

Chapitre III

Résultats et discussions

III-1 Problématique

Suite à une recherche bibliographique sur le 2-Acetylbenzimidazole, nous nous sommes intéressés à la préparation de chalcone benzimidazolyles à partir de 2-Acetylbenzimidazole et en comparant nos résultats avec ceux de la bibliographie.

Le présent chapitre traite des études sur la préparation de la 2-Acetylbenzimidazole basé sur o-phénylènediamine.

La condensation de l'o-phénylènediamine avec l'acide lactique dans des conditions Phillips pour donner le 2- (α -hydroxyéthyl) benzimidazole, suivie par des études d'oxydation avec divers conditions d'oxydations donne 2-acetylbenzimidazole

Puis le 2-acetylbenzimidazole a été converti en leurs dérivés de chalcone par traitement avec différents aryle aldéhyde

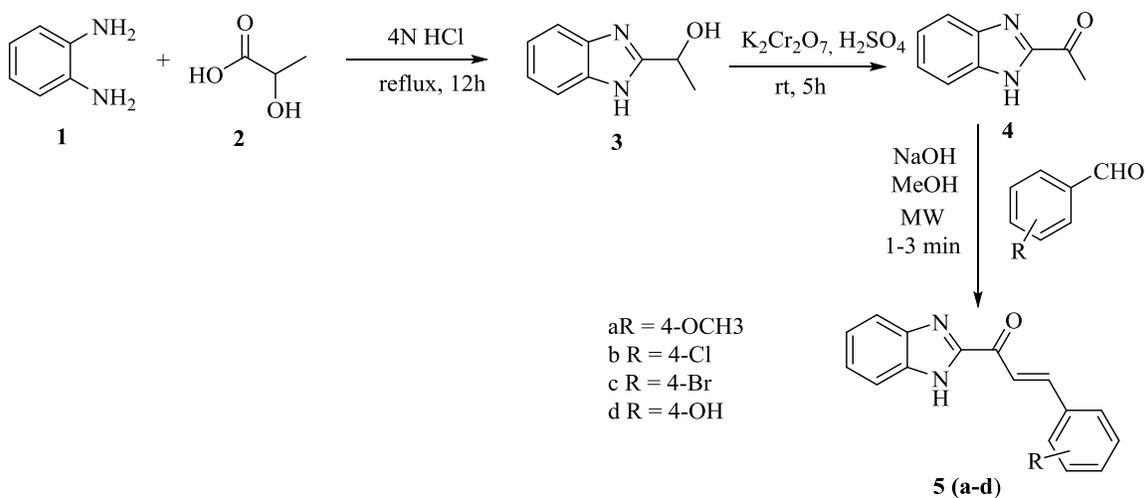


Schéma III.1. synthèse générale de chalcone benzimidazolyle

III-1-1 Synthèse de 2-(α -hydroxyéthyle)benzimidazole

o-phénylènediamine a été condensé avec de l'acide lactique dans des conditions Philips pour obtenir 2-(α -hydroxyéthyle)benzimidazole.

Ce produit est un mélange racémique de deux énantiomères optiquement actifs, peut être facilement purifié par dissolution dans l'acétone chaude, le traitement avec du charbon dans un état chaud, filtration, concentration et refroidissement pour donner un précipité cristallin de 2-(α -hydroxyéthyle)benzimidazole, qui a été trouvé pour être pur par la CCM. À l'état brut, ce produit assez soluble dans l'eau.

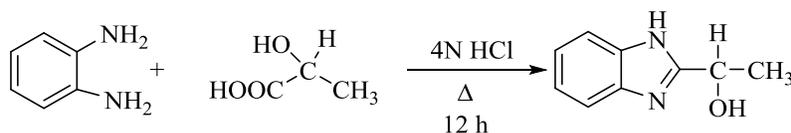


Schéma III.2. *synthèse de 2-(α -hydroxyéthyle)benzimidazole*

III-1-2 Synthèse de 2-acétylbenzimidazole

Les modes opératoires décrits pour la préparation de 2-acétylbenzimidazole impliquent l'oxydation de 2-(α -hydroxyéthyle) benzimidazole avec agent oxydant en dil. L'acide sulfurique suivi d'une neutralisation soigneuse du mélange réactionnel avec une solution aqueuse. La solution a été traité avec l'ammoniac à un pH de 5,5 - 6,0, puis filtré, lavé à l'eau et séché.

