

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur Et de La Recherche Scientifique



Université de Ghardaïa

N° d'ordre :
N° de série :

Faculté des Sciences et Technologies
Département des Sciences et Technologie

Mémoire présenté en vue de l'obtention du diplôme de

MASTER

Domaine : *Sciences et Technologies*

Filière : *génie de procédé*

Spécialité : *génie chimique*

Par : Khadidja BEN SAHA

Mémoire

Synthèse des (methoxy carbonyl methyl) diphenyl phosphine

Soutenu publiquement le : 24 /06/2018

Devant le jury :

Mr. Laadjal BOUMADIENE	M.A.A	Univ. Ghardaïa	Président
Mr. Belkacem HAMADI	M.C.B	Univ. Ouarghela	Examineur
Mr. Salah AGGOUNE	M.A.A	Univ. Ghardaïa	Examineur
Mr. Abd Hakim LAKHADARI	M.A.A	Univ. Ghardaïa	Examineur
Mr. Lakhdar SEKHRI	Professeur	Univ. Ouarghela	Invité
Mr. Khaled MANSOURI	M.C.B	Univ. Ghardaïa	Encadreur

Année universitaire 2017/2018

DEDICACES

A mes très chers parents .

A mon frères : Abde Ghani .

A mes sœurs : Amina, Halima, Bouchra.

Pour l'amour qu'ils m'ont témoigné, et le soutien qu'ils m'ont apporté.

A mon fiancé : Guerbati Abde Raouf et la famille Guerbati pour son soutien et ses encouragements.

A mon Encadreur : Mansouri Khaled .

À mes amies.

A tout ceux qui me sont chers.

Je dédie ce modeste travail, en signe de reconnaissance et de profonde affection.

KHADIDJA

Remerciment



Ce projet de mémoire auront été pour moi une période très riche d'un point de vue technique et humain.

Je tiens tout d'abord à remercier Dieu, le tout-puissant, qui m'a aidé à réaliser ce travail.

J'adresse mes sincères remerciements au professeur M.MANSOURI KHALED professeur à l'université de GHRDAIA, pour m'avoir proposé ce intéressant sujet et dirigé mon travail.

Je tiens à remercier plus particulièrement mon fiancé ABDE RAOUF pour m'ont encouragé à faire ce projet.

Je remercie également mes collègues de laboratoire desquels je garde de bons souvenirs.

RESUME

Les oxydes de phosphine sont des composés phosphorés de formule OPX_3 . Lorsque X est un alkyle ou un aryle, on parle alors d'oxydes d'organophosphine, avec l'oxyde de triphénylphosphine.

Notre travail repose sur deux axes:

- **Le premier axe** : nous avons verdis le composé (méthoxycarbonylméthyl) diphényl phosphine en fonction de plusieurs processus différents de l'unité.
 - caractériser et déterminer la structure du composite au moyen d'une chromatographie analytique en couche mince et d'un point de fusion et d'une spectroscopie d'absorption de la spectroscopie UV-visible et infrarouge.
- **Dans le deuxième axe** : Ce composé est appliqué dans le domaine biologique par l'étude de l'activité antibactérienne par quatre souche staphylocoques, Escherichia coli, pseudomonas aeruginosa, salmonella.

Les mots clés : sel phosphonium , oxydation ,oxyde phosphine.

الملخص

أكاسيد الفوسفين هي مركبات الفسفور من الصيغة OPX₃. عندما يكون X هو alkyl أو aryl، يستخدم مصطلح oxides organophosphine مع triphenylphosphine oxide.

يرتكز عملنا على محورين:

• **المحور الأول:** قمنا بتخضير المركب (ميثوكسي كربونيل ميثيل) ثنائي فينيل الفوسفين اعتماد على عدة عمليات مختلفة للوحدة

➤ لتوصيف وتحديد هيكل المركب بواسطة أساليب اللوني التحليلي طبقة رقيقة ونقطة انصهار ومطيافية امتصاص الأشعة فوق البنفسجية - مرئية ومطياف الأشعة تحت الحمراء.

• **في المحور الثاني:** يطبق هذا المركب في الحقل البيولوجي من خلال دراسة النشاط المضاد للبكتيريا

بأربعة سلالة من البكتيريا، Escherichia coli، Pseudomonas aeruginosa، Salmonella

الكلمات المفتاحية: ملح الفوسفونيوم، الأكسدة، أكسيد الفوسفين.

BSTRACT

Phosphine oxides are phosphorus compounds of the OPX₃ formula. When X is alkyl or aryl, the term is used organophosphine oxides with triphenylphosphine oxide.

Our work is based on two axes:

• **The first axis:** we greened the compound (methoxy carbonyl methyl) diphenyl phosphine depending on several different processes of the unit.

- for characterization and determination of the structure of the composite by means of analytical chromatography thin film layer and fusion point and spectroscopy absorption of UV-visible and infrared spectroscopy.

