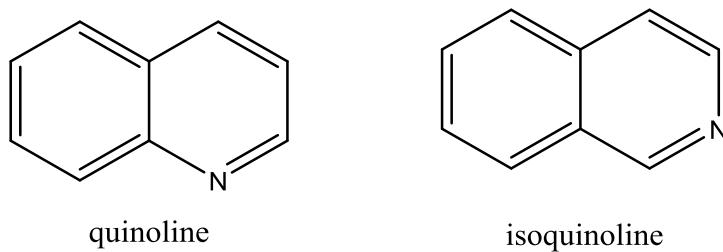


Figure5 : Hétérocycles bi cycliques.

IV-1 –La Quinoléine :

La quinoléine est un hétérocycle bicyclique dont la formule chimique est C₉H₇N. Il s'agit d'un liquide hygroscopique incolore à forte odeur il comporte un cycle benzénique accolé avec la pyridine. Le nom selon UIPAC de la quinoléine .C'est 1-azanaphthalén ou benzo(b) pyridine [2]

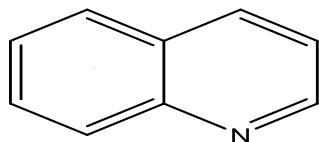


Figure 6:Quinoléine .

IV-2- Origine naturelle de la quinoléine :

La quinoléine dérive de différentes sources naturelles telles que les fleures des plantes, les animaux et les micro-organismes. L'écorce de la plante Cinchona contient de la quinine, de la quinidine [3]. La quinoléine a été extraite pour la première fois du goudron de houille en 1834 par le chimiste allemand Friedlieb Ferdinand Runge ; il a appelé la quinoléine en grec leukol qui signifie « huile blanche » [4].

IV-3 – Méthodes de synthèse de la quinoléine :

Depuis la fin des années 1800, diverses techniques de synthèse de la quinoléine et de ses dérivés ont été découvertes .En 1880 Skraup, et al ont synthétisé la quinoléine par la condensation de la glycérine avec l'aniline en présence d'acide sulfurique concentré et de nitrobenzène [5] comme c'est montré dans le schéma réactionnel 1

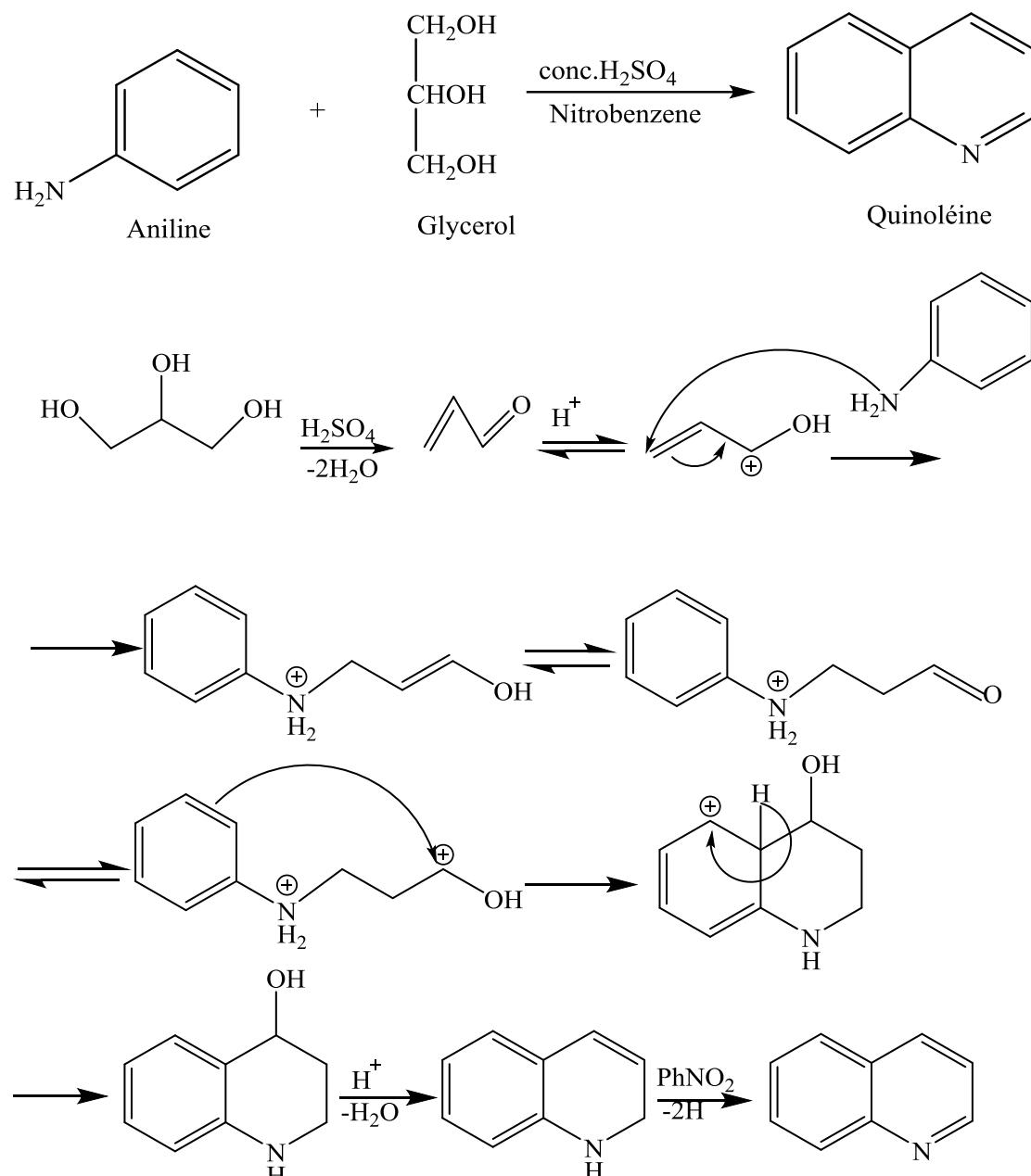


Schéma réactionnel 1 : Synthèse de la quinoléine par la réaction de Skraup [6]

En 1882 Friedlander et al,[7] ont mis au point une synthèse simple de la quinoléine, en réalisant la condensation du α -aminobenzaldhyde avec différents composés carbonylés ,en présence d'hydroxyde de sodium comme c'est illustré dans le schéma réactionnel 2 :

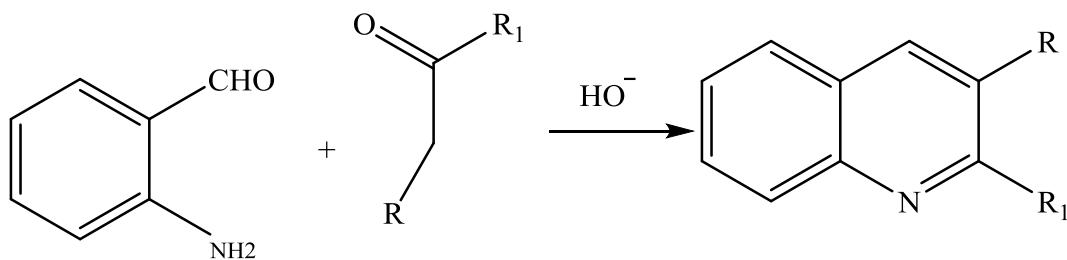


Schéma réactionnel 2 : Synthèse de la quinoléine par la réaction Friedlander[7]

Par la suite en 1887 Combes et ses collaborateurs [8] ont synthétisé la quinoléine par condensation de l'aniline avec soit une dicétone telle que l'acétylacétone soit avec un dialdéhyde tel que cétoaldéhyde comme c'est montré dans le schéma réactionnel 3 :

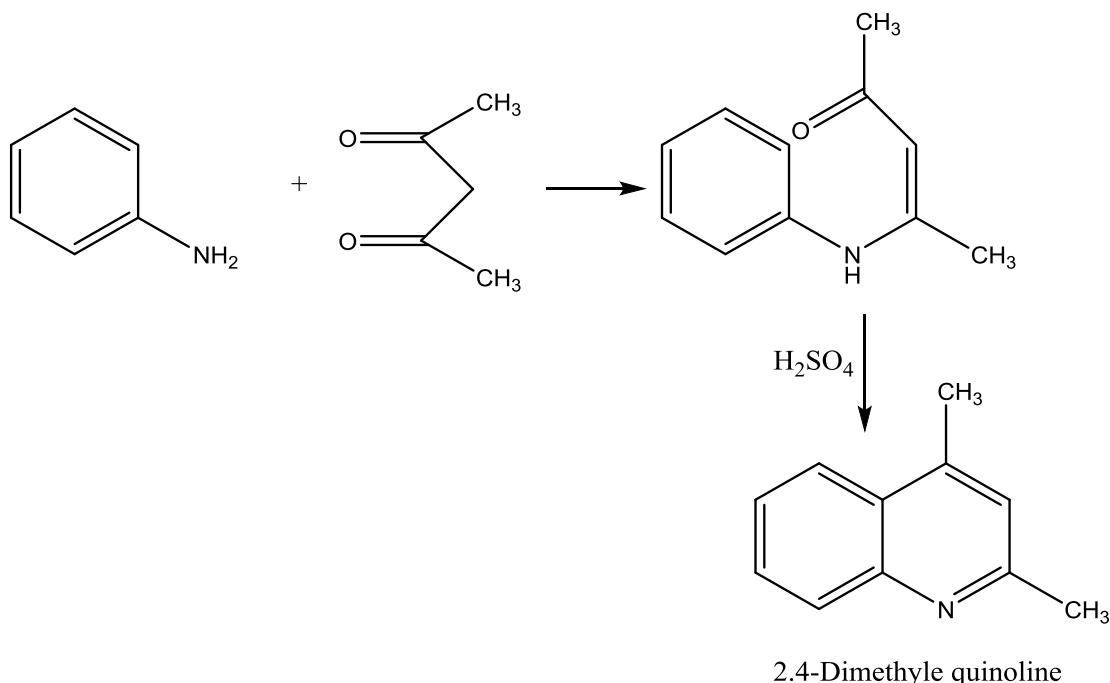


Schéma réactionnel 3: Synthèse de la quinoléine par combes [8]

La quinoléine a été synthétisée par Gould-Jacob et al en 1939 [9]. Dans cette synthèse, la 4-hydroxyquinoléine est préparée à partir de l'aniline et de l'éthoxyméthylène malonate de diéthyle comme c'est illustré dans le schéma réactionnel 4 :

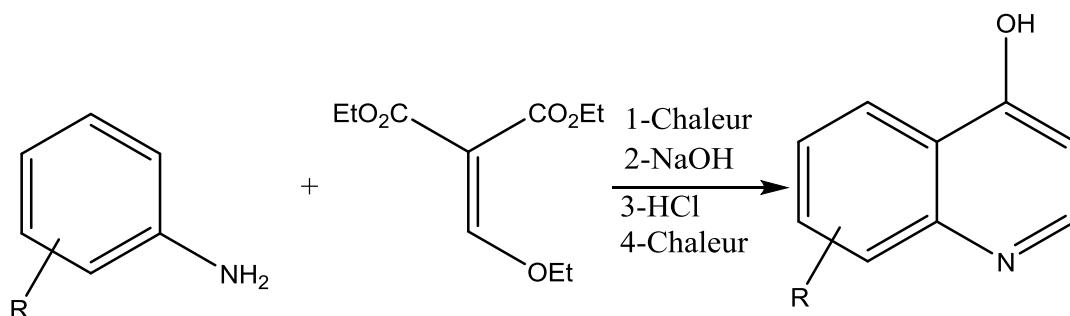


Schéma réactionnel 4:Synthèse de la quinoléine par de Gould-Jacobs[9]

a- Synthèse de Conrad-Limpach :

Vers la fin du XIX Max Conrad et Léon hard Limpach [10] ont synthétisé la quinoléine par condensation de l'aniline avec l'ester acétylacétique ,avec la formation de l'minoester qui est en équilibréautomérique avec la forme iminoénol .pour donner la quinolin -4-one [11] . Le schéma réactionnel 5 montre clairement cette synthèse .

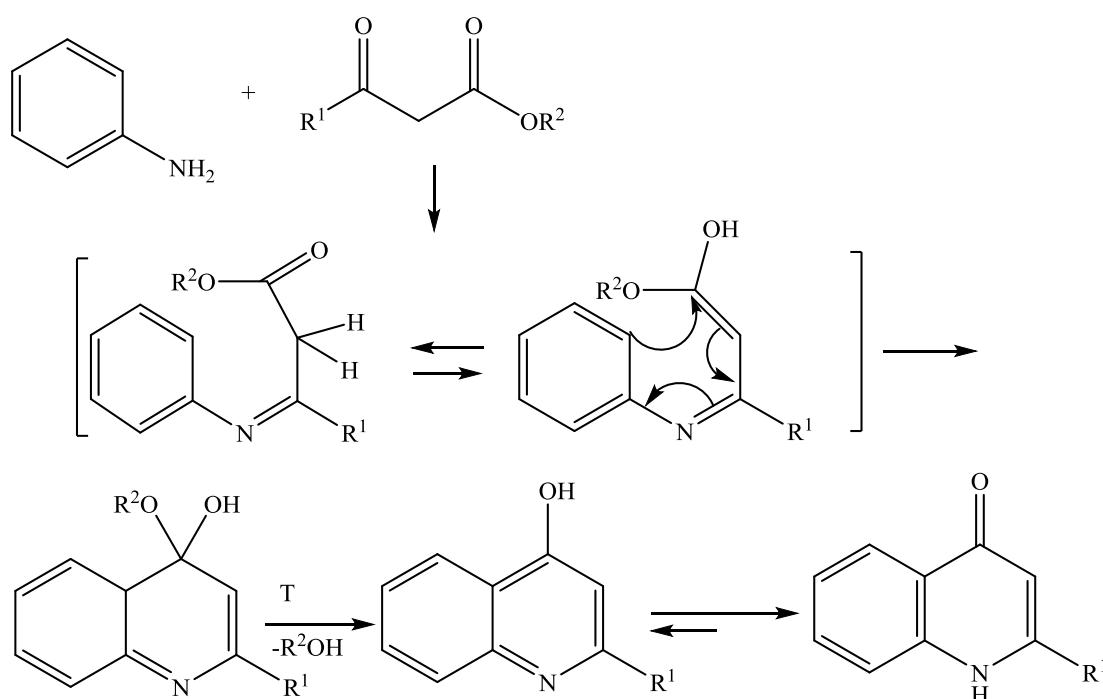


Schéma réactionnel5:Synthèse de la quinoléine par Conrad-Limpach

IV- 4 -Utilisations de la quinoléine et ses dérivés:

La quinoléine et ses dérivés sont devenus une classe importante de composés aromatiques hétérocycliques . qui se trouvent dans de nombreux produits naturels ,en particulier les alcaloïdes.La quinoléine et ses dérivés possèdent des propriétés antipaludiques , antimicrobiennes , antiasthmatique , antiallergiques et bien d'autre . Compte tenu de son large

Eventail de capacités pharmacologiques ,elle a suscité l'intérêt des chimistes depuis sa découverte Afin d'examiner ses applications possibles, De nombreuses expériences ont été menées pour synthétiser ces composées. Avec le temps, de nombreuses modifications ont été apportées à la synthèse d'une variété de hybrides de quinoléine afin d'améliorer ses applications biologiques et médicales et plus précisément dans les plantes médicinales [12].