Le rendement est d'être signalés autour de 60% avec le produit étant suffisamment pur à la CCM.

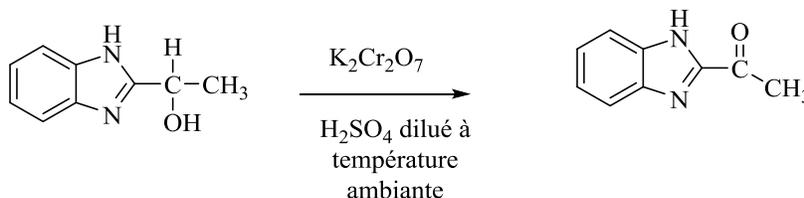


Schéma III.3. *Synthèse de 2-acétylbenzimidazole*

III-1-3 Synthèse des chalcones de benzimidazolyle

Une série de chalcones de benzimidazolyle ont été synthétisés par réaction de condensation de 2-acétyl benzimidazole avec différentes aldéhydes aromatiques en présence de NaOH dans une microonde domestique adaptée.

Le mélange entier vigoureusement agité pendant 20 minutes, il devient visqueuse lorsqu'on le mis dans micro-ondes à 60% de la puissance sur une période de 2-3minutes. le produit résultant refroidi et dilué avec de l'eau froide et on le neutralise avec HCl dilué.

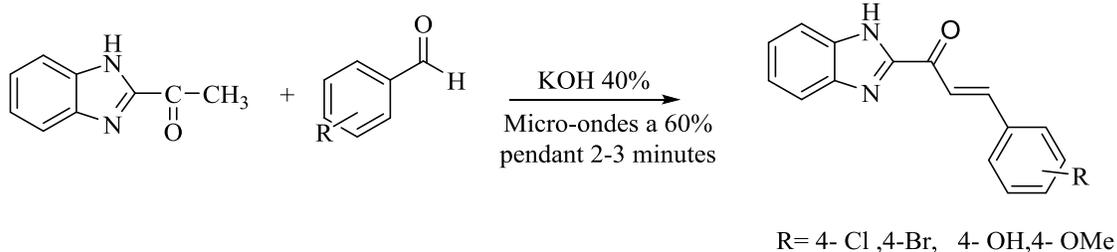


Schéma III.4. Synthèse des chalcones de benzimidazolyle

La structure de composé 1-(1H-benzo[d]imidazol-2-yl)-3-(4-méthoxyphényl)prop-2-en-1-one (5b) a été établie à partir des données spectrales RMN 1H et RMN 13C. Nous avons l'apparition des signaux caractéristiques suivants:

Tous les pics dans la région 7.94-8.78 ppm correspondant aux protons aromatiques.

On remarque des signaux caractéristiques sous forme doublet dans 7.61-7.64 ppm, correspondant aux protons H de la double liaison, on remarque aussi des signaux caractéristiques dans 11.57 ppm sous forme de singulet, correspondant au proton H de l'azote, et des signaux caractéristiques dans 4.54 ppm sous forme de singulet, correspondant aux protons H de groupement méthyle.

