

Chapitre IV

Partie Expérimentale

IV-1 Introduction

Cette chapitre explique en détail les méthodes opératoire de synthèse des chalcones de benzimidazole les plus efficace et rapide et économique, avec les plus grandes rendements basé sur notre travail en laboratoire, ainsi que les analyses numériques RMN ^1H et RMN ^{13}C des produits.

IV-2 Les méthodes d'analyses utilisées

CCM (Chromatographie sur Couche Mince)

RMN ^1H (Résonance Magnétique Nucléaire de proton H)

RMN ^{13}C (Résonance Magnétique Nucléaire de Carbon 13)

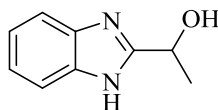
IV-3 Mode Opératoire de synthèse de 2-(α -hydroxyéthyle) benzimidazole

O-Phénylenediamine (0,25 mol) a été mélangée avec de l'acide lactique (0,25 mole) dans un bêcher contient 20ml de l'acide chlorhydrique, le mélange réactionnel est porté au reflux pendant 12h.

Le mélange a été refroidi puis pour neutraliser par l'ajout du NaOH à 10%. Le produit de couleur rose obtenu a été soigneusement lavé avec de l'eau.

Le produit de couleur rose pâle obtenu a été séché sur un four à air chaud et recristallisé avec de l'eau chaude.

Le rendement trouvé est de 62%.



3

IV-4 Mode opératoire de oxydation de 2-(α -hydroxyéthyle) benzimidazole par $K_2Cr_2O_7$

A une solution de 2-(α -hydroxyéthyle) benzimidazole (8,1 g, 50 mM) dans du H_2SO_4 dilué (5% 40 ml) a été ajoutée à température ambiante une solution de $K_2Cr_2O_7$ (9,8 g, 50 mm) dans l'eau (60 ml) et H_2SO_4 concentré (20 ml) d'une manière goutte à goutte, sur une période de 20minute.

Le mélange réactionnel a été agité vigoureusement pendant l'addition. Le solide séparé est filtré et lavé avec de l'eau (3 x 10 ml).

Le précipité a été remis en suspension dans de l'eau (50 ml) et traité avec une solution aqueuse de NH_3 à un pH de 6,0 - 6,5 avec beaucoup d'attention.

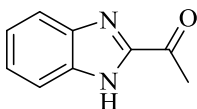
La suspension a été agitée pendant 0,5 heure et on le filtre. Le résidu a été lavé avec de l'eau (3 x 10 ml) et séché pour obtenir 2-acétylbenzimidazole.

IV-4-1 Propriétés et analyse numérique

Rendement : (83%).

Couleur : Rose pâle.

Point de fusion :Mp 142–143°C



4

IR (v en cm^{-1}): 3388.08 (N-H), 3050.25 (=C-H), 2885.60 (C-H,CH₃), 1707.80 (C=O), 1661.73-1507.42 (C=C, Aryl), 1345.39-1139.0 (C-N);

RMN ¹H (δ): 8.536 (S,1H,N-H), 6.704-7.180 (m,4H,Ar-H), 3.676 (S,1H,CH₃);

RMN ¹³C (δ): 190.285 (C=O), 134.767 (fused C), 116.784 (C4-C7), 120.301 (C5-C6), 27.492 (CH₃);

IV-5 Mode opératoire de synthèse des chalcones de benzimidazole

Une solution de 2-acétyl-benzimidazole (3,2 g, 20 mmol) et l'aldéhyde aromatique diversement substitué (de 24 mmol) dans 40 ml de méthanol absolu ont été pris dans un ballon.

L'Hydroxyde de potassium 8,0 g a été ajouté et le mélange réactionnel a été agité pendant 20 min à température ambiante et ensuite irradiée dans un four à micro-ondes domestique pendant 1 minute à 3 minutes à la puissance de 360 watts, la réaction est suivie par chromatographie sur couche mince CCM .

Le mélange réactionnel refroidi à la température ambiante. Puis on le verse sur de l'eau de glace pilée. Le produit obtenu est filtré et lavé avec de l'eau distillée.

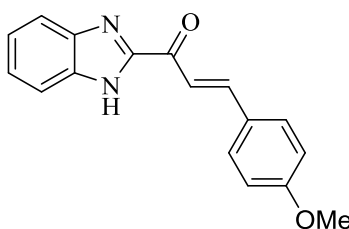
Les composés obtenus **5(a-d)** recristallisés par l'éthanol.

IV-5-1 Propriétés et analyse numérique 1-(1H-benzo[d]imidazol-2-yl)-3-(4-méthoxyphényl) prop-2-en-1-one (5a)

Rendement : (83%).

Couleur : cristaux jaunes.