• **In the second axis:** This compound is applied in the biological field through the study of antibacterial activity in four strains of bacteria, staphylococques, Escherichia coli, Pseudomonas, aeruginosa, Salmonella.

Key words: phosphonium salt, oxidation, phosphine oxide.

Sommaire

<i>Liste des figures</i>	
<i>Liste des tableaux</i>	
<i>Liste des abreviation</i>	
<i>Introduction</i>	<i>1</i>
<i>Chapitre I : Synthèses Oxydes De Phosphine</i>	
<i>I- Les Phosphines :</i>	<i>3</i>
<i>II-Phosponium :</i>	<i>3</i>
<i>III-Les Oxydes De Phosphine :</i>	<i>4</i>
<i>III-1-A Proprietes De L'oxyde De Triphenylphosphine.</i>	<i>5</i>
<i>III-2- Triphenylphosphine :</i>	<i>5</i>
<i>III-2-A-Proprietes De Triphenylphosphine.</i>	<i>6</i>
<i>III-2-B-Preparation De Triphenylphosphine.</i>	<i>6</i>
<i>IV- Principales Réactions Organiques :</i>	<i>7</i>
<i>IV-1- Réaction De Wittig :</i>	<i>8</i>
<i>V- Réactions Avec Les Composés Inorganiques Et Les Organometalliques :</i>	<i>8</i>
<i>VI- Utilisation En Chimie Organophosphorique :</i>	<i>8</i>
<i>VI-1- Reaction D'appel :</i>	<i>9</i>
<i>VI-2- Réaction De Mitsunobu :</i>	<i>10</i>
<i>VI-3- Réaction De Staudinger :</i>	<i>10</i>
<i>Bibliographie</i>	<i>11</i>
<i>Chapitre II : Les Méthodes</i>	
<i>I-Distillation :</i>	<i>14</i>
<i>I-1- Principe De Distillation :</i>	<i>14</i>
<i>I-2- Types De Distillation Au Laboratoire :</i>	<i>14</i>
<i>I-2-1-Distillation Simple :</i>	<i>14</i>
<i>I-2-2- Rectification (Distillation Avec Reflux) :</i>	<i>15</i>
<i>I-2-3-Distillation Par La Méthode De Flash :</i>	<i>15</i>
<i>II- L'extraction :</i>	<i>16</i>
<i>II-1-L'extraction Liquide – Liquide :</i>	<i>16</i>
<i>II-2-Facteurs Influençant Le Procède D'extraction :</i>	<i>16</i>

<i>II-2-1- Solvants D'extraction :</i>	<i>16</i>
<i>II-2-1-2-Quelques Solvants D'extraction :</i>	<i>17</i>
<i>II-2-2-Temperature D'extraction :</i>	<i>17</i>
<i>II-3-L'extraction Liquide - Liquide Discontinue :</i>	<i>18</i>
<i>III- La Recristallisation :</i>	<i>19</i>
<i>III-1- Principe :</i>	<i>19</i>
<i>III-2- Choix Du Solvant De Cristallisation :</i>	<i>19</i>
<i>III-3-Techniques De La Recristallisation A Chaud A Un Solvant :</i>	<i>19</i>
<i>III-3-1- Mise En Solution A Chaud :</i>	<i>19</i>
<i>III-3-2-Filtration :</i>	<i>20</i>
<i>III-3-3- Concentration :</i>	<i>20</i>
<i>III-3-5- Collecte De Cristaux :</i>	<i>21</i>
<i>IV-Cristallisation :</i>	<i>22</i>
<i>IV-1- Avantages :</i>	<i>22</i>
<i>IV-2- Inconvénients.</i>	<i>22</i>
<i>IV-3- Types De Cristallisation Extractive.</i>	<i>22</i>
<i>V-Filtration :</i>	<i>23</i>
<i>V-1- Définitions.</i>	<i>23</i>
<i>V-2- Classification :</i>	<i>23</i>
<i>Bibliographie</i>	<i>24</i>

Chapitre III : Les Méthodes des Analyse

<i>I-Synthèse Et Méthodes D'analyse :</i>	<i>26</i>
<i>I.1 Le point de fusion :</i>	<i>26</i>
<i>I.2 Spectroscopie d'absorption ultraviolette – visible (uv-vis) :</i>	<i>26</i>
<i>I.2.1 Principe uv :</i>	<i>27</i>
<i>I.2.2 Types de transition et chromophores :</i>	<i>27</i>
<i>I.2.3 Transitions électroniques des composés organiques :</i>	<i>27</i>
<i>I.2.4 Effet des substituant sur l'absorption :</i>	<i>29</i>
<i>I.2.5 Techniques expérimentales :</i>	<i>30</i>
<i>I.3 Spectrometrie infrarouge.</i>	<i>30</i>
<i>I.3.1 Modes de vibrations moléculaires :</i>	<i>31</i>