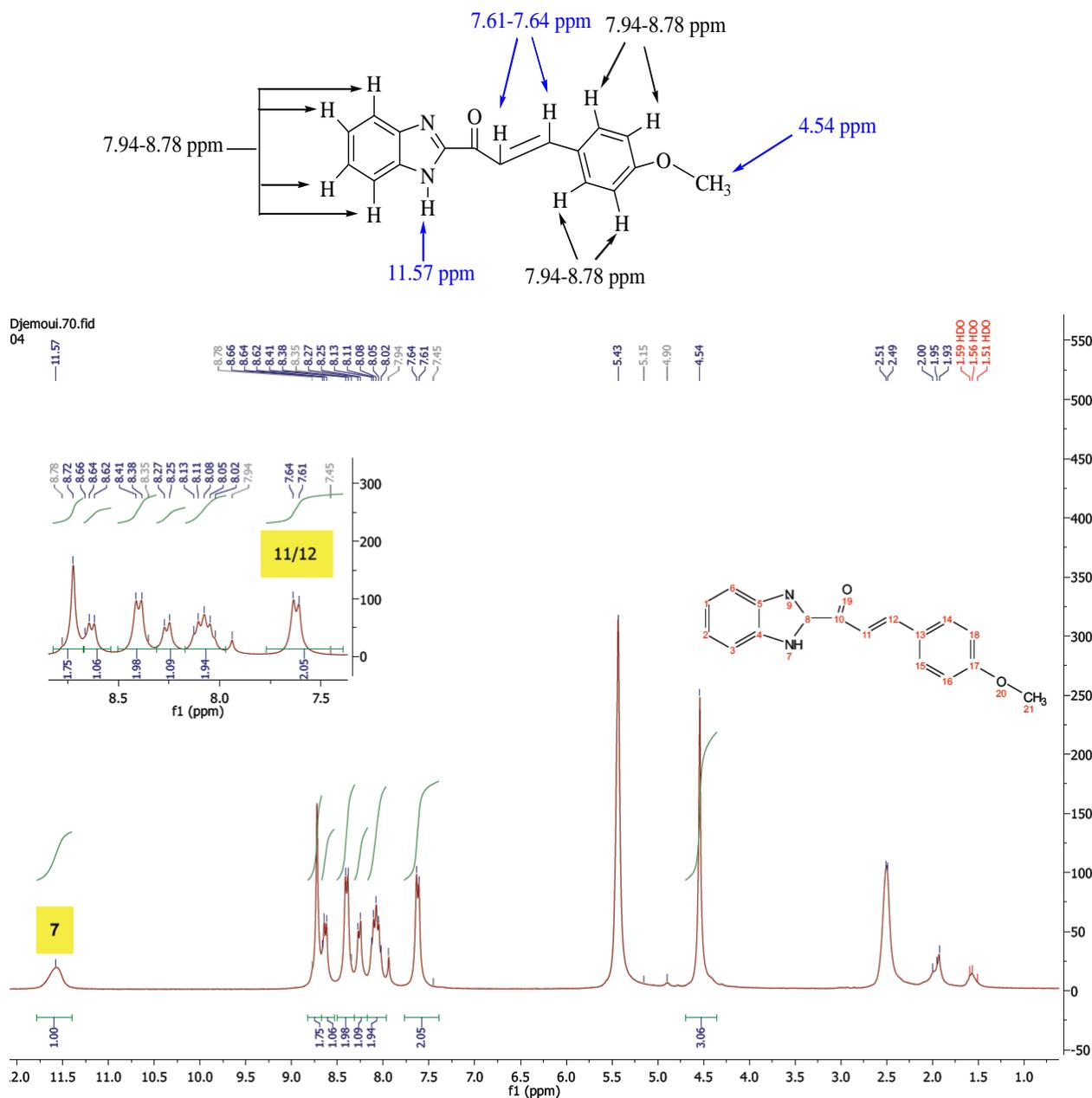


Figure III.1. Spectre RMN 1H de 1-(1H-benzo[d]imidazol-2-yl)-3-(4-méthoxyphényl) prop-2-én-1-one (5b)

Dans le spectre de (RMN ¹³C) de composé 1-(1H-benzo[d]imidazol-2-yl)-3-(4-méthoxyphényl) prop-2-én-1-one (5b), On remarque des signaux caractéristiques de fonction carbonyle apparaît dans 181.61 ppm, et de double liaison apparaissent dans 146.07 ppm et dans 121.98 ppm, et de groupement méthyle apparaît dans 55.60 ppm.