V- Généralité sur les plantes médicinales et aromatiques :

La plante,organisme vivant, marque son identité par des spécificités morphologiques, à l'origine de la classification botanique, mais aussi biochimiques, liées à des voies de biosynthèses inédites, représentant l'intérêt de l'usage des plantes médicinales [13].C'est-à-dire qu'elles sont présentées pour leurs propriétés préventives ou curatives à l'égard des maladies humaines ou animales [14].Les plantes médicinales.sont des utilisées en médecine traditionnelle dont au moins une partie possède des propriétés médicamenteuses[15]parmi les plantes usages médicinales les plusrépandus, on cite entre autres le gingembre ,le thym ; la cannelle ,lecurcumine, la lavande , la menthe, le cumin le pin , le romarin le clou de girofle....et eucalyptus et sera l'objet de notre étude .



Figure7 : Gingembre



Figure8 : Cumin



Figure9 : Curcumine



Figure10 : Romarin



Figure 11 : Lavande



Figure12: Menthe



Figure13 : Cannelle

VI -Généralité sur l' Eucalyptus :

L'Eucalyptus appartient à la famille des Myrtacée ils sont originaires de nombreux pays et principalement d'Australie il a été découvert en 1792 [16].Dans le monde Ils comptent environ 600 à 700 espèces et variétés Ce sont des arbres et des arbustes [17]En 1860L'eucalyptus a été introduit en Algérie , les zones d'introduction ont été tellement favorable qu'on a assisté à des croissements naturels qui ont donné des hybrides dont l'Eucalyptus Algériens. Dans les années 40 et 50 les eucalyptus furent introduits dans 18 arboretums couvrant les étages bioclimatiques humides et semi-arides. Pendant les années 60 à 70, les reboisements à base d'eucalyptus ont concerné notamment tout le territoire national et ceci afin de répondre aux besoins nationaux en produits ligneux et papetiers [18-19].

VI-1-Description de l'arbre :

L'arbre de L'eucalyptus mesure environ 25 mètres de hauteur et peut atteindre entre 35 et 40 mètres Il a un port droit et peu ramifié. L'écorce du tronc est lisse, légèrement fissurée en bas, et de couleur blanc, gris ,beige ou saumon. Les feuilles sont ovales, vertes et opposées. Les feuilles adultes sont simples et lancéolées, de couleurs vertes à vert foncé, longues et larges, Les bourgeons sont ovales et pointus, avec une enveloppe ronde,et mesurent entre 10 et 12 mm de long et entre 4 et 5 mm de large [20].



Figure 14:feuilles de l'eucalyptus.

Les fruits sont arrondis, de 10 à 12 mm de long et de 7 mm de large Les graines sont noires, petites et rondes.



Figure15 :fruits de l'eucalyptus.

VI-2Utilisations de l'Eucalyptus :

Les Eucalyptus sont très importants leurs feuilles, leurs fruits, leurs tiges et même leurs l'écorce comportent du tanins,des résines et huiles essentielles qui ont des applications très importantes [21] .L'Eucalyptus est utilisé dans la médecine traditionnelle asiatique dans de nombreuses maladies.Les Aborigènes Australiens utilisent traditionnellement les feuilles d'eucalyptus pour guérir les plaies et les infections fongiques. Les extraits de feuilles d'eucalyptus ont été approuvés en tant qu'additifs alimentaires et sont également utilisés dans les formulations cosmétiques. la pièce maîtresse de l'Eucalyptus réside dans ses huiles essentielles [22].

VII-Généralités sur les huiles essentielles :

Une huile essentielle HE se forment dans un grand nombre de plantes est un mélange très complexe de substances chimiques, liquide à température ambiante. Il s'agit de substances odorantes, volatiles, de consistance huileuse, très concentrées, offrant une forte concentration en principes actifs [23].Les huiles essentielles ont à toute époque, occupent une place importante dans la vie quotidienne de l'homme elles sont utilisées autant pour se parfumer, aromatiser l'alimentation ou même se pour soigner [24].

VII-1-L'huile essentielle d'Eucalyptus :

Les huiles essentielles de l'Eucalyptus engendrées dans des feuilles et des fruits. Sont composés du 1,8-cineole, camphène, α -pinène, globulol, β -pinène, p-cymène, myrcène, g-terpinène, a-terpineol et le limonène.Une étude portugaise a révélé la présence de 33 composés dans les huiles essentielles du fruit dont les monoterpènes, les sesquiterpènes. Le composé majoritaire identifié est l'aromadendrène, suivi de phellandrène, 1,8-cineole, ledène et du globulol . 47 composés ont été identifiés dans les huiles essentielles des feuilles : le composé majoritaire est le 1,8-cinéole avec une concentration de 70 à 85% [25], plus les monoterpènes (alpha-pinène, β -pinène, δ -limonène, para-cymène, camphène, alphaphellandrène, alphafenchène, γ terpinène), les sesquiterpènes (aromadendrène, alloaromadendrène), les alcools (eudesmol, alpha-terpineol, globulol, pinocarveol), les aldéhydes (citral, myrtenal), les cétones (carvone, pinocarvone, verbenone) et l'acétate de geranyl [26].

VII-2- Utilisation des huiles essentielles de l'eucalyptus :

La présence d'un nombre importants de composés dans les HE de l'Eucalyptus, leurs confèrent une majeure importance aussi bien dans le domaine médicale que pharmaceutique ,ils sont utilisés :

- Dans de nombreuses Allergies [27] et les Bronchites .
- Dans la Congestion des voies respiratoires, des poumons et de la poitrine qui rendent la respiration difficile .
- Dans Asthme [28].
- Comme Stimulant et antiseptique [28].
- Comme Anti malarique [29].
- Dans le soulagement les douleurs rhumatismales [30].

Les huiles essentielles sont extraites par différentes méthodes soit traditionnellement soit au laboratoire

VIII-Différente méthodes d'extraction :

a-Macération :

La macération est une technique couramment appliquée ,elle consiste à faire tremper les matières végétales, généralement sous forme de poudre ou de particules grossières, dans un récipient ferme hermétiquement, qu'on laisse reposer à température ambiante ($\pm 25^{\circ}\text{C}$) pendant au moins 72 heures en le secouant de temps à autre [31,32]. Le processus est conditionné pour ramollir et briser la paroi cellulaire de la plante afin de libérer les métabolites bioactifs solubles .Après 3 jours, le mélange entier est pressé et tamisé par filtration à l'aide de papier filtre [33].

b-Infusion :

L'infusion utilise le même principe que la macération.Les infusions fraîches sont préparées en faisant macérer les plantes pendant une courte période dans de l'eau froide ou bouillante [34].

c-L'hydro distillation et l'hydro distillation sous pression :

L'hyrodistillation c'est une distillation d'un mélange hétérogène par entraînement à la vapeur d'eau et d'un liquide organique qui contient HE .par contre l'hydrodistillation sous pression.est une technique qui permet d'obtenir des HE difficilement entraînables à la vapeur d'eau; la pression permet d'économiser de la vapeur d'eau et elle augmente la production pour un même volume d'appareillage [35]

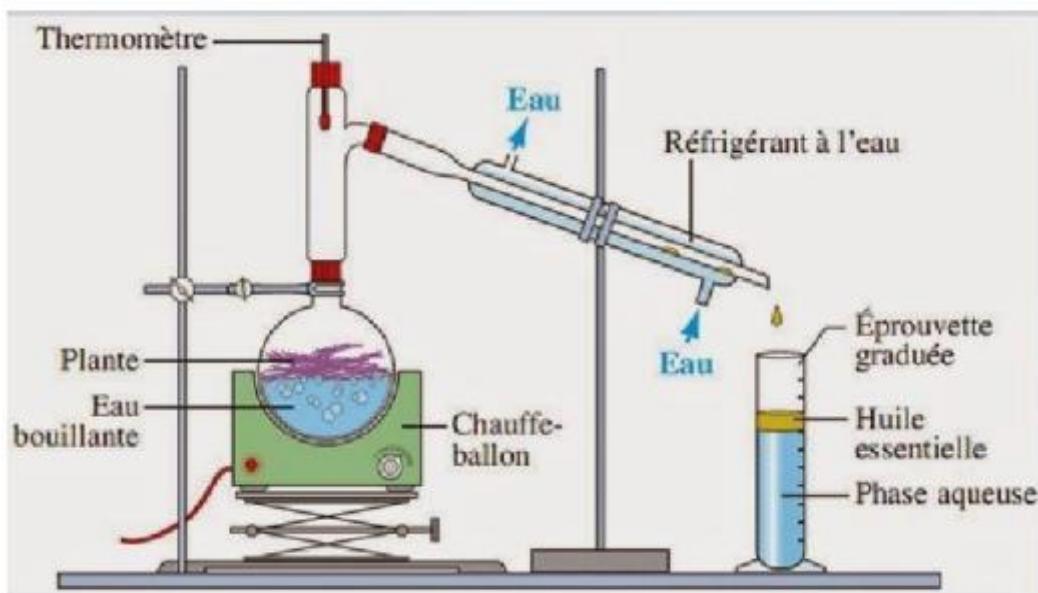


Figure16 : Montage d'hydro distillation.

d-L'hydro diffusion :

L'hydrodiffusion est une variante de l'entraînement à la vapeur. Le principe de l'extraction est basé sur l'action descendante d'un flux de vapeur qui traverse le végétal. L'hydrodiffusion présente l'avantage de ne pas mettre en contact le matériel végétal et l'eau. De plus, l'hydrodiffusion permet la réduction de la durée de la distillation et par conséquent, une économie d'énergie par rapport à la technique précédente où le courant de vapeur est ascendant [36]

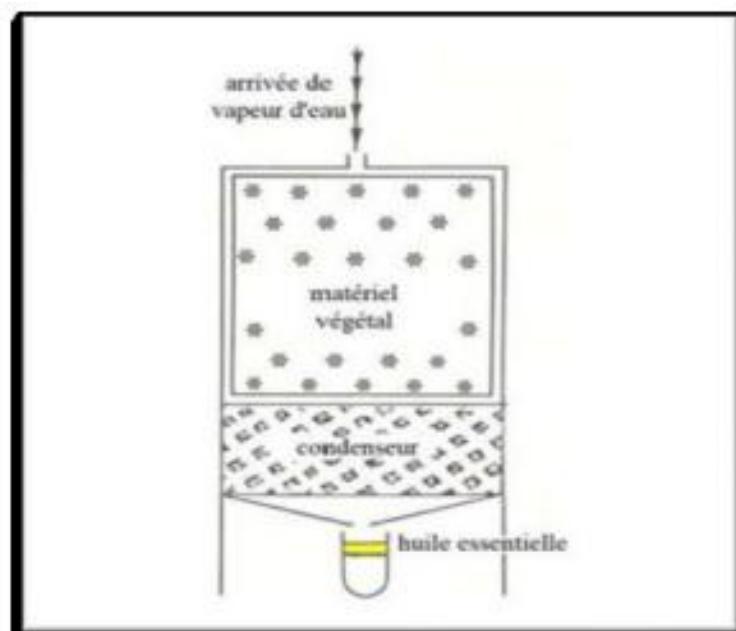


Figure17 : Principe d' hydro diffusion.

e -Distillation à la vapeur :

L'huile de la plante est distillée dans ce processus les fleurs ou les plantes sont placées sur un tamis, de la vapeur d'eau passe à travers l'espace et l'essence devient chargée, la vapeur passe ensuite dans le condenseur où la vapeur est refroidie. Afin de récupérer huile essentielle [37] Les HE récupérés par les différentes techniques de distillation seront par la suite utilisées dans d'éventuelles applications tel que l'activité biologique ,anti oxydantes ou anti bactérienne qui l'objet de notre travail dans le chapitre III.

Chapitre II :

**Synthèse de la quinoléine en
catalyse homogène et
hétérogène**

I- Introduction :

La quinoléine et ses dérives existent sous plusieurs structures différentes. elles constituent une classe importante hétérocycles qui possèdent une gamme de différentes activités, elles font l'objet d'une recherche intense dont la possibilité que cette classe de molécules pourrait être entre autre une source de médicaments pour le traitement de plusieurs maladies. Le mécanisme mis en jeu dans la synthèse de ces molécules hétérocycliques dépendent des différents facteurs utilisés tels que la structure de l'hétérocycle, la température, le solvant ainsi que le catalyseur présent dans le milieu réactionnel.

II- Catalyseurs :

Un catalyseur est une espèce chimique.Capable d'exercer sur l'évolution d'une transformation thermodynamiquement possible, un effet accélérateur et un effet d'orientation.

- Le catalyseur peut être un solide, un liquide ou plus rarement un gaz.
- Le catalyseur ne figure pas dans l'équation de la réaction ; il n'influence pas le sens d'évolution de la transformation, ni la composition du système dans l'état final, il existe deux types de catalyseur .

II-1- Catalyseur Homogène :

Un catalyse est dit homogène lorsqu'il forme une seule phase ,avec les réactifs La vitesse de la réaction augmente lorsque la concentration (molaire ou massique) en catalyseur augmente. Le catalyseur intervient au cours de la transformation chimique, mais il est régénéré

II-2- Catalyseur Hétérogène :

Lorsque le catalyseur constitue une phase distincte de la phase réactionnelle, la catalyse correspondante est qualifiée d'hétérogène , le catalyseur est un solide et c'est par contact avec ce solide que se transforment les réactifs gazeux ou liquides d'où l'expression « catalyse par contact » que l'on utilise encore pour désigner la catalyse hétérogène [38]. En effet, plus la surface de contact entre le catalyseur et les réactifs est élevée, et plus la réaction est rapide.