<i>I.4 Chromatographie analytique sur couche mince (ccm):</i>	32
<i>I.4.1 Principe :</i>	32
<i>I.4.2 Protocole de ccm sur gel de silice :</i>	32
<i>I.4.3 Protocole de ccm sur gel de polyamide :</i>	32
<i>I.4.4 Protocole de ccm sur gel de cellulose :</i>	33
<i>I.4.5 Chromatographie Sur Couche Mince (Ccm) Preparative</i>	33
<i>I.5 La Résonance Magnétique Nucléaire (RMN) :</i>	34
<i>I.5.1 RMN Proton (1H) :</i>	34
<i>I.5.2 Partie activité biologique :</i>	34
<i>I.5.3 Définition de microbiologie :</i>	34
<i>I.5.4 Rappel sur les bacteriennes utilisees :</i>	35
<i>I.5.5 Pseudamonas aeruginosa.</i>	35
<i>I.5.6 Staphylocoques :</i>	35
<i>I.5.7 Antibiotique :</i>	35
<i>I.5.8 Les milieux de culture :</i>	36
<i>Bibliographie</i>	37

Chapitre IV : Partie Expérimentale

<i>I Partie 1 : synthèse d'oxyde de phosphine.</i>	41
<i>I.1 Matériel utilisée :</i>	41
<i>I.2 Mode opératoire :</i>	41
<i>I.2.1 Expérience 1 (oxydation) :</i>	41
<i>I.3 Rendement :</i>	44
<i>II Partie 1 : Analyse physicochimique :</i>	45
<i>II.1 Matériel utilisée :</i>	45
<i>II.2 Propriétés physiques :</i>	45
<i>II.3 les point de fusion :</i>	45
<i>II.4 Analyse par Chromatographie Sur Couche Mince (CCM).</i>	46
<i>II.4.1 Préparation des plaques :</i>	46
<i>II.4.2 Rapport frontal :</i>	49
<i>II.5 Analyse par UV/Vis :</i>	49
<i>II.6 Analyse par IR :</i>	50

<i>III Partie 3 : Analyse Activite Biologique :</i>	<i>51</i>
<i>III.1 Materiel utilisee :</i>	<i>51</i>
<i>III.2 Préparation des dilutions de MCMDP :</i>	<i>51</i>
<i>III.3 PREPARATION DES DISQUES :</i>	<i>52</i>
<i>III.4 Préparer de milieux de culture (gélose nutritif) :</i>	<i>53</i>
<i>III.5 Les souches antibactériennes utilisées :</i>	<i>54</i>
<i>III.6 Antibiotique :</i>	<i>54</i>
<i>III.7 Inoculum :</i>	<i>54</i>
<i>III.8 Ensemencemen :</i>	<i>55</i>
<i>III.9 Incubation et Lecture :</i>	<i>55</i>
<i>Conclusion</i>	<i>57</i>

LISTE DES FIGURES

Figure1 : Formule générale de phosphonium.	3
Figure2 : Formule générale des oxydes d'organophosphine.....	4
Figure3 : Formule générale de l'oxyde de triphénylphosphine.	5
Figure4 : Formule générale de triphénylphosphine.....	6
Figure 5 : Schéma Préparation De Triphenylphosphine.....	7
Figure 6 : Réaction de la synthèse organique sels de phosphonium	7
Figure 7 : Réaction de synthèse organique de phosphoranes.	7
Figure 8 : Réaction de Wittig.	8
Figure 9 : Réaction d'Appel.	9
Figure10 : Réaction de Mitsunobu.	10
Figure 11 : Réaction de Staudinger.	11
Figure 12 : Distillation simple.	15
Figure13 : divers modèles d'ampoules à décanter	18
Figure14 : processus d'extraction.	18
Figure15 : processus d'extraction.	18
Figure 16 : recristallisation à chaud à un solvant.	20
Figure 17 : Schéma de filtration à chaud.	20
Figure 18 : Schéma de cristallisation à froid.	21
Figure 19 : Schéma de filtration des cristaux.	21
Figure 20 : Les transitions énergétiques.	27
Figure 21 : transition électroniques rencontrées en chimie organique.	29
Figure 22 : Effet sur le coefficient d'absorption.....	29
Figure 23 : Un spectromètre monofaisceau.....	30
Figure24 : Symétrique asymétrique.....	31
Figure 25 : Modes de vibration.....	32
Figure26 "kB" : l'organigramme général de la procédure expérimental.....	40
Figure 27"kB" : Réaction de la synthèse de diphenylphosphine.	41
Figure28 "kB" : Oxydation de MCMDP.....	42
Figure29 "kB" : Distillation de benzène.	42
Figure 30"kB" : Extraction de MCCMDP.	43
Figure31 "kB" : Séchage de MCMDP.	43
Figure32 "kB" : Recristallisation de MCMDP.....	43