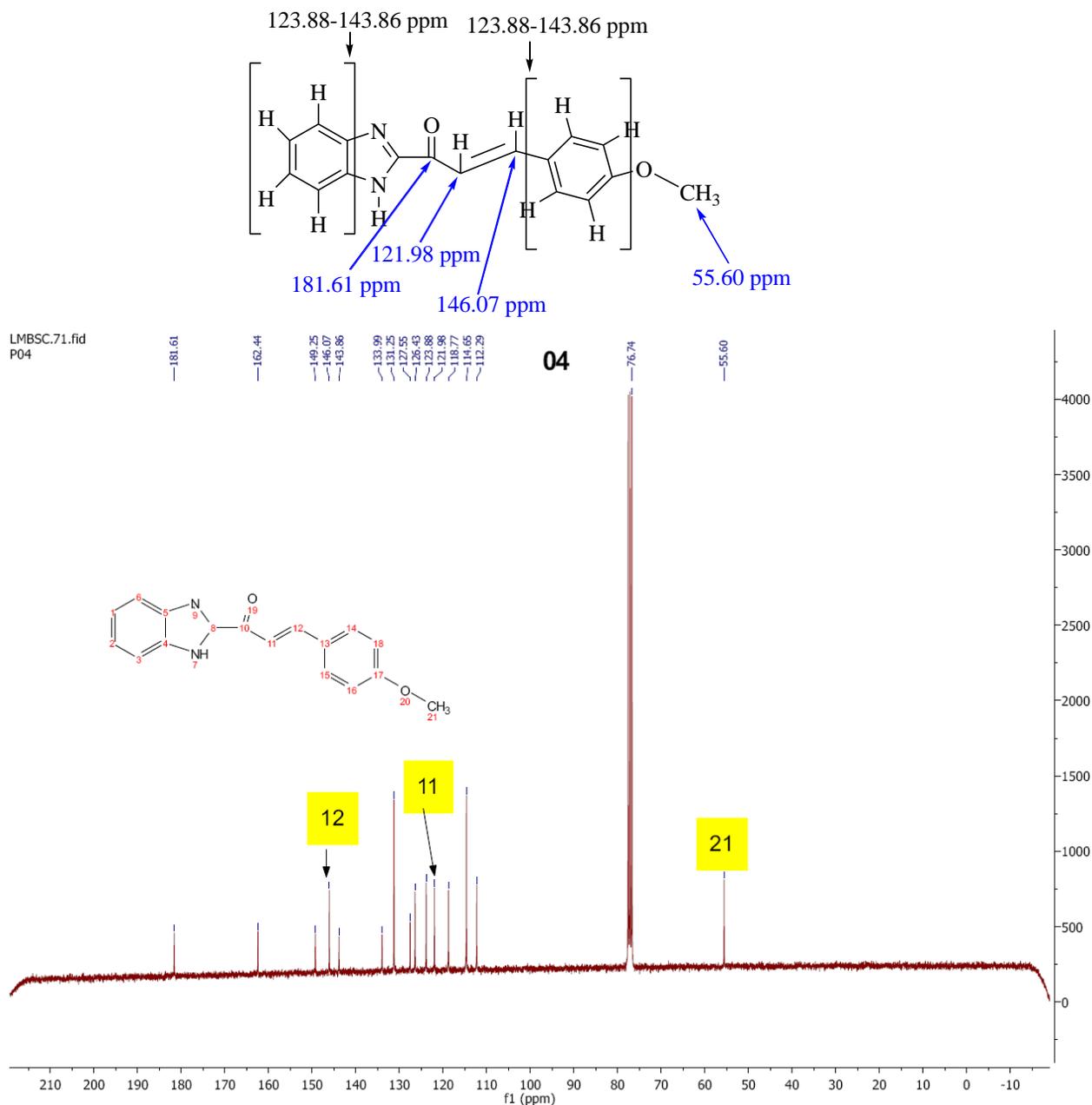


Figure III.2. Spectre RMN ¹³C de 1-(1H-benzo[d]imidazol-2-yl)-3-(4-méthoxyphényl)prop-2-én-1-one (5b)

La structure de composé 1-(1H-benzo[d]imidazol-2-yl)-3-(4-Chlorophényl)prop-2-en-1-one (5c) a été établis à partir des données spectrales RMN ¹H et RMN ¹³C . Nous avons l'apparition des signaux caractéristiques suivants:

Tous les pics dans la région 7.72-8.15 ppm correspondants aux protons aromatiques.