Point de fusion : Mp 185–187°C



5a

IR (ν en cm⁻¹) : 3253 (N–H), 1651 (C=O), 1573 (C=N),

RMN ¹H (300 MHz,) : δ 13.48 (s, 1H, NH); 8.03 (d, J = 15.9, 1H); 7.96 (d, J = 15.9, 1H); 7.76 (t, J = 14.5 Hz, 2H), 7.59 (d, J = 7.3 Hz, 1H), 7.55 – 7.42 (m, 2H), 7.38 (d, J = 2.9 Hz, 1H), 7.36 (d, J = 3.0 Hz, 1H). 3.79 (s, 3H).

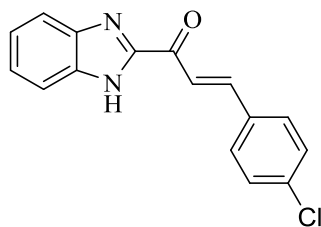
RMN ¹³C (75 MHz, CDCl₃) : δ 181.48, 162.30, 149.11, 145.93, 143.72, 133.85, 131.11, 127.41, 126.29, 123.74, 121.84, 118.63, 114.51, 112.15, 55.45.

IV-5-2 Propriétés et analyse numérique 1-(1H-benzo[d]imidazol-2-yl)-3-(4-chloro-phenyl) prop-2-en-1-one (5b)

Rendement : (89%).

Couleur : Solide Vert jaunâtre.

Point de fusion : MP 201–202°C.



5b

IR (v en cm^{-1}) : 3261 (N–H), 1660 (C=O), 1594(C=N).

RMN ^1H (300 MHz, DMSO- d_6) : δ 13.48 (s, 1H), 8.12 (d, J = 16.1 Hz, 1H), 7.94 (d, J = 16.2 Hz, 1H), 7.87 (d, J = 8.4 Hz, 2H), 7.72 (s, 2H), 7.51 (d, J = 8.4 Hz, 2H), 7.36 (d, J = 3.1 Hz, 1H), 7.34 (d, J = 3.1 Hz, 1H).

RMN ^{13}C (75 MHz, DMSO- d_6) : δ 181.07, 149.14, 142.88, 138.36, 135.83, 133.47, 130.72, 129.34, 124.63, 122.50.

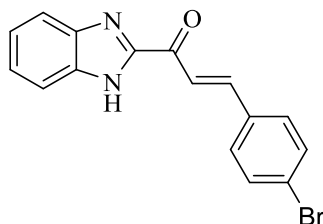
RMN ^{13}C (75 MHz, CDCl_3): δ 181.48, 162.30, 149.11, 145.93, 143.72, 133.85, 131.11, 127.41, 126.29, 123.74, 121.84, 118.63, 114.51, 112.15, 55.45.

IV-5-3 Propriétés et analyse numérique 1-(1H-benzo[d]imidazol-2-yl)-3-(4-bromo-phenyl) prop-2-en-1-one (5c)

Rendement : (84%).

Couleur : Solide Marron.

Point de fusion : M_p 222– 223°C.



5c

IR (ν en cm^{-1}) : 3249 (N–H), 1659 (C=O), 1596 (C=N).

RMN ^1H (300 MHz, DMSO- d_6) : δ 13.44 (s, 1H, NH), 8.14 (d, $J = 16.1$ Hz, 1H), 7.93 (d, $J = 16.1$ Hz, 1H), 7.83 (d, $J = 8.3$ Hz, 2H), 7.72 (s, 2H), 7.67 (d, $J = 8.3$ Hz, 2H), 7.38 (d, $J = 3.0$ Hz, 1H), 7.36 (d, $J = 3.1$ Hz, 1H).

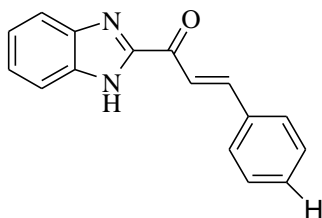
RMN ^{13}C (75 MHz, DMSO- d_6) : δ 181.42, 149.47, 143.34, 134.52, 134.13, 132.64, 132.49, 131.31, 130.94, 126.82, 125.01, 122.90.

IV-8-4 Propriétés et analyse numérique (E)-1-(1H-benzo[d]imidazol-2-yl)-3-phenylprop-2-en-1-one (5d)

Rendement : (93%).

Couleur : cristaux jaunes.

Point de fusion : Mp 196–197°C.



5d

IR (ν en cm^{-1}) : 3241 (N–H), 1656 (C=O), 1592(C=N).

RMN ^1H (300 MHz, DMSO- d_6) δ 13.49 (s, 1H, NH), 8.13 (d, $J = 16.1$ Hz, 1H), 7.98 (d, $J = 16.1$ Hz, 1H), 7.86 (d, $J = 2.9$ Hz, 2H), 7.73 (s, 2H), 7.49 (d, $J = 3.0$ Hz, 3H), 7.37 (dd, $J = 6.0, 3.0$ Hz, 2H).

RMN ^{13}C (75 MHz, DMSO- d_6) δ 180.96, 148.98, 144.21, 134.29, 131.06, 129.11, 128.88, 124.42, 121.58.