Figure33 "kB" : Filtration sous vide de MCMDP.....	44
Figure34 "kB" : Produit MCMDP.....	44
Figure35 "kB" : Appareil de point de fusion (SMP20-stuart).....	46
Figure36 "kB" : Exp 1 CCM de MCMDP.	46
Figure37 "kB" : Exp 2 CCM de MCMDP	47
Figure38 "kB" : Exp 3 CCM de MCMDP	47
Figure39 "kB" : Exp 4 CCM de MCMDP	48
Figure40 "kB" : Exp 5 CCM de MCMDP	48
Figure41 "kB" : Spectre UV-vis de MCMDP.....	49
Figure 42"kB" : Spectre infrarouge de MCMDP.....	50
Figure43 "kB" : Les disques d'wattman stérilisés.....	52
Figure44 "kB" : la préparation de milieux de culture (gélose nutritif).....	53
Figure45 "kB" : Milieux De Culture (Gélose Nutritif) Stérilise.....	53
Figure 46"kB" : Souches bactériennes ATCC.....	54
Figure 47"kB" :l'activité antibactérienne de MCMDP.....	55
Figure48 "kB" : Zone d'inhibition dane souche de Staphylococcus Aureus.....	55

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1: Propriétés analytique et physique de l'oxyde de triphénylphosphine.....	5
Tableau 2: Propriétés analytique et physique de triphénylphosphine.	6
Tableau 3: avantages et inconvénients de quelques solvants usuels pour les extractions.....	17
Tableau 4: les réactifs et les solvants utilisés dans la présente étude.....	26
Tableau 5"kB" : propriétés physiques et chimiques de MCMDP.....	45
Tableau 6"kB" : Rapport frontal les cinq expériences.....	49

LISTE DES ABREVEATION

MCMDP:	(Methoxy Carbonyl Methyl)Diphenyl Phosphine
TPPO	L'oxyde De Triphenylphosphine.
THF	Triphénylphosphine.
CCM	Chromatographie Sur Couche Mince.
UV-Vis	Ultraviolet/Visible.
IR	Infrarouge.
RMN	La Résonance Magnétique Nucleaire.
F	Point De Fusion.
Rd	Rendement.
Rf .	Rapport frontal.
ATCC	American type culture collection.
ATB	Antibiotique.
DMI	Diamètres D'inhibition.

INTRODUCTION

Introduction

INTRODUCTION GENERALE

L'oxyde de phosphine est le composé le plus important dans le domaine de la chimie et de la biologie ces dernières années en raison de son effet inhibiteur contre la corrosion et son effet contre les bactéries, ce qui explique notre intérêt pour les oxydes de phosphine.

Le travail que nous présentons dans ce mémoire est subdivisé en quatre chapitres et une Conclusion générale.

- Le premier chapitre est consacré à une étude bibliographique axée sur les phosphonium et les oxydes de phosphine et différents méthodes et mécanismes des réactions.
- Le deuxième chapitre est de présenter l'unité d'opérations utilisée dans notre travail, et de définir le principe de base de toute opération de l'unité.
- Le troisième chapitre est d'introduire les types d'analyses physico-chimiques utilisées dans notre travail et d'expliquer l'étude de l'activité antibactérienne pour étudier notre composé et connaître ses propriétés.
- Le quatrième chapitre les résultats obtenus de la synthèse, de la caractérisation spectrale et l'identification des structures de nos composés et leurs activités antibactériennes.

Notre travail à réaliser au niveau de quatre laboratoires :

- Les réactions de synthèse de nos composés ont été réalisés au laboratoire de chimie de Faculté des sciences appliquées de l'université Kasdi Merbah Ouargla.
- Nous avons étudié l'analyse de chimie physique dans le laboratoire de recherche de la Faculté des Sciences Naturelles et de la Vie de l'Université de Ghardaïa.
- La préparation des souches bactériennes dans le laboratoire ABN Alhitim à Ghardaïa Matlili.
- l'étude de l'activité antibactérienne dans le laboratoire de microbiologie de Faculté des Sciences Naturelles et de Vie de l'Université de Ghardaïa.

Chapitre I :
Synthèses Oxydes De Phosphine.

I- Les Phosphines :

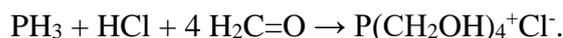
Les phosphines sont les hydrides phosphorés ou les dérivés d'elles. Le principale hydride du phosphore est la phosphine (PH₃) (dans d'autre terme le phosphore est connecté toujours au carbone ou a l'hydrogène), un gaz incolore, T_p : 87.7 C°, T_f : - 133.5 C°, un peu soluble dans l'eau, spontanément inflammable dans l'air, et a une odeur de poisson forte

La phosphine est aussi un analogue ressemblé à l'ammoniac dans la formation des complexes avec les sels métalliques. Les phosphines d alkyl sont formées de la substitution des atomes d'hydrogène par des groupements d alkyls [1].

II-Phosphonium :

Le cation phosphonium (plus rarement phosphinium) est un cation polyatomique de formule PH₄⁺, mais le terme désigne également ses dérivés substitués PR₄⁺ [2].