On remarque des signaux caractéristiques sous forme doublet dans 7.36-7.52 ppm, correspondant aux protons H de la double liaison, on remarque aussi des signaux caractéristiques dans 13.45 ppm sous forme de singulet, correspondant au proton H de l'azote.

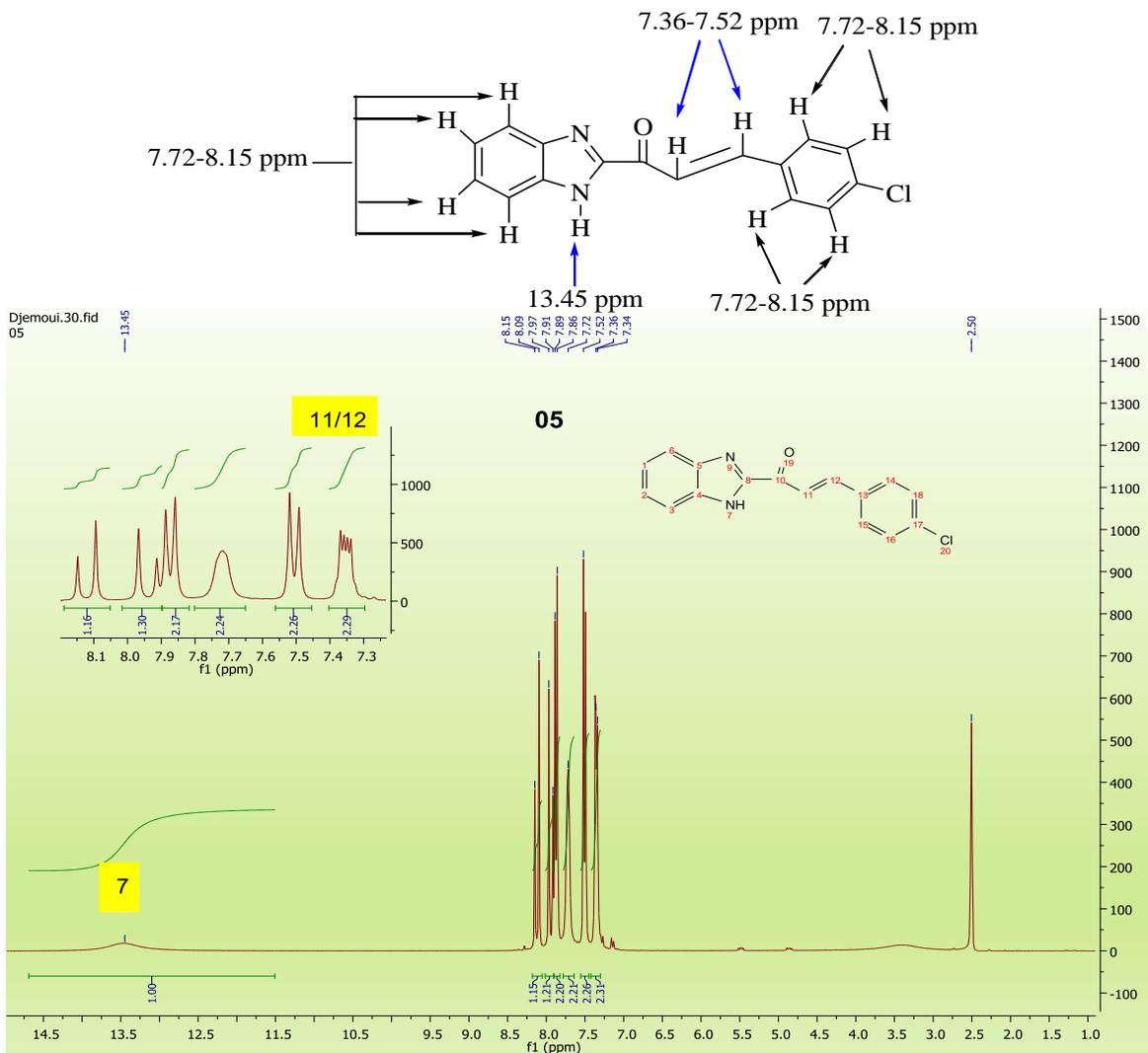


Figure III.3. Spectre ¹H de 1-(1H-benzo[d]imidazol-2-yl)-3-(4-Chlorophenyl) prop-2-en-1-one (5c)