Les catalyseurs hétérogènes sont très remarquables par rapport aux catalyseurs homogènes:

- ❖ Le catalyseur est aisément séparable du milieu réactionnel. Dont le plus souvent recyclable.
- ❖ Le catalyseur solide est moins corrosif que certains catalyseurs homogènes tels que les acides• minéraux concentrés [39]
- ❖ Le catalyseur solide est moins couteux
- ❖ Le catalyseur solide est écologique respecte les législatives de l'environnement .

Parmi les catalyseurs hétérogènes solides qui répondent à tous ces avantages on cite entre autre les argiles

III- Les Argiles:

III-1- Définition :

L'argile est une roche sédimentaire, est essentiellement constituée de silicates d'alumine hydratés, dans lesquels sont imbriqués des éléments minéraux qui lui donnent sa coloration ; se sont des smectites à structure feuilletee phyllosilicates ou structure fibreuse sépiolite et palygorskite qui explique leurs qualités d'absorption et leur plasticité [40] Ces éléments présents en quantités réduites sont des oxydes d'alumine, de titane, de calcium, de magnésium, de potassium et de sodium.....[41].

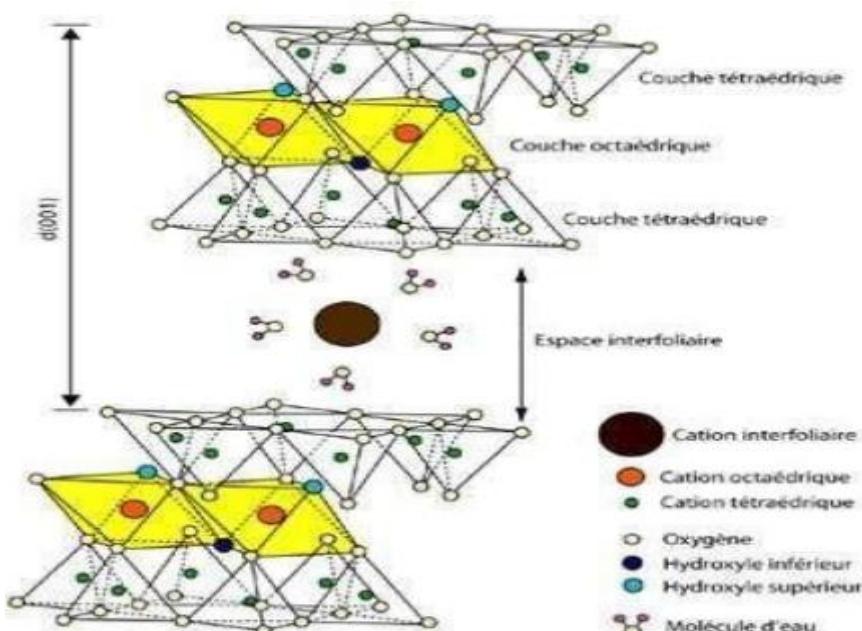


Figure 18 :Représentation schématique d'un feuillet de phyllosilicate

III-2 - Différents types d'argiles:

La kaolinite, l'illite, la chlorite, la vermiculite , la bentonite et la montmorillonite sont les minéraux argileux les plus communs: la classifications des argiles est basée sur l'épaisseur et la structure du feuillet. On distingue ainsi quatre groupes .

- ✓ Minéraux à 7 Å: Le feuillet est constitué d'une couche tétraédrique et d'une couche octaédrique. Il est qualifié de T:O ou de type 1:1.
- ✓ Minéraux à 10 Å: Le feuillet est constitué de deux couches tétraédriques et d'une couche octaédrique. Il est qualifié de T:O:T ou de type 2:1.

- ✓ Minéraux à 14 Å: Le feuillet est constitué de l'alternance de feuillets T:O:T et de couches octaédriques interfoliaires [42]

III-3- Structure des argiles:

Les différents types d'argiles tels que les kaolinites, les illites, les chlorite, et les vermiculites . Sont caractérisées chacune par leur structure :

III-3-1- Structure de la Kaolinite:

La kaolinite se présente sous forme de particules hexagonales constituées par des empilements de feuillets $(\text{Si}_2)(\text{Al}_2)\text{O}_5(\text{OH})_4$ le feuillet de la kaolinite est toujours neutre, di octaédrique et alumineux.

III-3-2- Structure de l'illite :

L'illite Appartient à la famille des phyllosilicates 2:1. Les feuillets possèdent une charge global négative de structure $(\text{K},\text{H}_3\text{O})(\text{Al},\text{Mg},\text{Fe})_2(\text{Si},\text{Al})_4\text{O}_{10}[(\text{OH})_2,\text{H}_2\text{O}]$ L'illite a une capacité d'échange cationique faible. Il n'y a pas d'hydratation des espaces inter foliaires.

III-3-3- Structure de la chlorite:

Les chlorites de structure $(\text{Mg}, \text{Al}, \text{Fe})_6[(\text{Si}, \text{Al})_4\text{O}_{10}] (\text{OH})_8$ appartiennent à la famille des phyllosilicates 2:1:1. Leur structure se compose d'un feuillet 2:1 .

III-3-4- Structure de la vermiculites:

Les vermiculites de structure $(\text{Mg}, \text{Ca})(\text{Mg}, \text{Fe}, \text{Al})_6(\text{Al}, \text{Si})_8\text{O}_{22}(\text{OH})_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$. appartiennent à la famille des phyllosilicates 2:1. Elles sont majoritairement trioctaédriques. Les feuillets sont caractérisés par un déficit de charge plus important. Le déficit de charge est essentiellement dû aux substitutions tétraédriques et la compensation est assurée dans l'espace inter foliaire par des cations (Mg^{+2} principalement) et des couches d'eau [43].

III-4 - Montmorillonite :

la montmorillonite est la smectite la plus connue, la plus étudiée et la plus abondante des minéraux di-octaédriques avec un phyllosilicate de type 2:1 (TOT) [44]. Elle possède une granulométrie très fine inférieur à 2 µm [45]. L'épaisseur d'un feuillet est d'environ 10 Å . La montmorillonite c'est une smectitephyllosilicate est un minéral argileux de type TOT dont le feuillet élémentaire est composé d'une couche d'alumine comprise entre deux couches de silice [46].

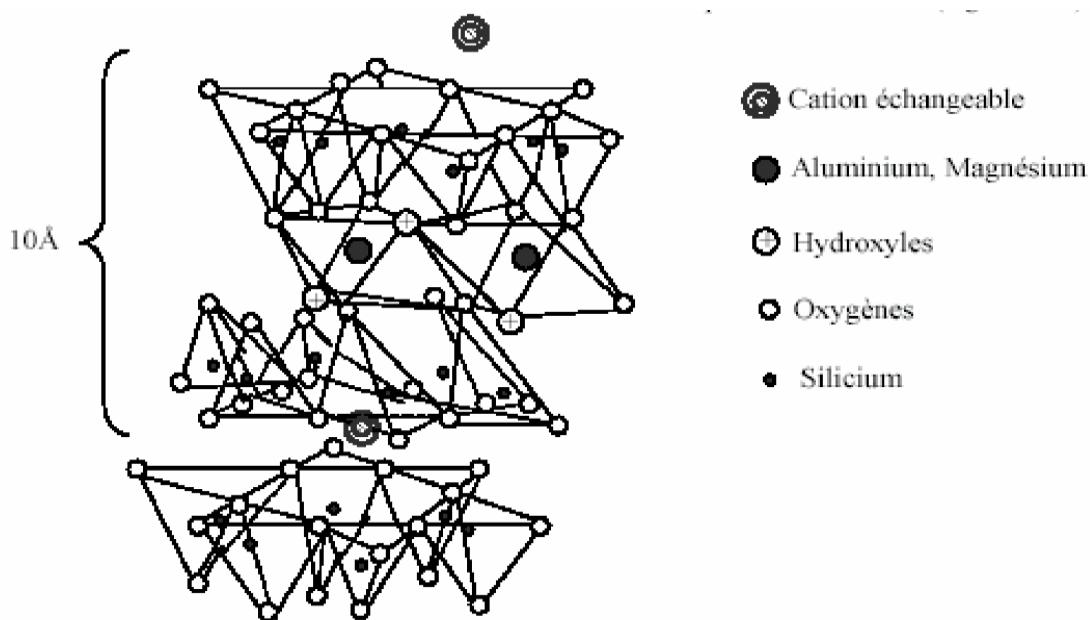
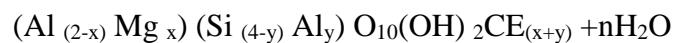


Figure 19 : Structure de la Montmorillonite [47]

III-4 -1 Structure de la Montmorillonite :

La montmorillonite est un minéral composé de silicate d'aluminium et de magnésium hydraté, de formule générale $M^{+n} x/n. y H_2 O[Al_{4.0-x} Mg_x] (Si_{8.0})O_{20}(OH)$. La Montmorillonite répond à la formule générale suivante [48]



III-4-1-a-Unités structurales tétraédriques :

L'unité structurale tétraédrique est formée d'un tétraèdre au sommet duquel quatre ions d'oxygènes (O^{2-}) enserrant un ion de silicium (Si^{4+}), équidistant à chacun deux.

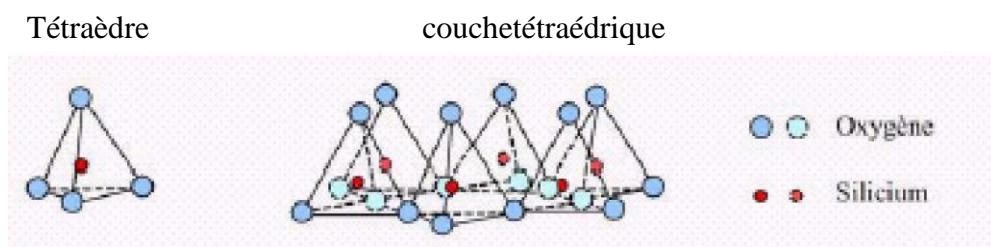


Figure 20 : Structure tétraédrique de la Montmorillonite

III-4-1-b- Unités structurales octaédriques :

L'unité structurale octaédrique est formée d'un octaèdre au centre duquel un ion d'aluminium (Al^{3+}) ou de magnésium (Mg^{2+}) est équidistant aux six hydroxydes (OH^-) aux sommets. Ces octaèdres se combinent pour former des couches planes dites couches octaédriques et la liaison avec la couche tétraédrique se font au niveau des oxygènes.

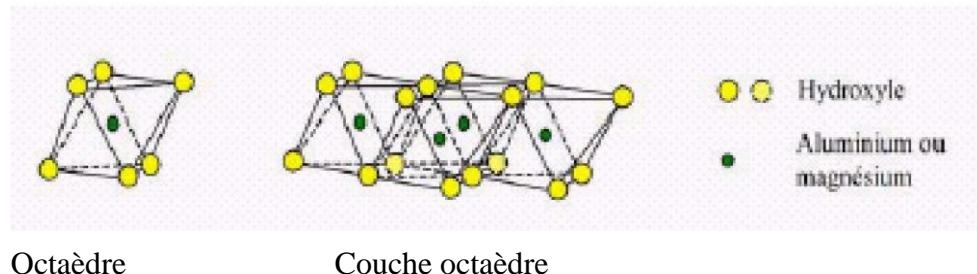


Figure 21 : Structure octaédrique de la Montmorillonite [47]

III-4 -2- Propriétés de la montmorillonite :

Dans la nature il existe des montmorillonites qui sont riches en sodium, et d'autres en calcium, potassium ou magnésium

En étudiant le comportement de la montmorillonite vis-à-vis de l'eau on constate plusieurs caractères :

- L'adsorption.
- La dispersion.
- L'hydratation et le gonflement.
- La capacité d'échange.
- La colloidalité (elle est ultra fine).

La grande surface spécifique est due à la subdivision des particules de la montmorillonite [49]

III-4-3-Utilisation de la montmorillonite :

La montmorillonite est un excellent produit de forage pour les parois d'étanchéité, un additifs pour ciment, agent de suspension, agglomération des aliments pour bétails ; traitement des décharges, etc.

III-4-4-Activation acide de la montmorillonite :

L'activation des argiles par l'attaque aux acides a fait l'objet de nombreuses études [50,51]. Les différentes recherches ont aboutis aux résultats suivants :

- Élimination de certaines impuretés (calcaires)
- Élimination de l'eau et des cations métalliques

- Augmentation de la porosité de la surface spécifique
- Changement de la structure cristalline
- Possibilité d'élimination des ions hydroxyles (OH) du réseau cristallin
- Remplacement de l'aluminium (Al_2O_3) par l'hydrogène et passage du Fe, Al, et Mg en solution.
- Remplacement des cations échangeables tel que Ca^{2+} , Na^{2+} par le proton H^+
- Apparition de défectuosité dans la structure cristalline
- Augmentation de l'activité de l'argile due à la porosité de SiO_2 libre.

Cependant une activation acide poussée peut aussi avoir un effet négatif sur l'efficacité catalytique dans des réactions chimiques [52].

En Algérie, il existe plusieurs gisements d'argiles parmi les plus importants celui de Maghnia (Tlemcen) au nord-ouest du pays.

On note que l'argile de Maghnia est constituée d'un important pourcentage de Montmorillonite. Elle est commercialisée sous le nom de « Maghnite » elle est activée par une solution d'acide sulfurique H_2SO_4 (023M) pour donner la Maghnite- H^+ .

Afin de connaître le type et la structure de la Maghnite, Belbachir *et al.* [53, 54-55] l'ont étudié en utilisant différentes techniques d'analyses telles que l'Infrarouge, la résonance magnétique nucléaire du solide (RMN ^{27}Al)(RMN ^{29}Si), la diffraction de rayons X (DRX), l'analyse élémentaire et la BET.

Ils ont aboutis aux résultats suivants :

- ❖ La Maghnite appartient à la famille de la Montmorillonite
- ❖ La surface spécifique de la Maghnite est de $48.40 \text{ m}^2/\text{g}$
- ❖ La surface spécifique de la Maghnite- H^+ est de $196.19 \text{ m}^2/\text{g}$

Dans notre étude nous nous sommes intéressés à la synthèse de la quinoléine par la méthode de Skraup [5] nous avons travaillé en catalyse homogène en utilisant H_2SO_4 comme catalyseur nous avons utilisé le même procédé que celui de Skraup pour la synthèse de la quinoléine, et afin de comparer nos résultats avec ceux de la littérature nous avons synthétisé la quinoléine en présence d'un catalyseur hétérogène la Maghnite- H^+ qui est moins coûteux, disponible et aussi remarquable par ses propriétés économiques et écologiques.