Les sels du composé parent sont peu courants, mais cet ion est un intermédiaire dans la préparation industrielle du chlorure de tétrakis(hydroxyméthyl) phosphonium, un composé important :



Les sels de phosphonium organiques sont des réactifs communs en laboratoire. Ceux avec une liaison P-H sont produits par protonation des phosphines :

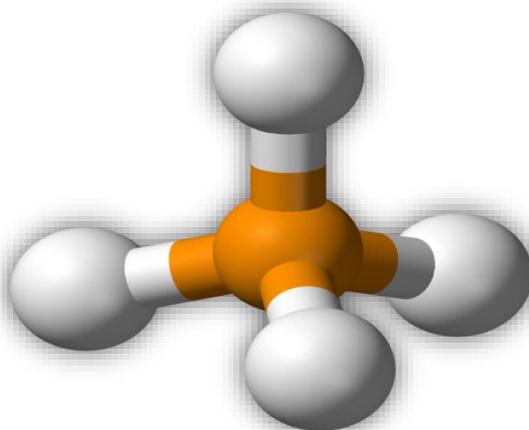
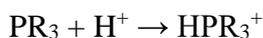


Figure 1: Formule générale de phosphonium.

III-Les Oxydes De Phosphine :

Les oxydes de phosphine sont des composés phosphorés de formule OPX_3 . Lorsque X est un alkyle ou un aryle, on parle alors d'oxydes d'organophosphine, avec l'oxyde de triphénylphosphine comme exemple ; le trichlorure de phosphoryle (Cl_3PO) est un oxyde de Phosphine inorganique.

Les oxydes de phosphine sont des composés thermostables, ne se décomposant qu'au-dessus de $450\text{ }^\circ\text{C}$ [2].

Le terme « phosphoryle » réfère au groupe fonctionnel avec une liaison double phosphore-oxygène.

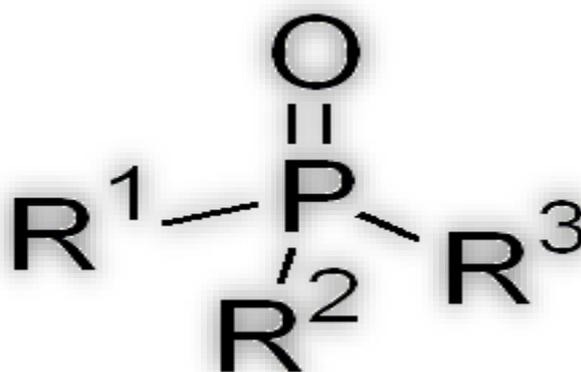


Figure 2 : Formule générale des oxydes d'organophosphine.

III-1- L'oxyde De Triphénylphosphine :

L'oxyde de triphénylphosphine (TPPO) est un composé chimique de formule $OP(C_6H_5)_3$, ce qu'on abrège souvent en écrivant Ph_3PO , « Ph » représentant un groupe phényle $-C_6H_5$. Il se présente sous la forme d'un solide cristallisé combustible incolore faiblement volatil à l'odeur désagréable et faiblement soluble dans l'eau. C'est un sous-produit fréquent dans les réactions impliquant la triphénylphosphine. Il est couramment utilisé pour induire la cristallisation de composés chimiques [3].

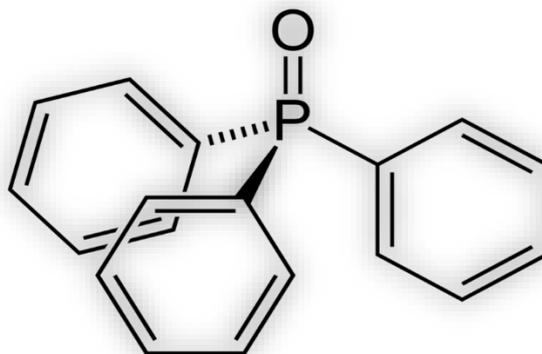


Figure 3: Formule générale de l'oxyde de triphénylphosphine.

III-1-A Propriétés De L'oxyde De Triphenylphosphine.

Tableau 1: Propriétés analytique et physique de l'oxyde de triphénylphosphine.

Composé	Formule Moléculaire	Masse Moléculaire	Point de fusion	Etat physique
l'oxyde de triphénylphosphine	C ₁₈ H ₁₅ OP	278,2849	155 à 158 °C	solide cristallisé blanc jaunâtre à l'odeur déplaisante

III-2- Triphenylphosphine :

La triphénylphosphine ou triphénylphosphane (IUPAC), est un composé organophosphoré de formule $P(C_6H_5)_3$ - parfois abrégé en PPh_3 ou Ph_3P . Il est largement utilisé dans la synthèse de composés organiques et d'organométalliques. C'est un composé relativement stable qui existe sous la forme d'un solide cristallin à température ambiante et qui se dissout dans les solvants non-polaires comme le benzène [4].