Dans le spectre de (RMN ^{13}C) de composé 1-(1H-benzo[d]imidazol-2-yl)-3-(4-Chlorophenyl) prop-2-en-1-one (5c), On remarque des signaux caractéristiques de fonction carbonyle apparaît dans 181.91 ppm, et de double liaison apparaissent dans 148.99 ppm et dans 119.94 ppm, et de groupement méthyle apparaît dans 55.60 ppm,

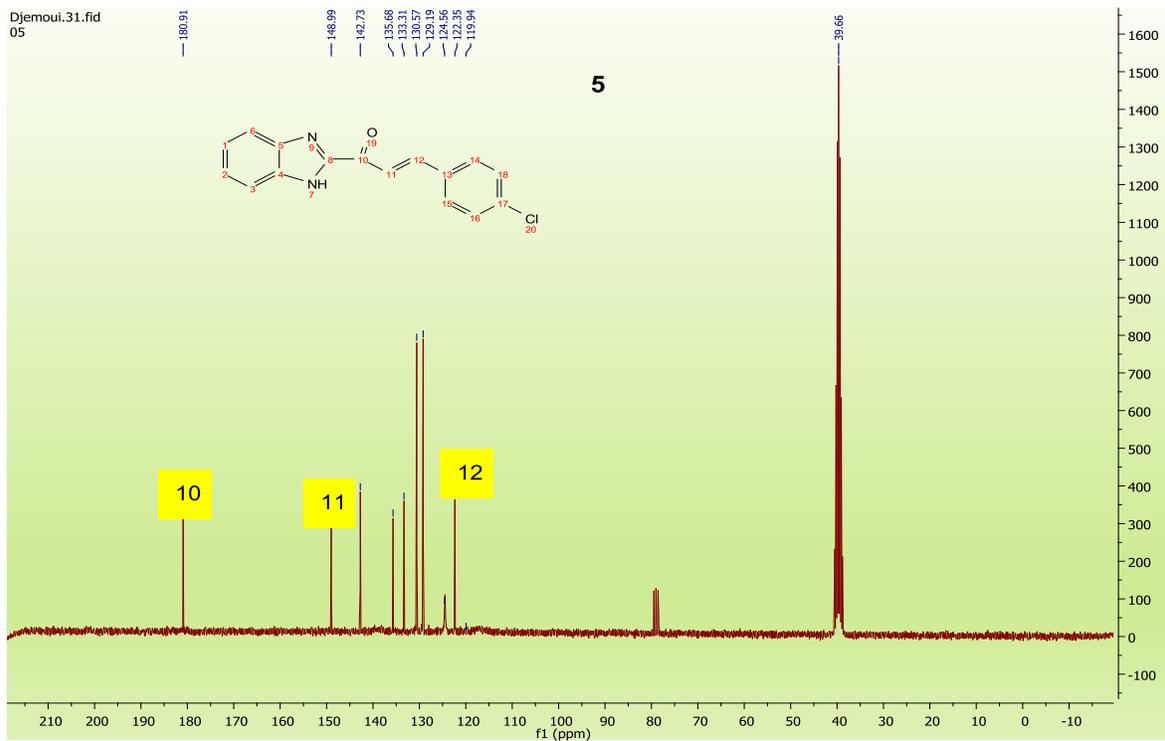
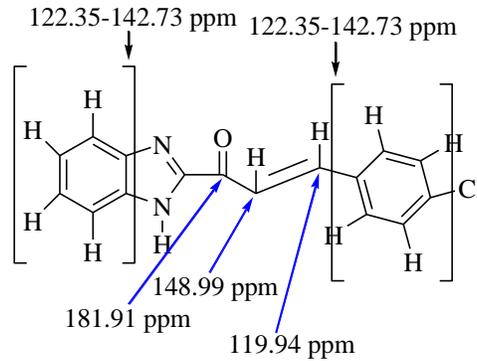


Figure III.4. Spectre ^{13}C de 1-(1H-benzo[d]imidazol-2-yl)-3-(4-Chlorophenyl) prop-2-en-1-one (5c)