IV--Partie expérimentale :

On s'intéresse dans cette partie à la synthèse de la quinoléine en catalyse homogène et hétérogène

IV-1- Produits utilisés :

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

	FormuleBrute	Masse Molaire g.mol ⁻¹	T°C Fusion	T° C Ebullition	Densité	N° CAS
Sulfate defer(II) Heptahydrat	FeSO ₄ .7H ₂ O	278,01	56.6			7782-63-0
Glycerol	C ₃ H ₈ O ₃	92.09	18,2	290	1.22	56-81-1.
Aniline	C ₆ H ₇ N	93.13	-6	148.1	1.02	62-53-3
Nitrobenzène	C ₆ H ₅ NO ₂	123 ,10	6	211	1.20	98-95-3
Acide sulfurique	H ₂ SO ₄	98,07	10,31	337	1,83	7664-93-9
Nitrite de sodium	NaNO ₂	68,995	280	320	2,2	7632-00-0
Hydroxyde de sodium	NaOH	40	318	139		1310-73-2
Diethyl èther	C ₄ H ₁₀ O	74 ,12	-116	34,6	0,71	60-29-7

IV-2 -Mode Opératoire

IV-2 -1- Synthèse de quinoléine par catalyseur homogène :

a- Manipulation :

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



Figure22:Montage de chauffage à reflux.

Le mélange est refroidit à température ambiante on lui ajoute 50ml d'eau. Pour récupérer la quinoléine synthétisée on a procéder à un entraînement à la vapeur une température d'ébullition 119°C .



Figure23 :Montage d'hydro distillation.

Une solution aqueuse à 2,5% de nitrite de sodium est ajoutée par pérification au mélange réactionnel, on remarque l'apparition d'une coloration violette .Le mélange est réchauffé à reflux pendant 30 min

Après avoir préparé une solution aqueuse à 0.3% d'hydroxyde de sodium, on ajoute la solution de soude au mélange réactionnel précédent. En fin du Protocol et pour éliminer toute trace impuretés une distillation a été réalisée le produit obtenu est un liquide de couleur jaune.
le rendement du produit synthétisé est calculé par simple pesée

$$R = \frac{m_{ex}}{m_{th}} \times 100$$

$$n_{\text{aniline}} = \frac{m}{M} = \frac{12.3}{93.126} = 0.132 \text{ mol}$$

$$n_{\text{glycerol}} = \frac{m}{M} = \frac{50}{92.093} = 0.542 \text{ mol}$$

$$n_{\text{nitrobenzene}} = \frac{m}{M} = \frac{9.6}{123.109} = 0.07 \text{ mol}$$

$$m_{\text{th}} = n_{\text{aniline}} \times M_{\text{quinoléine}} = 0.132 \times 129.158 = 17.048 \text{ g}$$

$$= 0.132 \times 129.158 = 17.048 \text{ g}$$

$$R = \frac{2.9}{17.048} \times 100 = 17.01\%$$

b- Mécanisme réactionnel :

La synthèse Skraup de la quinoléine répond de mécanisme réactionnel suivant :

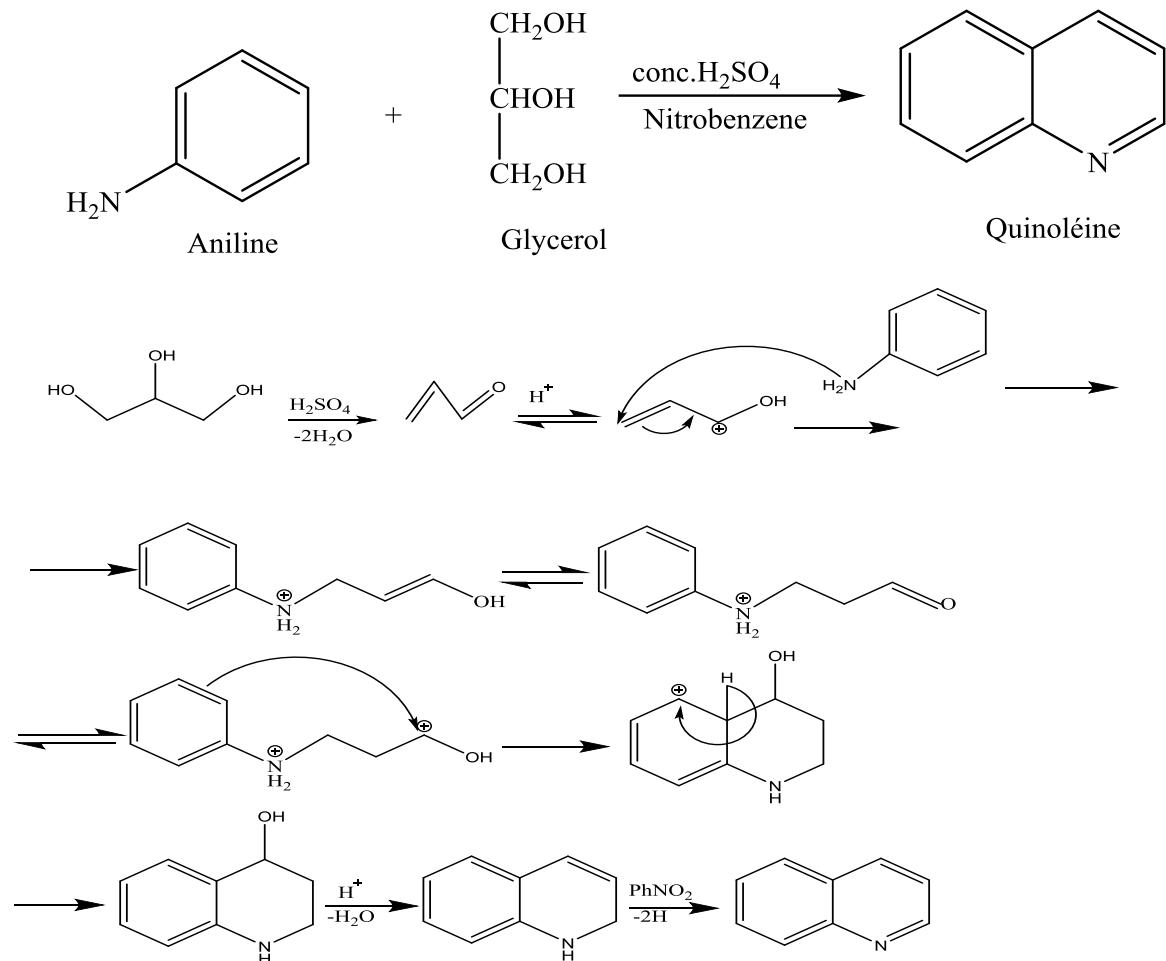


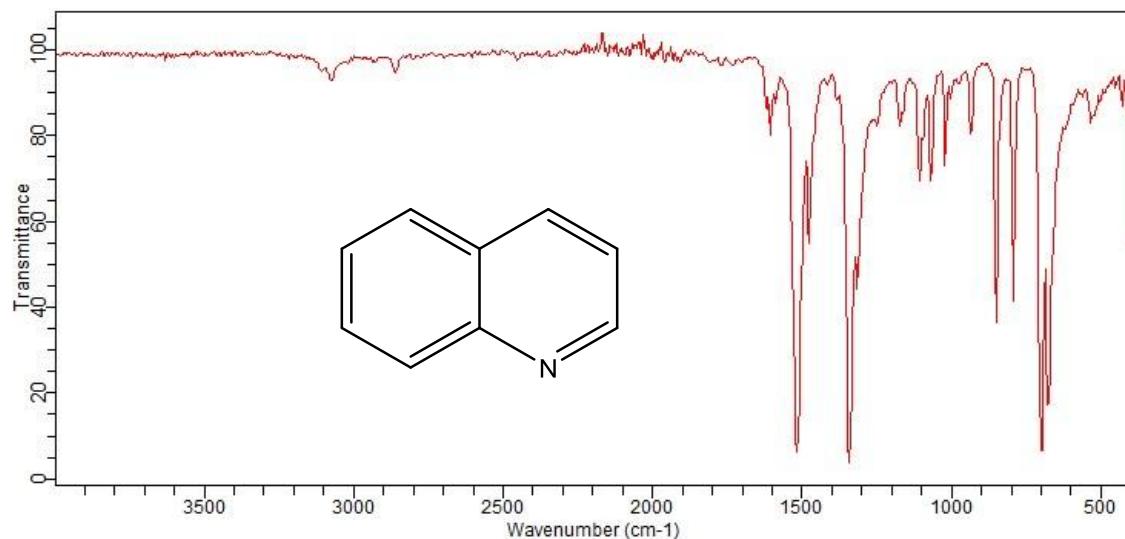
Schéma réactionnel 6 : Synthèse de la quinoléine par la réaction de Skraup [6].

IV-2-2-Propriétés physico-chimique de la quinoléine :

Tableau 2: Propriétés physico-chimiques de la quinoléine

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

La quinoléine synthétisée a été caractérisée par spectroscopie infra rouge à l'université de Saïda sur un Agilent Technologies comme c'est montré dans le spectre de la figure ci dessous :


Figure 24 :Spectre IR du produit synthétisé par H₂SO₄

IV-2-3- interprétation :

D'après le spectre IR , de la quinoléine synthétisée on remarques la présence des différentes bandes :

- Bande 700cm⁻¹ qui correspond à déformation du groupement =C-H.
- Bande 900cm⁻¹ qui correspond à déformation du groupement =C-H.
- Bande entre 3080-3030cm⁻¹ qui correspond à l'elongation du groupement =C—H
- Bandes à 1600, 1510 cm⁻¹ qui correspondent à l'elongation C=C aromatique.

- Bande d'absorption située à 830cm^{-1} correspondant =C-H.
- Bande d'elongation entre $1330\text{-}1250\text{cm}^{-1}$ correspondant à C—N amine aromatique

V- Synthèse de la quinoléine par catalyseur hétérogène :

V-1- Préparation du catalyseur :

Dans un Becher on dissous 30g de maghnite bien broyée dans 170ml d'eau distillée, et on laisse le contenu sous agitation magnétique, pendant 2h à température ambiante D'autre part, on prépare 100 ml d'une solution d'acide sulfurique à 0.23M. qu'on additionne au mélange précédent sous agitation pendant deux jours à température ambiante. Par la suite, on sépare l'eau de la maghnite à l'aide d'une centrifugeuse et afin d'éliminer toute trace d'acide, la Maght- H⁺ est lavée plusieurs fois à l'eau distillée jusqu'à neutralisation du filtrat (PH=7) , elle est séchée à l'étuve à 130 C° pendant 2 jours jusqu'à obtention d'un poids constant . elle est ensuite, broyée sous forme d'une poudre très fine et conservée dans un flacon fermé hermétiquement.



Figure 25: Préparation de l'argile.

V-2- Synthèse de la quinoléine par la Maght-H+

Afin de comparer les résultats de la synthèse de la quinoléine catalysée précédemment par H₂SO₄, on procède à la synthèse de la quinoléine par la Maght-H+ activée le même protocole a été réalisé :

Dans un ballon bicol, on introduit 6.1g de Maght -H+ (10%) bien séchée ,on lui ajoute 5g de sulfate de fer (II) heptahydraté et 50 g de glycérol anhydre, et 12,3g d'aniline puis 9.6g de nitrobenzène .Le produit obtenu est agité manuellement .La réaction est chauffée 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.

Ensuite on procède à la préparation de solution aqueuse à 2.5% de nitrite de sodium qu'on ajoute par petites portions sous vive agitation au mélange réactionnel, on remarque.

L'apparition d'une coloration violète ensuite. le mélange est réchauffé à reflux pendant 30 min Après avoir préparé une solution aqueuse à 0.3% d'hydroxyde de sodium, on ajoute la solution de soude au mélange réactionnel précédent. Après distillation le produit synthétisé c'est un liquide de couleur jaune



Figure26 : Synthèse de la quinoléine par la Maght-H +

Le rendement est calculé par simple pesée :

$$R = \frac{m_{\text{exp}}}{m_{\text{theorique}}} \times 100$$

$$n_{\text{aniline}} = \frac{m}{M} = 12.3 / 93.126 = 0.132$$

$$n_{\text{Gly}} = 50 / 62.093 = 0.542 \text{ mol}$$

$$m_{\text{théorique}} = n_{\text{aniline}} \times M_{\text{quinoléine}} = 0,132 \times 129,158 = 17.048 \text{ g}$$

$$R = \frac{4.59}{17.048} \times 100 = 26.92\%$$

V-3- Caractérisation du produit synthétisé par IR :

Afin de déterminer les différentes fonctions du produit synthétisé on réalise une analyse par IR comme c'est montré dans le spectre suivant :

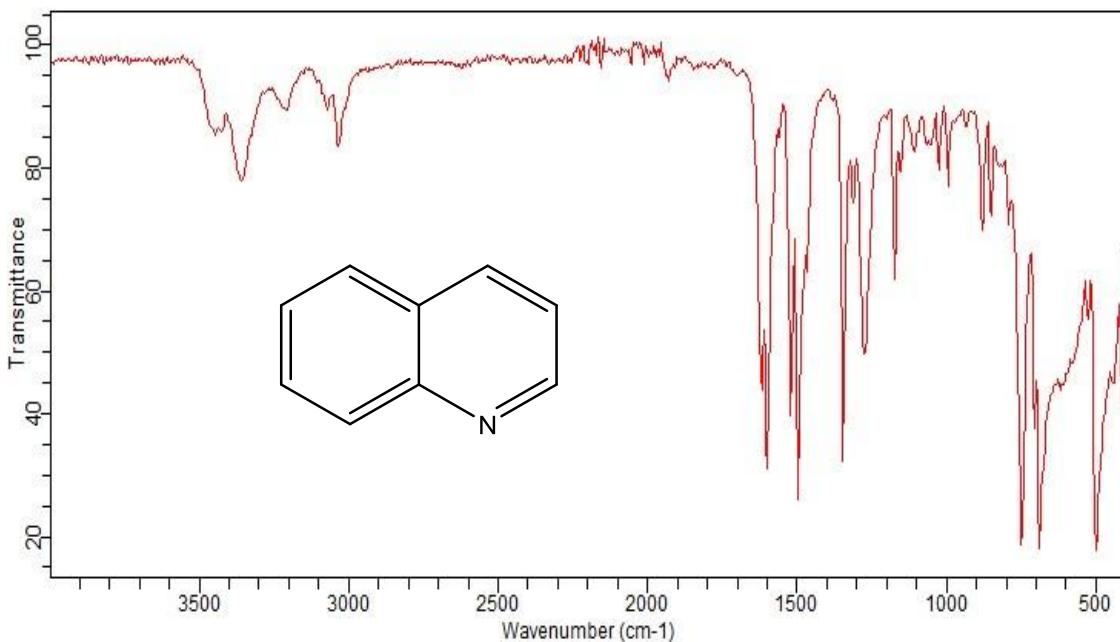


Figure 27: Spectre IR du produit synthétisé à 10% de Maght – H+

Interprétation

D'après le spectre ,on remarque la présences des différentes bandes :

- Bandes entre 700-750 cm⁻¹ qui correspondent à la =C-H de déformation aromatique
- Bande à 1350 cm⁻¹ qui correspond à la C –N d'elongation d'une amine aromatique
- Bandes entre 1600-1500cm⁻¹ qui correspondent à la C=C d'elongation aromatique.