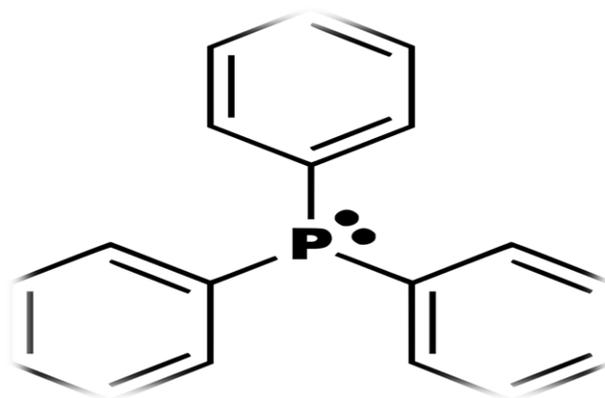


Figure 4: Formule générale de triphénylphosphine.

III-2-A-Propriétés De Triphenylphosphine.

Tableau 2: Propriétés analytique et physique de triphénylphosphine.

Composé	Formule Moléculaire	Masse Moléculaire	Point de fusion	Etat physique
Triphénylphosphine	$C_{18}H_{15}P$	262,2855	80 °C	cristaux blancs sans odeur

III-2-B-Préparation De Triphenylphosphine.

Même si elle n'est pas chère, la triphénylphosphine peut être préparée en laboratoire par traitement du trichlorure de phosphore avec le bromure de phénylmagnésium ou le phényllithium. La synthèse industrielle met en jeu la réaction de Friedel-Crafts entre le trichlorure de phosphore et le benzène. La triphénylphosphine peut être recristallisée soit dans l'éthanol chaud soit dans l'isopropanol chaud. Cette purification est parfois conseillée pour enlever l'oxyde de triphénylphosphine, de formule $OP(C_6H_5)_3$, qui s'est formé par oxydation lente par l'air [4].

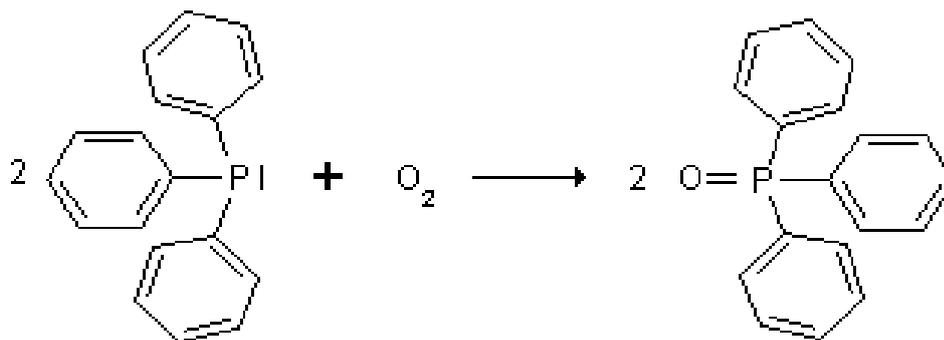


Figure 5: Schéma Préparation De Triphenylphosphine.

IV- Principales Réactions Organiques :

$P(C_6H_5)_3$ est largement utilisé en synthèse organique. La réaction du $P(C_6H_5)_3$ sur les halogénoalcane conduit à des sels phosphoriques appelés aussi sels de phosphonium.



Figure 6: Réaction de la synthèse organique sels de phosphonium .

Ces sels réagissent avec des bases fortes (type organométalliques par exemple les organolithiens, ions amidures $-NH_2^-$ ou hydruure H^-), des bases moins fortes pouvant être utilisées dans certain cas) pour former des ylures de phosphore, appelés aussi phosphoranes.

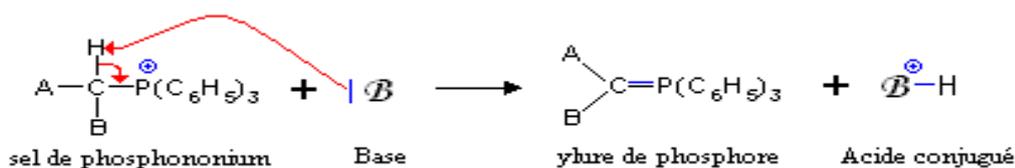
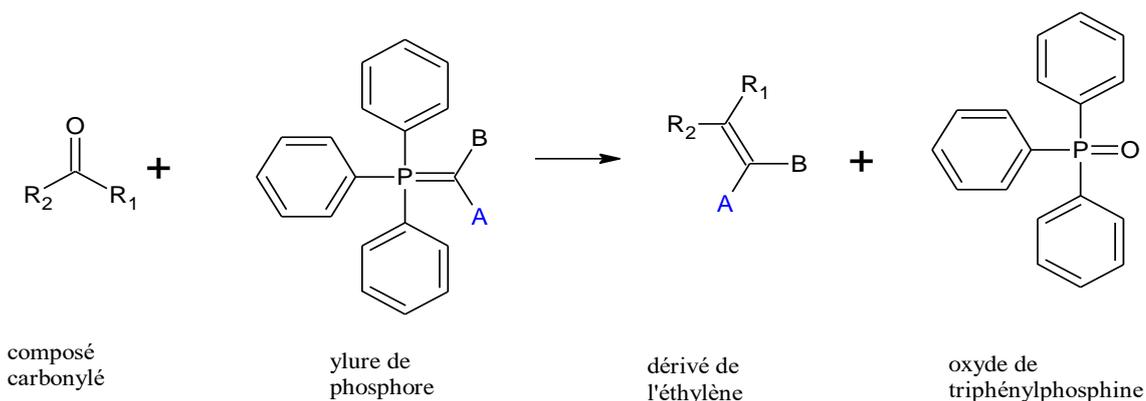


Figure 7: Réaction de synthèse organique de phosphoranes.

Ces molécules sont utilisées en particulier dans la Réaction de Wittig, où, créées in situ, elles réagissent avec des composés carbonylés, aldéhydes ou cétones, pour former des dérivés éthyléniques, voire des alcènes[4].

IV-1- Réaction De Wittig :**Figure 8:** Réaction de Wittig.

Le mécanisme de la réaction de Wittig est assez classique, et il peut facilement s'adapter au différente variante de la réaction (Horner-Wadsworth-Emmons, Wittig-Horner etc...). Dans un premier temps On forme un ylure (cet ylure peut être commercial, c'est le de certains ylures stabilisés), l'ylure va réagir avec le carbonyle pour former un oxaphosphétane qui évoluera vers la formation de l'oléfine de stéréochimie Z ou de stéréochimie E [5].

V- Réactions Avec Les Composés Inorganiques Et Les Organometalliques :

La triphénylphosphine est souvent utilisée comme ligand d'un cation métallique pour former un complexe de coordination. Elle se lie à la plupart des métaux de transition, en particulier aux métaux du milieu et de la fin du bloc *d* comme le palladium, le platine, le ruthénium, le nickel et l'osmium. Exemple : le Tetrakis (triphénylphosphine) de palladium(0). Les triphénylamines correspondantes ont une faible affinité pour les métaux de transition. Cette différence s'explique par la plus petite taille de l'atome d'azote, ce qui entraîne un plus grand gêne stérique limitant l'approche du ligand vers le centre métallique.

Les composés de type metal-P(C₆H₅)₃ sont caractérisés par spectroscopie RMN du ³¹P.

Le PPh₃ a un signal entre -5 et -6 ppm.

La triphénylphosphine capte le soufre à partir de nombreux composés sulfurés, y compris du soufre élémentaire. Le produit phosphoré est SP(C₆H₅)₃. Cette réaction peut être utilisée pour analyser les taux de soufre [6].

VI- Utilisation En Chimie Organophosphorique :

La triphénylphosphine est couramment employée comme précurseur pour d'autres organophosphines. Du lithium dans du THF et du sodium (Na) ou potassium (K) dans de

l'ammoniaque NH_3 réagissent pour donner $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{PM}$ ($\text{M} = \text{Li}, \text{Na}, \text{K}$). Un des défauts de ces réactions est de générer autant de phényllithium (ou sodium, ou potassium) $\text{C}_6\text{H}_5\text{M}$, mais ces espèces peuvent être sélectivement converties en benzène par utilisation attentive d'acide. Le traitement du diphenylphosphure de métal alcalin par un agent d'alkylation RX donne $\text{PR}(\text{C}_6\text{H}_5)_2$. Cette méthode peut être utilisée pour préparer des ligands comme $\text{PMe}(\text{C}_6\text{H}_5)_2$ (méthyldiphenylphosphine). La réaction avec les dihalogénoalcanes correspondante donne des bis(diphenylphosphino)alcanes. Par exemple, le dibromure d'éthylène et Ph_2PM réagissent pour donner $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{PCH}_2\text{CH}_2\text{P}(\text{C}_6\text{H}_5)_2$, appelé 1,2-bis(diphenylphosphino)éthane ou dppe. L'addition d'acide, même faibles comme le chlorure d'ammonium, convertit $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{PM}$ en $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{PH}$, ou diphenylphosphine.

La sulfonation de $\text{P}(\text{C}_6\text{H}_5)_3$ donne la tris(3-sulfophényl)phosphine, $\text{P}(\text{C}_6\text{H}_4\text{-3-SO}_3^-)_3$. Cette phosphine anionique est habituellement isolée comme sel de trisodium et est connu comme TPPTS. Contrairement à $\text{P}(\text{C}_6\text{H}_5)_3$, TPPTS est soluble dans l'eau, comme ses dérivés métalliques. Les complexes TPPTS de rhodium sont utilisés dans certaines réactions industrielles d'hydroformylation en raison d'un catalyseur hydrosoluble séparable des composés organiques [6].

Autres réactions impliquant des triphénylphosphines :

VI-1- Reaction D'appel :

La réaction d'Appel est une réaction organique convertissant un alcool en chlorure d'alkyle en utilisant la triphénylphosphine et le tétrachlorure de carbone. L'utilisation de tétrabromure de carbone ou de dibrome comme source d'halogène produit des bromures d'alkyle, tandis que l'utilisation d'iodométhane ou de diiode donne des iodures d'alkyle. La découverte de cette réaction est créditée au chimiste allemand Rolf Appel (en) qui lui donne son nom, bien qu'elle fût découverte auparavant [7].