On remarque que notre spectre est identique à celui de la littérature ‘SDBS ce qui prouve que notre produit synthétisé est bien la quinoléine

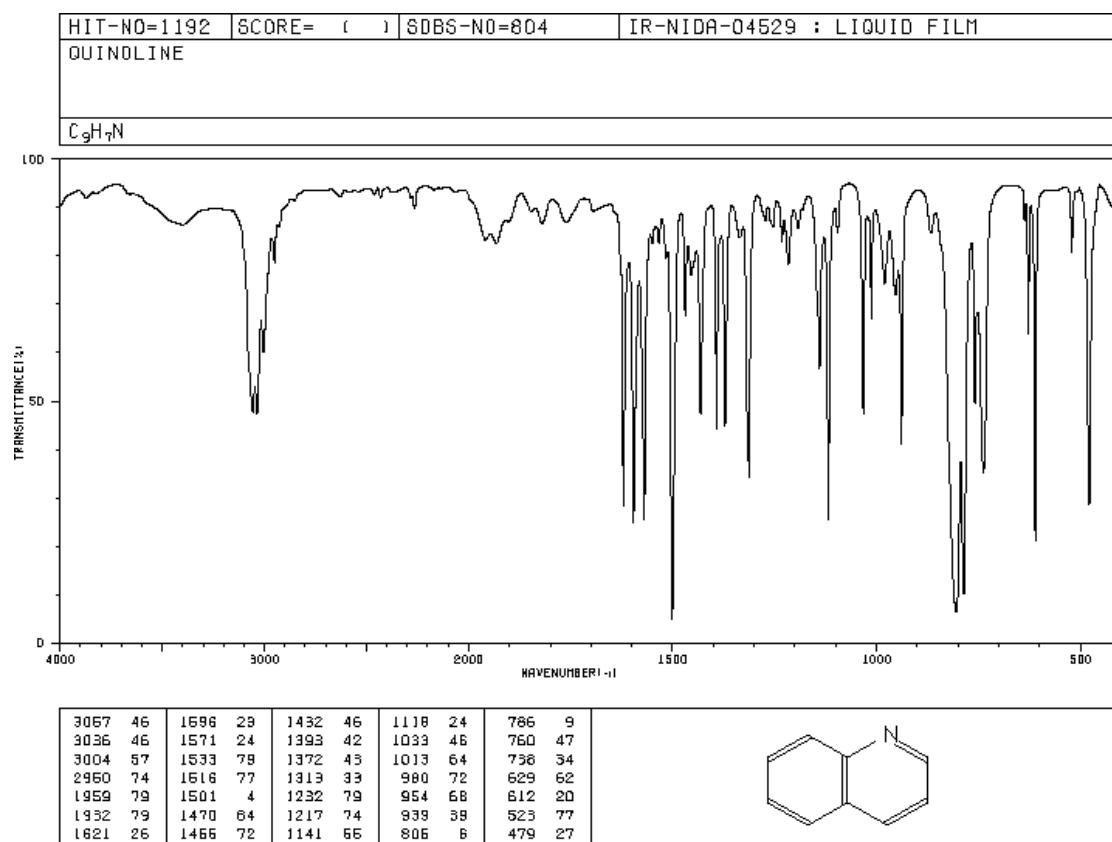
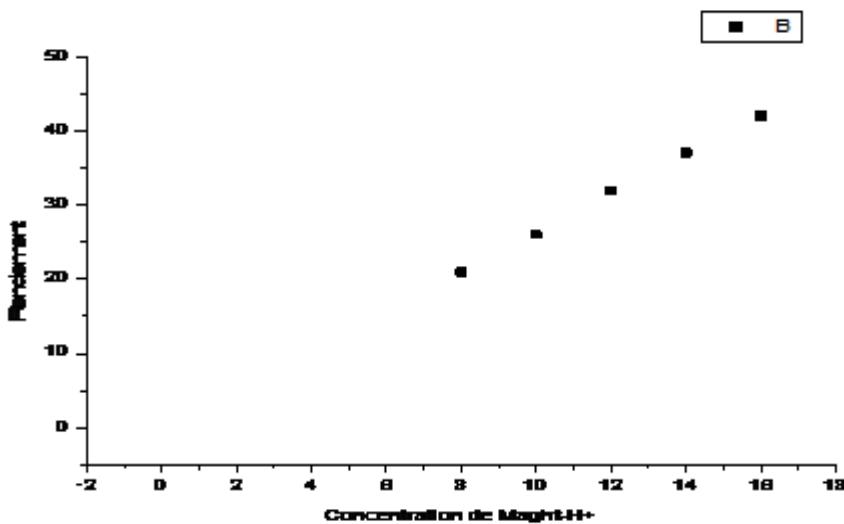


Figure28 :Spectre IR Théorique de la quinoléine par SDBS

VI -Effet de la quantité du catalyseur Maght –H+ sur le rendement

Afin de voir l’effet catalytique de la Maght-H+ sur le rendement on a réalisé quatre expériences en utilisant 8% 12% 14 % et 16 % de Maght –H⁺ Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau3 et le graphel suivants :

%Maght-H+	Masse de Maght-H+ (g)	Rendement %
8	1	21,49
12	1,5	32,23
14	1,7	37,60
16	2	42,98



Graphe 1 : Rendement en fonction de concentration de Maght-H⁺

A-Interprétation et discussion des résultats

D'après les résultats obtenus on remarque, que le rendement augmente avec l'augmentation de la quantité de Maghnite-H+, on remarque que pour une quantité de Maght-H⁺ de 8 % , le rendement est de 21.49 % il augmente jusqu'à atteindre une valeur maximale de 42,98% à 16 % de Maghnite-H+ donc plus la quantité de Maghnite-H+est élevée , plus les sites actifs sont élevés ; leurs consommation provoque l'augmentation du rendement..donc le rendement est proportionnel avec la quantité de Maghnite –H+.

Conclusion

Ce travail a pour objectif, principal la synthèse de la quinoléine en présence de H₂SO₄ et la Mag-H⁺. la méthode d'analyse IR a confirmée l'obtention de la quinoléine par la présence des différentes fonctions

Les résultats obtenus lors de effet de la quantité de Mag-H⁺. mene à la conclusion suivante :

- Le rendement augmente avec l'augmentation de la quantité de Mag-H⁺.

Chapitre III :

Activités biologiques de la quinoléine synthétisée et d'une huile essentielle extraite de l'eucalyptus globulus

I-Introduction :

L'importance de la quinoléine et ses dérives réside dans le fait qu'elle appartient à des plantes qui contiennent au sein de leurs molécules des huiles essentielles qui présentent des activités biologiques ; parmi ces activités on peut citer l'activité antibactérienne antioxydante anticoagulante, anticancéreuse, antibiotique, anti-inflammatoire, analgésique, [56]. La plus importante de ses plantes et qui possède des propriétés très remarquables L'eucalyptus globules..

II-Extraction de l'huile essentielle de l'eucalyptus globulus:**II-1 Partie expérimental:**

L'extraction de huile essentielle à partir des feuilles de eucalyptus à été réalisée par hydro distillation, L'augmentation de la température favorise l'éclatement des celluloses végétales, ce qui entraîne la libération de l'huile essentielle.

Dans un ballon de 1000 ml, on introduit de 141g des feuilles d'eucalyptus préalablement nettoyer, en présence de 450 ml d'eau distillée dans un bain d'huile jusqu'à l'ébullition. Les huiles essentielles sont entraînées à la vapeur comme c'est monté dans la figure suivante :



Figure29 : Montage d'extraction d'huile essentielle de l'eucalyptus

Huile essentielle extraite est ensuite lavée à éther et séparée par décantation .pour éliminer toute trace d'eau ,HE est séchée par MgSO₄ anhydre.



Figure30 :Décantation d'huile essentielle

Le rendement est calculé par simple pesée

Le rendement en huile essentielle est le rapport entre le poids de l'huile extraite et le poids des feuilles

R (%) : Rendement en huile essentielle

MHE : = 0.48g

MMV : 141g

R (%) = MHE / MMV x 100

R (%) = 0.48/141x100=0.34 %.

Afin de déterminer les différentes fonctions qui existent au sein de notre huile essentielle extraite une caractérisation par IR a été réalisée

II- 2 Caractérisation par IR de HE :

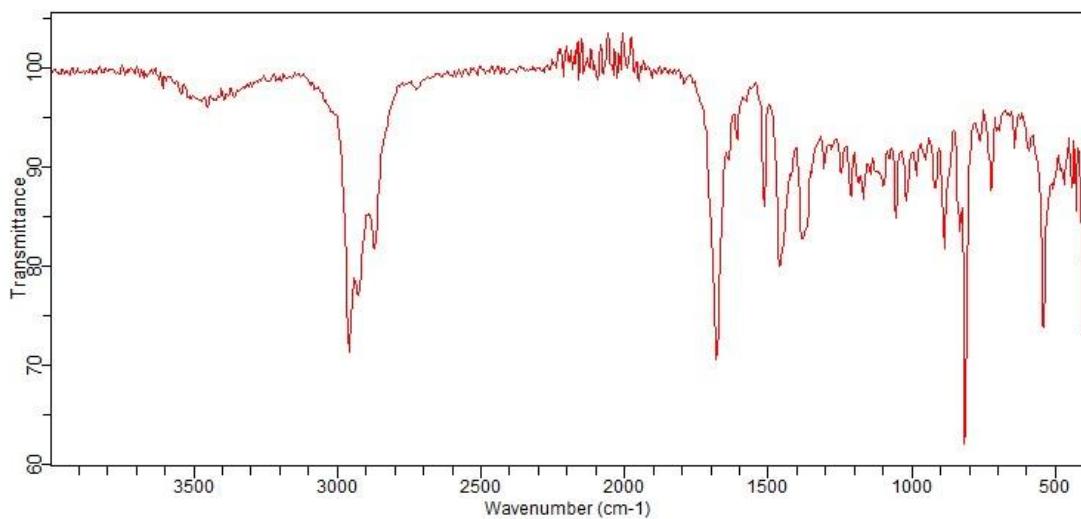


Figure31 :Spectre IR de HE extraite de l'eucalyptus

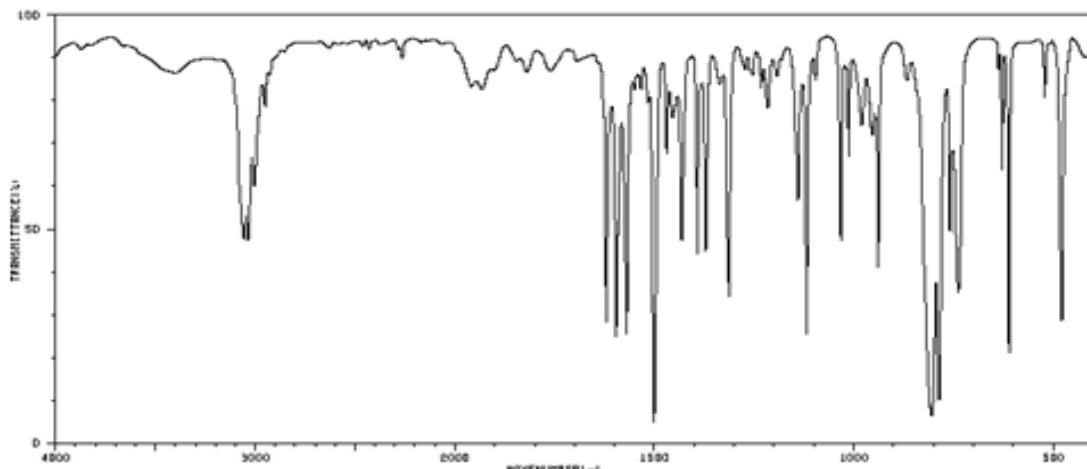


Figure32 :Spectre IR de la quinoléineparSDBS

Les différentes bandes des différentes fonctions sont :

- Bande à 800 cm^{-1} qui correspondent à la =C-H de déformation aromatique
- Bande à 1350 cm^{-1} qui correspond à la C–N d'elongation d'une amine aromatique
- Bandes entre $1500\text{-}1600\text{cm}^{-1}$ qui correspondent à la C=C d'elongation aromatique
- Bandes entre $2800\text{-}2980\text{cm}^{-1}$ qui correspondent à la =C-H aromatique.

D'après le spectre IR, de HE extraite, on remarque que toutes les fonctions qui existent dans le spectre IR de la quinoléine synthétisée, se trouvent dans le spectre IR, de HE extraite . Donc la quinoléine, est bien un composant de HE vu l'importance des HE dans l'activité biologique [56], il est important de faire une évaluation anti oxydante et une antibactérienne sur la quinoléine et sur HE extraite

III- Activité biologique

L'activité biologique désigne la capacité d'une entité moléculaire spécifique qui peut s'agir d'un médicament, d'un produit chimique, d'une enzyme ou d'un autre composé à produire un effet biologique .Cet effet peut être une réponse physiologique, une modification cellulaire, une interaction avec d'autres molécules, sur une cible sur laquelle l'effet biologique se produit [57]

III-1-Activité anti oxydante

L'activité antioxydante d'un composé correspond à sa capacité de résister à l'oxydation ,qui peut être provoquée suite à l'exposition successives à des facteurs externes tels que l'exposition prolongée aux UV, pollution ,pesticides ,infection et à alimentation déséquilibrée ,et une déficience nutritionnelle ,stress ,fatigue , etc. Ces facteurs vont favoriser la formation de radicaux libres dans nos cellules [58]

III-1-1 –L' antioxydant :

Un anti oxydant est défini comme une substance capable de retarder ou d'empêcher l'oxydation des substrats biologiques [59]. qui diminue le stress oxydant au sein de l'organisme. Un antioxydant peut donc prévenir la synthèse de radicaux libres

III-1-2. Radicaux libres

Un radical libre se définit comme tout atome, groupe d'atomes ou molécule possédant un ou plusieurs électrons non appariés dits célibataires sur l'orbitale externe, leur durée de vie est ainsi très courte. Ils sont caractérisés par une structure électronique déséquilibrée qui leur confère une grande réactivité sur les constituants organiques et sur les structures cellulaires [60].

III-1-3- Méthodes d'évaluation de l'activité antioxydante :

Plusieurs méthodes sont utilisées pour la détermination de l'activité antioxydante. La principale méthode et qu'on utilisée dans notre étude d'évaluation du potentiel antioxydant d'un composé,c'est la méthode de DPPH

III-1-3-1 Evaluation du pouvoir anti radicalaire par la méthode de DPPH

a-Principe

Le DPPH·est un radical libre stable violet en solution, il présente une absorbance caractéristique dans un intervalle compris entre 512 et 517nm cette couleur disparait rapidement lorsque le DPPH·est réduit en diphenyle picrylhydrazine par un composé à propriété antiradicalaire, entraînant ainsi une décoloration. L'intensité de la couleur est proportionnelle à la capacité de l'antioxydant à donner des protons [61]

Cette capacité de réduction est déterminée par une diminution de l'absorbance induite par des substances antiradicalaires [62]

On peut le résumer selon la réaction suivante :

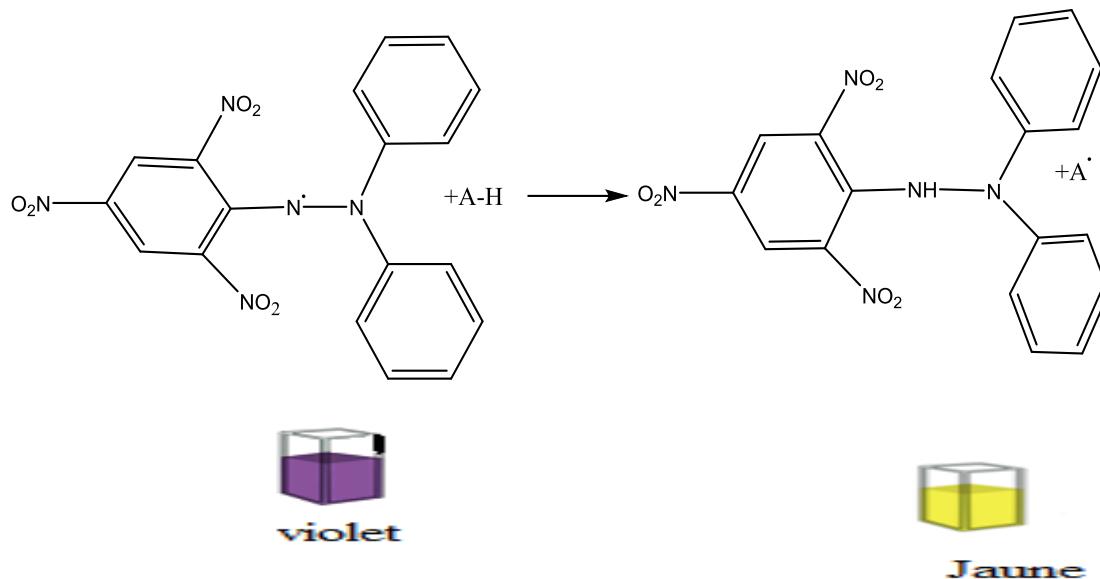


Figure33 : Mécanisme de réduction du radical libre DPPH

III-1-4-Test de l'activité antioxydante par la méthode DPPH des produits synthétisés et de HE extraite de l'eucalyptus

L'activité antioxydante de l'huile essentielle extraite de l'eucalyptus, et de la quinoléine catalysée par H_2SO_4 et par la Maght $-\text{H}^+$ ont été évalués par le test de décoloration du radical DPPH , selon une méthode spectrophotométrique standard. Une solution de DPPH à 0.025g/L a été préparée dans du méthanol. Ensuite 1.95 mL de cette solution a été mélangé avec 50 μL d'échantillon à différentes concentrations. Le mélange a été incubé pendant 30 minutes à l'obscurité, puis l'absorbance a été mesurée à 515 nm.

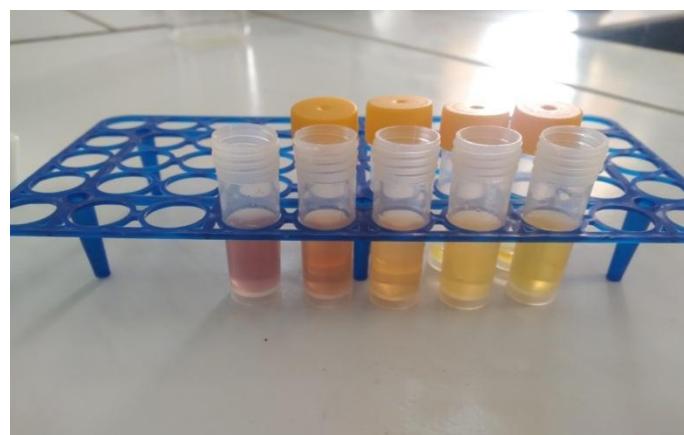


Figure34 : L'activité antioxydante par la méthode DPPH

L'activité antioxydante, sert à la capacité de piéger le radical libre est généralement exprimée en pourcentage d'inhibition selon la relation suivante :

$$I(\%) = (A_0 - A / A_0) \times 100$$

où A_0 est l'absorbance du témoin (DPPH seul), et A est l'absorbance de l'échantillon

La concentration efficace inhibant 50 % du radical DPPH (IC50) a été déterminée par interpolation linéaire à partir de la courbe dose-réponse.

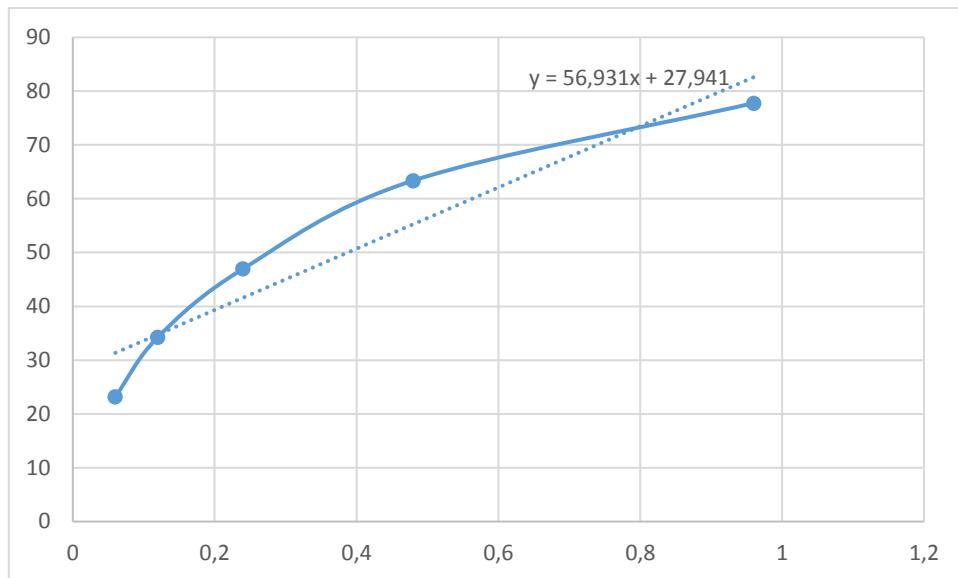
III-1-4-1 Résultats

a-Activité antioxydante de l'huile essentielle extraite de l'eucalyptus

L'huile essentielle testée a montré une activité antioxydante croissante avec l'augmentation de la concentration. Le pourcentage d'inhibition est passé de **23.20 %** à **77.77 %** entre les concentrations de 60 et 960 µg/mL. La valeur de **IC50** obtenue est de **387 µg/mL**, indiquant une activité modérée. Comme c'est montré dans le tableau et le graphe suivants

Tableau4 : Concentration de l'huile essentielle en fonction du pourcentage d'Inhibition

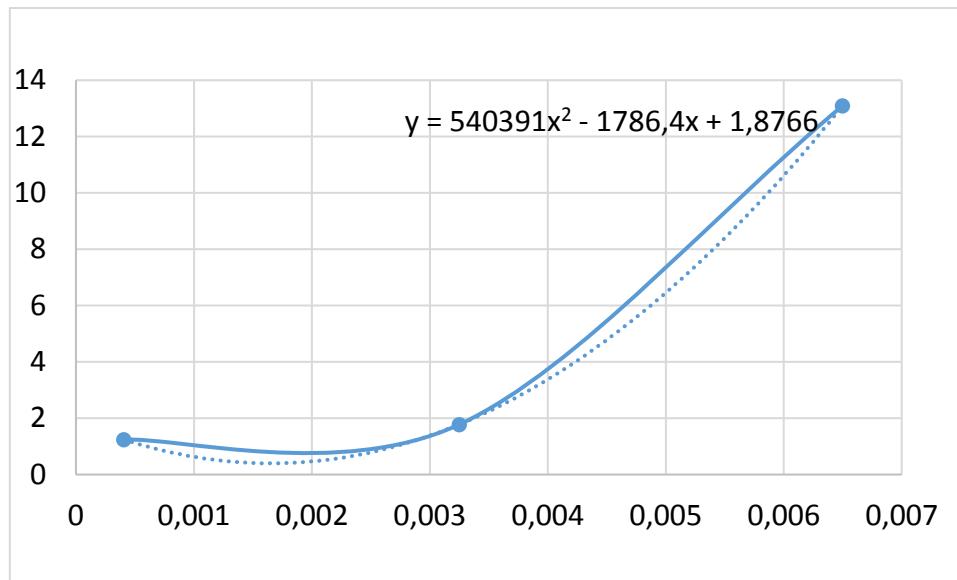
Concentration (µg/mL)	% Inhibition
60	23.20%
120	34.28%
240	46.97%
480	63.38%
960	77.77%
IC50	387 µg/mL

**Graphe2 : Pourcentage d’Inhibition en fonction de la concentration de HE****b-Activité antioxydant de la quinoléine catalysée par H₂SO₄ :**

Des concentrations très faibles de la quinoléine catalysée par H₂SO₄, ont montré une inhibition significative du radical DPPH. La IC50 calculée est de **11.2 µg/mL**, indiquant une forte activité réductrice, bien que cela soit probablement dû à une interférence chimique directe avec le DPPH.

Tableau5 :Pourcentage d’Inhibitionen fonction de la concentration de la quinoléine synthétisée par H₂SO₄

Concentration (µg/mL)	% Inhibition
0.40625	1.24%
3.25	1.78%
6.5	13.10%
IC50	11.2 µg/mL



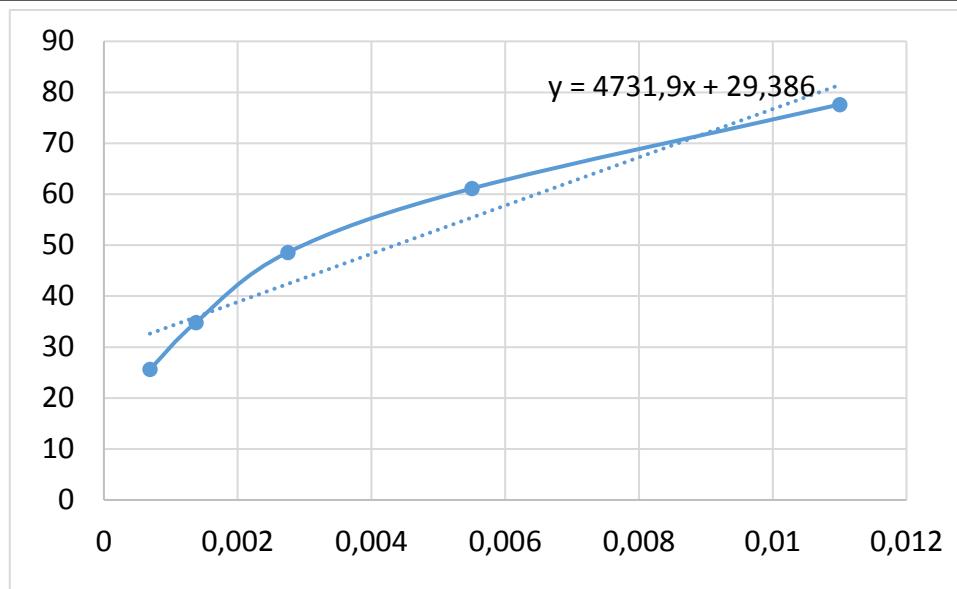
Graphe3: Pourcentage d’Inhibition en fonction de la concentration de la quinoléine synthétisée

c-Activité antioxydante de la quinoléine catalysée par la Maght-H⁺

La quinoléine présente une activité antioxydante plus marquée avec une IC₅₀ de **4.36 μg/mL**. À 11 μg/mL, une inhibition de 77.6 % a été observée.

Tableau6: Pourcentage d’Inhibition en fonction de la concentration de la quinoléine synthétisée par la Maght-H⁺

Concentration (μg/mL)	% Inhibition
0.6875	25.63%
1.375	34.84%
2.75	48.59%
5.5	61.12%
11	77.61%
IC₅₀	4.36 μg/mL



Graphe 4: Pourcentage d’Inhibition en fonction de la concentration de la quinoléine synthétisée

III-1-4-2-Discussion

La concentration efficace (IC₅₀ ou bien CE 50) est inversement liée à la capacité antioxydante d'un composé, plus la valeur est basse plus l'activité antioxydante d'un composé est grande. La concentration inhibitrice minimale (IC₅₀) est exprimée par extrapolation à 50% d'inhibition de la droite % d'inhibition en fonction de la concentration.

III-2 Activité anti bactérienne

L'activité antibactérienne désigne la capacité d'une substance à tuer ou à inhiber la croissance des bactéries. Ce processus peut être bactéricide (tuer les bactéries) ou bactériostatique (empêcher leur multiplication). L'activité antibactérienne peut agir de différentes manières, notamment en perturbant des processus ou des structures essentielles de la cellule bactérienne. Les agents antibactériens les plus efficaces pour la destruction ou l'inhibition de la croissance de microorganisme peuvent être d'origine naturelle végétal ou synthétique les plus importants on cite entre autres les huiles essentielles [63,64]. Dans notre étude on s'intéresse l'activité antibactérienne de HE extraite de et de la quinoléine synthétisée

III-2-1- Evaluation de l'activité antibactérienne des produits synthétisés et de l'huile essentielle extraite

Pour évaluer l'activité antibactérienne des produits synthétisés et de l'huile essentielle nous avons utilisé la méthode de diffusion en milieu gélosé.

L'agar Mueller Hinton a servi de milieu de culture pour les micro-organismes sélectionnés .Des cultures jeunes , âgées de 18 heures, *d'Escherichia coli*

(ATCC25922),et de *Listeria monocytogenes* (ATCC19114) ont été cultivées dans 20m ml de bouillon nutritif stérile et incubées pendant 4 heures afin d'obtenir une concentration de culture standardisée de 108 UFC/ml . Les inoculums bactériens ont ensuite été ensemencés sur des plaques d'agar Mueller Hinton à l'aide d'écouvillons stériles. Deux répétitions ont été réalisées pour chaque produit synthétisé contre les micro-organismes testés.

Des puits équidistants de 6 mm de diamètre ont été créés sur les plaques d'agar et remplis avec les produits synthétisés. Après une diffusion de 2 heures à température ambiante, les plaques ont été incubées à 37°C pendant 24 heures. L'activité antibactérienne a été évaluée en mesurant la zone d'inhibition autour de chaque disque à l'aide d'une règle (en mm).

III-2-2-Résultats:

1-Analyse de l'activité antibactérienne

L'évaluation de l'activité antibactérienne des extraits à l'éthanol (la quinoléine synthétisée) et de l'huile essentielle extraite a été réalisée contre *Escherichia coli* et *Listeria monocytogenes* à travers la mesure des zones d'inhibition (moyenne \pm écart-type). Les résultats montrent une nette supériorité de l'extrait éthanolique (la quinoléine synthétise) par rapport à l'huile essentielle extraite, tant en termes d'efficacité que de régularité.

- **Contre *E. coli*** : les zones d'inhibition pour l'extrait éthanolique varient de $23,90 \pm 1,57$ mm à $27,75 \pm 0,61$ mm, avec une moyenne globale avoisinant 25,64 mm. Ces valeurs témoignent d'une activité antibactérienne notable et relativement homogène. En comparaison, l'huile essentielle présente une activité plus modérée, avec des valeurs comprises entre $17,83 \pm 0,09$ mm et $25,70 \pm 2,27$ mm. Cette variabilité est également marquée par des écarts-types plus élevés dans certains tests, traduisant une efficacité moins constante

Tableau7 :Activité antibactérienne de la quinoléine synthétisée contre *Escherichia coli* ATCC 25922 (A) et de l'huile essentielle (C)

Traitement	Moyenne±Ecart –type (mm)
Ethanol-Test 1	25.07 ± 0.76
Ethanol-Test 2	27.75 ± 0.61
Ethanol-Test3	23.09 ± 1.57
Ethanol-Test 4	25.82 ± 0.85
Huileessentielle-Test 1	19.90 ± 2.24
Huileessentielle –Test 2	23.79 ± 0.46
Huileessentielle-Test 3	25.70 ± 2.27
Huileessentielle- Test4	17.83 ± 0.42

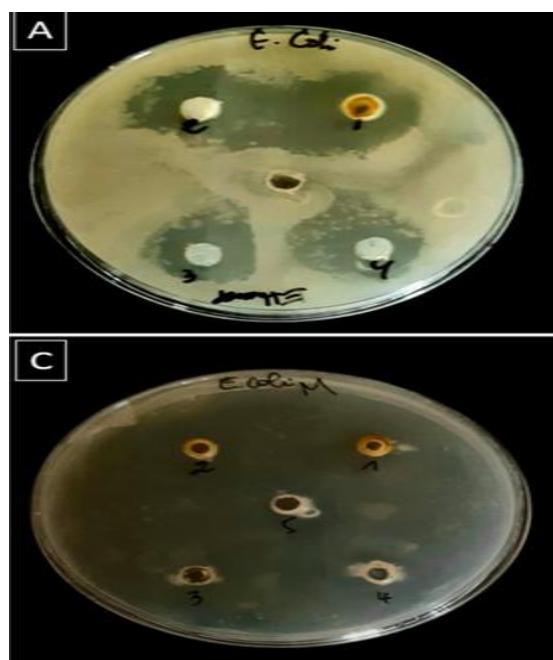


Figure35 :Activité antibactérienne de la quinoléine synthétisée contre *Escherichia coli* ATCC 25922 (A) et de l'huile essentielle (C).

- **Contre *Listeria monocytogenes***, l'extrait à l'éthanol démontre une activité encore plus marquée, notamment dans les tests 3 et 4, où les zones d'inhibition atteignent respectivement $31,17 \pm 1,53$ mm et $35,66 \pm 0,23$ mm. Ces résultats indiquent une

excellente efficacité antibactérienne, avec une moyenne globale estimée à 27,43 mm. À l'inverse, l'huile essentielle présente des résultats plus dispersés, allant de $15,54 \pm 0,42$ mm à $29,65 \pm 1,49$ mm, avec une moyenne globale plus faible ($\approx 22,20$ mm) et une plus grande variabilité entre les tests.

Tableau8 :Activité anti bactérienne du produit de synthèse (B) et de l'huile essentielle (D) respectivement contre *Listeria monocytogenes*(ATCC19114)

<i>Traitements</i>	<i>Moyenne ± Ecart-type (mm)</i>
<i>Ethanol-Test1</i>	$22,29 \pm 2,16$
<i>Ethanol-Test2</i>	$22,60 \pm 1,97$
<i>Ethanol-Test 3</i>	$31,17 \pm 1,53$
<i>Ethanol-Test 4</i>	$35,66 \pm 0,23$
<i>Huileessentielle Test 1</i>	$22,01 \pm 0,43$
<i>Huileessentielle Test 2</i>	$29,65 \pm 1,49$
<i>Huileessentielle Test 3</i>	$21,59 \pm 2,98$
<i>Huileessentielle Test 4</i>	$15,54 \pm 0,42$

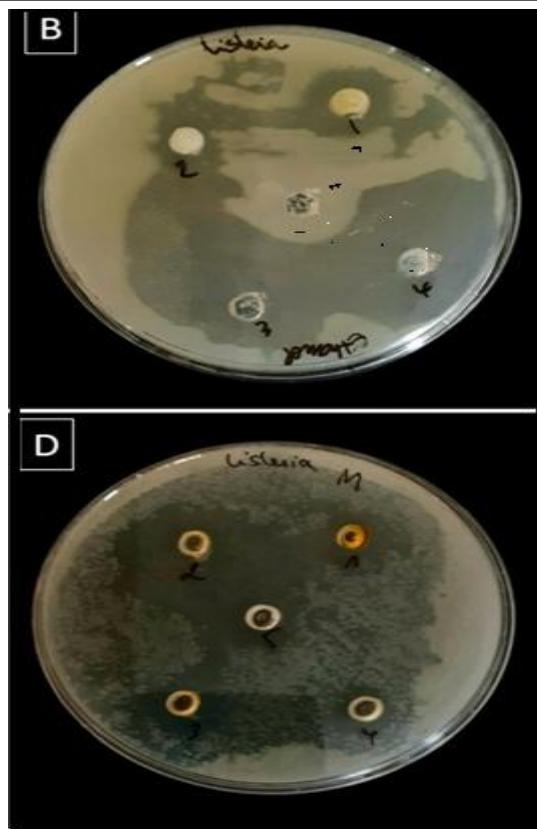


Figure36 :Activité antibactérienne du produit de synthèse (B) et de l'huile essentielle (D) respectivement contre*Listeria monocytogenes*(ATCC19114)

III-2-3-Discussion

Dans l'ensemble, ces données suggèrent que l'extrait éthanolique possède une activité antibactérienne supérieure et plus stable que celle de l'huile essentielle, notamment contre *Listeria monocytogenes*. Cette différence d'efficacité pourrait s'expliquer par la nature chimique des composés extraits à l'éthanol, qui sont généralement plus polaires et susceptibles de cibler efficacement les structures bactériennes. En revanche, la variabilité observée avec l'huile essentielle peut résulter de la volatilité et de la composition variable des constituants aromatiques.

Ces résultats confirment l'intérêt potentiel de l'extrait éthanolique comme agent antibactérien et justifient des études complémentaires pour identifier les composés actifs responsables de cette activité.

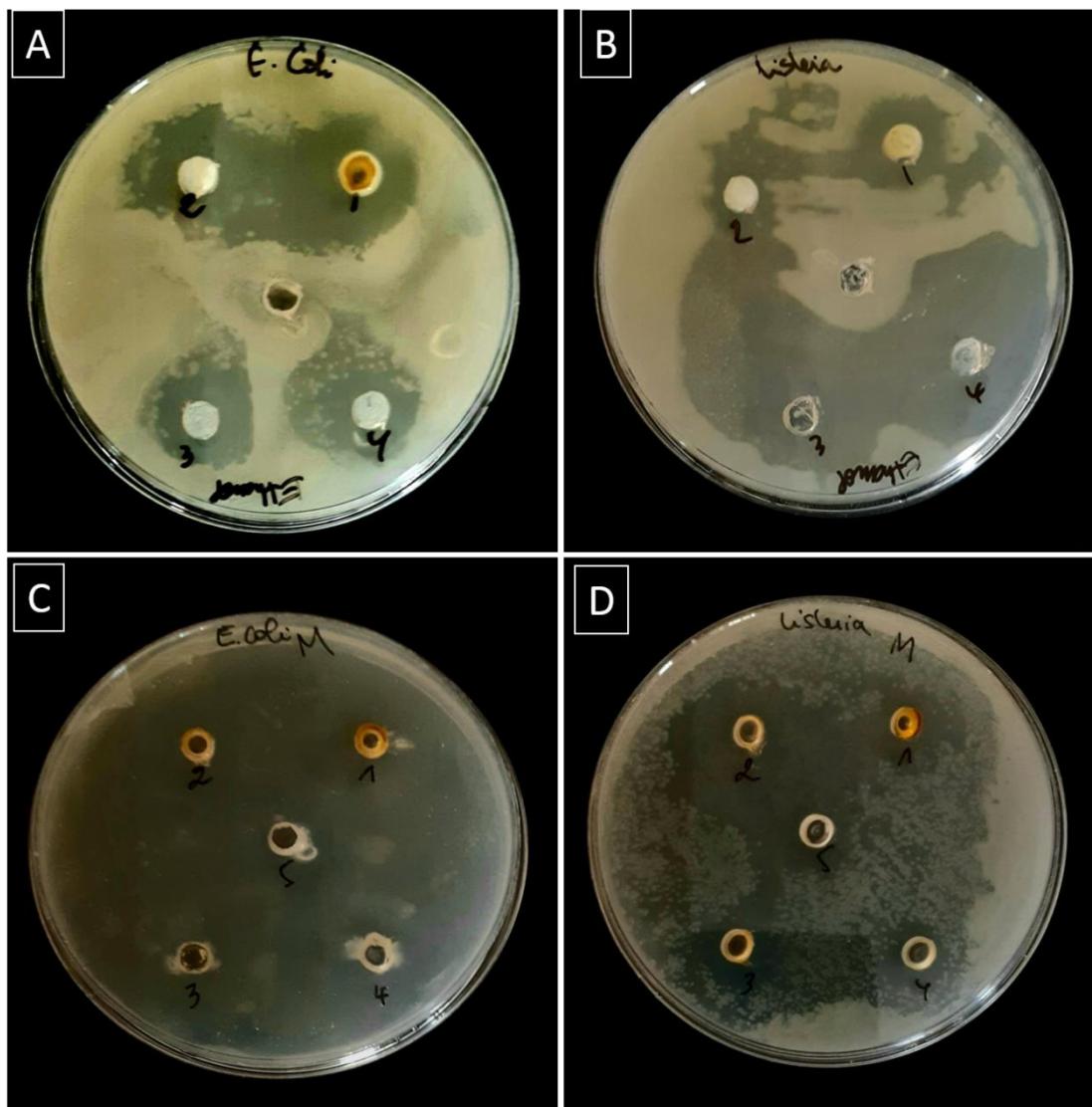


Figure 37: Activité antibactérienne du produit de synthèse (A, et B) et de l'huile essentielle (C et D) respectivement contre *Escherichia coli* ATCC 25922, *Listeria monocytogenes* ATCC19114

Conclusion générale

Conclusion Générale

Ce travail avait un triple objectif, le principal était la synthèse d'une molécule heterocyclique la quinoléine dans deux conditions différentes :

En catalyse homogène en présence de H_2SO_4 et la deuxième condition suggérée est écologique, est basée sur l'utilisation d'argile modifiée chimiquement Maghnite- H^+ en tant que catalyseur hétérogène, économique ,peu coûteuse et largement disponible, dotée d'excellentes propriétés et de caractéristiques de grande qualité, qui en font l'objet de recherches permanentes. Un avantage intéressant de la Maghnite- H^+ est sa récupération facile par une simple filtration. , et respectueux de l'environnement et donc rester dans le contexte de la chimie..

La caractérisation par IR, montré la présence des différentes fonctions de la quinoléine

Les résultats obtenus lors de l'étude de l'effet de la quantité de Maghnite - H^+ sur le rendement mènent à la conclusion suivante :

- Le rendement augmente avec l'augmentation de la quantité de Maghnite- H^+ .

Le second objectif c'est l'extraction d'une huile essentielle qui est riche en quinoléine et qui se trouve dans d'une plante médicinale l'eucalyptus

Le troisième objectif consiste à montrer l'importance biologique ; anti oxydante et anti bactérienne de la quinoléine synthétisée et huile essentielle extraite

- ❖ L'étude de l'activité antioxydante des composés en utilisant le radical. DPPH a montré que ces composés sont actifs
- ❖ l'activité antibactérienne par la méthode de diffusion des disques sur milieu gélosé pour les composés qui semblent actifs

En perspective, nous souhaitons élargir notre domaine de recherche en essayant de préparer et d'étudier d'autres composés heterocycliques en utilisant divers techniques de caractérisations qui serviront, par la suite, à la synthèse de nouveaux composés qui seront appliqués dans de nombreux domaines (biologique biomédical, agricole, protection de l'environnement etc..

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] Gupta ,R.R.Phenothiazines and 1,4-benoth-iazines :chemical and biomedical aspects,**1988**
- [2-4] Organic Chemistry vol.1 by I L Finar .published by Pearson Education ;ISBN10:8177585428.
- [3] S.jain, V.chandra, P.K.jain ,K. pathakand A. vaidya, coprehensive review on current developments of quinoline based anticancer agents,Arab.J.chem.**2019**.
- [5] S. Yamashkin and E. Oreshkina, “Traditional and modern approaches to the synthesis of quinoline systems by the Skraup and Doebner-Miller methods”, Chemistry of Heterocyclic Compounds, vol. 42(6), **2006** .
- [6] S.E. Denmark and S. Venkatraman, “On the mechanism of the Skraup– Doebner– Von Miller quinoline synthesis”, The Journal of Organic Chemistry, vol. 71(4), pp. 1668-1676, **2006**.
- [7] Friedländer, P.; Gohring, C. F. Ber. **1883**,16 (2), 1833–1839.
- [8] Combes Quinoline synthesis Arun parikh ,Hansa parikh and khyati parikh ,**2012**
- [9] T.Jennifer,B.Andrew,K.Stanislaw,W.Ying,C.ManwikaandD.Steven,J.Org.Chem,**2017**,82,1 073-1084.
- [10] Conrad, M.; Limpach, L. Synthesen von Chinolinderivaten mittelst Acetessigester. *Ber. Dtsch. Chem. Ges.* **1887**, 20, 944–948.
- [11] Brouet, J.C.; Gu, S.; Peet, N.P.; Williams, J.D. Survey of solvents for the Conrad–Limpach synthesis of 4-hydroxyquinolones. *Synth. Commun.* **2009**, 39, 1563–1569.
- [12] A,Aboelnaga and T.H.El-Sayed ,Green chem,let,Rev,**2018**,11,254-263
- [13] BRUNETON;1987-éléments de phytochimie et de pharmcognoise,Ed.Tec&Doc Lavoisier
- [14] MOREAU B, **2003**- maître de conférences de pharmacognosie à la faculté de Pharmacie de Nancy. Travaux dirigés et travaux pratiques de pharmacognosie de 3ème année de doctorat de pharmacie .
- [15] SANAGO R, 2006- Le rôle des plantes médicinales en médecine traditionnelle.
- [16] Bruneton J., **1999**. pharmacognosyPhytochemistry medical plants Lavoisiepublishing, USA, New York 2:a upplagan s. 555-558
- [17] Warot S.(**2006**). Les Eucalyptus utilisés en Aromathérapie .Préparatrice en pharmacie. Mémoire de fin de formation en Phyto-aromathérapie.p3.
- [18] Mehani M., (**2006**).-Diagnostic sur les essais d'introduction de quelques essences.
- [19] Nait Achour K., (**2012**). -Etude de la composition chimique des essences de quatre espèces.
- [20] Melun, Sud-ouest, & Sivaillan-Les-Lamberts, **2011**.

Références bibliographiques

- [21] Belyagoubi N.(2012). Activité antioxydante des extraits des composés phénoliques de dix plantes médicinales de l'Ouest et du Sud-Ouest Algérien.These de doctorat en Biologie Université AboubakrBelkaïd-Tlemcen.
- [22]Takahashi, T., Kokubo, R., &Sakaino, M. (2004). Antimicrobial activities of eucalyptus leaf extracts and flavonoids from Eucalyptus maculata. Letters in AppliedMicrobiology, 39(1), 60–64 .
- [23] Roulier Ruberto G., Baratta M.T. Antioxidantactivity of selected essential oil components in twolipid model systems. Food Chem 69 (1990)167–174.
- [24] Nagaret,Moghaddam M., KhaleghiMiran S. N., Pirbalouti A. G., Mehdizadeh L., Ghaderi Y b.Variation in essential oil composition and antioxidant activity of cumin fruits during stages of maturity. IndustrialCrops and Products 70 (2008).
- [25] Z.Beyould si said « Activites biologique des huiles essentielles des feuilles et du fruit d'une plante medicinale Eucalyptus glabulus »Mémoire de Magister universiti de Bejaia (Algerie 2014).
- [26] M.BESSEDIK ,BKENFFER « etude de l'activite antifongique des huiles essentielles d'eucaly ptus glabulus et thymes algeriensis conte quelques champignons phtopathogenes des palmes du palmier dattier (phoenix dactyli feral) »
Mémoire master universite de ouargla (Algerie .2015).
- [27] <http://www.anniesremedy.com/herb>.
- [28] Kokate CK, Purohit AP. Textbook of Pharmacognosy, Nirali Prakashan. 1999; (12):267-268.
- [29]Hardel Danendra Kumar, Sahoo Laxmidhar. A Review on phytochemical and Pharmacological of Eucalyptus globulus: A multi-purpose tree. International Journal of Research In Ayurveda and Pharmacy. 2011; 2(5):1527- 1530.
- [30] Atta, AH.,Alkofahi, A., 1998. Anti-nociceptive and anti-inflammatory effects of some Jordanian medicinal plant extracts. J Ethnopharmacol, Mar; 60 (2):117-24.
- [31] TEMBE FEA, Pougoue JK, Njinkio BN, Ngoupayo J, Masumbe PN, Mimche P, Gatsing D, Fokunang Okunang CN. Phytochemical screening and evalution of antioxidant properties of secondary metabolites in aqueous extracts of Ficus thonningii Blume tested on Wistar rats European Journal of pharmaceutical and Medical Research .SJIF Impact factor 2019
- [32]Trusheva B, Trunkova D, Bankova V. Different extraction methods of biologically active components from propolis: A preliminary study. Chem Cent J. 2007.
- [33] Puttarak P, Panichayupakaranant P. A new method for preparing pentacyclic triterpene rich Centella asiatica extracts. Nat Prod Res. 2007.

Références bibliographiques

- [34] Fokunang CN, Hoare G, Tembe-Fokunang E, Ngameni B, Barkwan S, Ngadjui B, Tomkins P. FT-IR or raman spectroscopy identification of the molecular structure of *Ficus ovata* plant parts using different extraction solvents. *Journal of Pharmacology & Clinical Research.* **2018**.
- [35] Penchev P.I(**2010**)Etude d'extraction et de purification de produits bioactifs à partir des plantes par couplage de techniques séparatives à basses et hautes pressions .theses de doctorat en Genie des procédes et de l'environnement .Institut National polytechnique de de Toulouse p9,p17,p19.
- [36] Garneau,F,X ,Collin ,G,J(**2005**) Huile essentielle de la plante à la commercialisation : manuel pratique corporation laseve, universite de québec àChicotin.
- [37] Dihingia, D., Verma, M. R., Sharma, D. G. K., &Chandru, D. K. K. (**2020**). A Review: Extraction of Oil and Chemical Investigation of Different Species of Eucalyptus Tree in India. *International Research Journal of Engineering and Technology (IRJET)*.
- [38] J.F. Catalyse de contact ,Editions Technip , **1978**
- [39] F.audjit,these de magister de l'unversite de Boumerdes,**2008**.
- [40] Agence de l'eau (france) l'assainissement de l'agglonération technique d'epuration actuelles et evaluation etude inter agence Avrile**1994**.
- [41] J.rnstrion L. et Sternius P.(**1990**) « Adsorption of polyacrylate and carboxy methylcellulose on Kaolinite :salt effets and competitive adsorption, colloids and surface , vol.50 p 47.73.
- [42] EMANA ERRAIS; Réactivité de surface d'argile naturelles étude de l'adsorption de colorants anioniques ;thèse de Docteur. Université Strasbourg **2011**.
- [43] Meriam EL Ouahabi ;Valorisation industrielle et artisanale des argiles du maroc ;thèse de docteur .L'université de Liege 7 Novembre **2013**.
- [44] A. Ahmed, Y. Chaker, E. H. Belarbi, O. Abbas, J. N. Chotard, H. B. Abassi, A. N. Van Nhien, M. El Hadri et S. Bresson,(**2018**) «XRD and ATR/FTIR investigations of various montmorillonite clays modified by monocationic and dicationic imidazolium ionic liquids,» *Journal of Molecular Structure*, vol. 1173, pp. 653-664.
- [45] J. Madejova, (**2003**) «FTIR techniques in clay mineral studies,» *Vibrational spectroscopy*, vol. 31, no 1, pp. 1-10.
- [46] BRINDLY, G.W. RAY S. (**1964**)Complexes of Ca-montmorillonite with, primary monohydric alcohols, *Amer. Minéral.* (49),106 -119.
- [47] R.E.Grain(**1959**)« physico-chemical properties of soils clay mineral », *Journal of the soil mechanics and foundations division, ASCE*, Vol.95, N° SM2, pp,1-17.

Références bibliographiques

- [48] D.Salvetat ,AN(**1847**) PhysicChem,21,p378 .
- [49] Derefa Garmia ,synthese et caracterisation de montmorillonite modifiée Application à l'adsrption des colorants cationiques Mémoire de Magister Université Ferhat Abbas –setif -1- **2014**.
- [50] C.Breen,F.D.Zahoor,J.Madejova ,P.Komadel;J.Phys.Chem5324-101 (**1997**)
- [51] C.Breen, J.MadejovaAppl.Cay.Science 10-219, (**1995**)
- [52] M .Vert ;Macromol. Chem .Symp. 6-109,(**1986**)
- [53] M.Belbachir, A.Bensaoula. 20030069446. April 10, (**2003**)
- [54] M. Makhlofia; These de Magister .UniversitéOran 1 ,(1999)
- [55] R.Megherbi and M.Belbachir, UIPAC- 40thInt. Symp. On Macromol. World Polymer Congress, p 2218 Paris, (**2004**)
- [56] M .V .V .V, Prasad ,R .H .R ,Rao , V , Veeranna ,V ,S .chennu palli and B .Sathish Novel quinolone derivatives ,S ynthesis and antioxidant activity Russ .J.Gen . Chem (**2021**).
- [57] Normesdites dites « IAS »car publiées par l'international Accounting Standar des borad (IASB)
- [58] BoydBet al ,FordC.Etude pilote ouverte de l'effet antioxidant d'ambrotose sur des personnes en bonne sante,Glycoscience Nutrition Vol.4.p (**2003**)
- [59] Rammohan,A.,et al ,Antioxidante:Structure-activity of plant polyphenolics ,in Vitamines and hormones,**2021**,Elsevier .p.395-411.
- [60] Tiwari A.K,Antioxidante :New-generation therapeutic base for polygenic disorders, Curr. Sci., Vol.8, p. 1092-1102, (**2004**).
- [61] Patil R. B, Sawant S. D., Reddy K. V., Shirsat M., Synthesis, Docking Studies and Evaluation of Antioxidant Activity of Some Chromenone Derivatives, Research Journal of Pharmaceutical, Biological and Chemical Sciences, Vol.6, p.381 -391, (**2015**).
- [62] Al-Ayed A.S.,Synthesis of New Substituted chromen [4, 3-c] pyrazol-4-ones and their Antioxidant Activités Molecules, Vol. 16, p.10292-10302, (**2011**).
- [63] GOUDJIL, M.B., Composition chimique, activité antimicrobienne et antioxydante de trois plantes aromatiques. **2016**
- [64] Toure, D., Etudes chimique et biologique des huiles essentielles de quatre plantes aromatiques medicinales de côte d'ivoire. **2015**, Université Felix Houphoeut Boigny, Côte d'Ivoire

Annexes

Annexe :



PH-mètre.



Centerfugeuse



Etuve



UV-visible



Micropipettes.



Balance.

Résumé

Le travail réalisé s'articule autour de trois axes, dans le premier, nous nous sommes intéressés à la synthétise d'un heterocycle ,la quinoleine , catalysée par H₂SO₄ d'une part et par la Maghnite H⁺ d'autre part ,le second axe, est réservé à, l'extraction d'une huile essentielle de l'eucalyptus qui contient la quinoleine ensuite une étude comparative sur l'effet de ces catalyseurs sur les rendements a été approprie . Dans le troisième axe les produits synthétisés et huile essentielle extraite ont été évalués par une activité antibactérienne par la méthode de diffusion des disques sur milieu gélosé et l'activite antioxydante qui a été déterminée par la methode de DPPH pour les composés qui semblent actifs. Les produits obtenus ont été caractérisés par spectroscopie IR qui a confirmée la présence des produits attendus .

Abstract

The work carried out is structured around three axes: in the first, we are interested in the synthesis of a heterocyclic, quinoline, catalyzed by H₂SO₄ on the one hand and by Maghnite H⁺ on the other hand. The second axis is reserved for the extraction of an essential oil from eucalyptus containing quinoline, followed by a comparative study on the effect of these catalysts on yields. In the third axis, the synthesized products and extracted essential oil were evaluated for antibacterial activity using the agar disk diffusion method, and for antioxidant activity using the DPPH method for compounds that appeared to be active. The products obtained were characterized by IR spectroscopy, which confirmed the presence of the expected products

الملخص

تمحور العمل الذي تم تطبيقه حول ثلاثة محاور، في المحور الأول اهتممنا بتحليق مركب الكينولين غير المتجانس المحفز بواسطة H₂SO₄ من جهة وبواسطة H⁺ المغنت من جهة أخرى، أما المحور الثاني فقد تم تحصيصه لاستخلاص زيت عطري من الأوكالبتوس يحتوي على الكينولين، ثم تمت دراسة مقارنة حول تأثير هذه المحفزات على المحصول. في المحور الثالث، تم تقييم المنتجات التي تم تحليقها والزيت العطري المستخلص من أجل النشاط المضاد للبكتيريا باستخدام طريقة الانشمار على قرص أجار، ومن أجل النشاط المضاد للأكسدة باستخدام طريقة DPPH للمركبات التي بدت نشطة. تم توصيف المنتجات التي تم الحصول عليها عن طريق التحليل الطيفي بالأشعة تحت الحمراء، والذي أكد وجود المنتجات المتوقعة