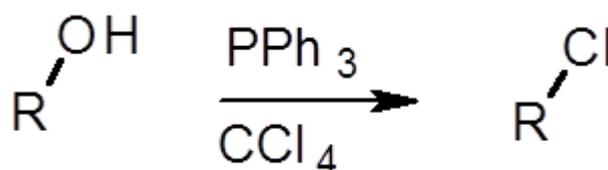
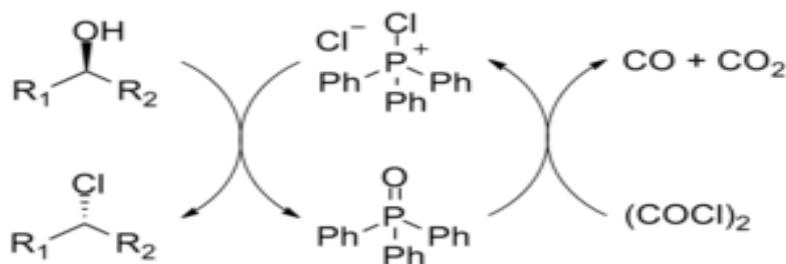


Figure 9: Réaction d'Appel.

Cette réaction est devenue de moins en moins utilisée du fait de la restriction de l'usage du tétrachlorure de carbone du fait du protocole de Montréal. De plus cette réaction produit des éléments halogénés toxiques et coproduit des composés organophosphorés qui doivent être séparés du produit voulu [8]. Le réactif phosphoré peut aussi être utilisé en quantité catalytique. Le bromure d'alkyle correspondant peut aussi être synthétisé par addition du bromure de lithium comme source d'ions bromures.



VI-2- Réaction De Mitsunobu :

La réaction de Mitsunobu est une condensation de composés à hydrogènes mobiles sur les alcools par le mécanisme SN2 en présence de triphénylphosphine et de diisopropyl-ou diéthylazodicarboxylate. La fin de la réaction se traduit par l'oxydation du Ph3P en oxyde de triphénylphosphine (Ph3P=O) et la réduction du DEAD en hydrazinodialkylcarboxylate [9].

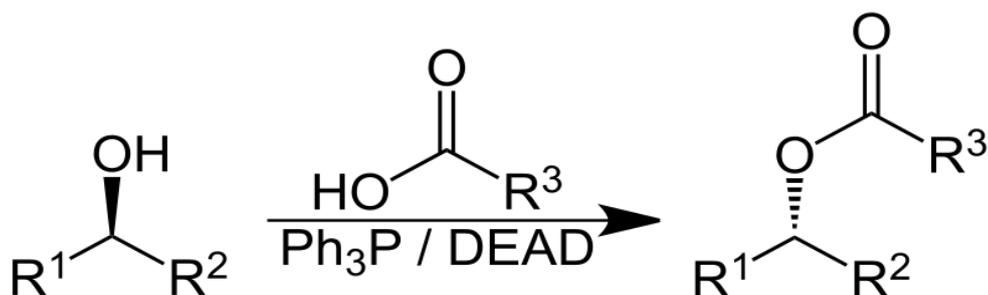


Figure 10 : Réaction de Mitsunobu.

VI-3- Réaction De Staudinger :

La réaction de Staudinger, découverte par Hermann Staudinger en 1919, est une réaction chimique dans laquelle un azoture organique réagit avec un dérivé de phosphore(III), en général une phosphine, pour former un iminophosphorane. Le plus souvent, on ajoute de l'eau pour hydrolyser l'imino-phosphorane intermédiaire ce qui conduit à l'obtention d'une amine primaire [10].

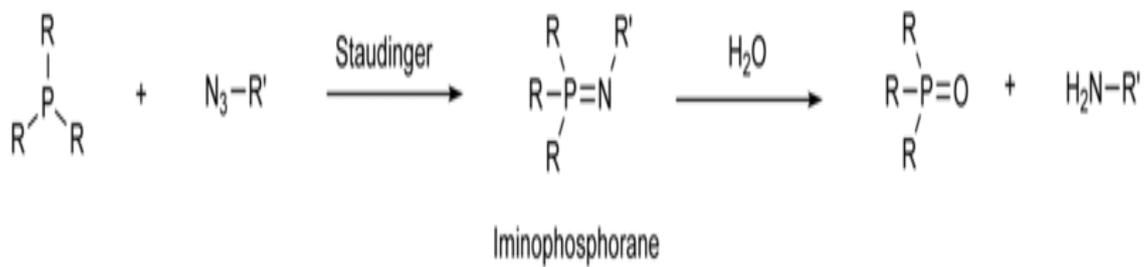


Figure 11: Réaction de Staudinger.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] Singh., V.K. Synthesis, 1992, 605.
- [2] D. E. C. Corbridge , Phosphorus: An Outline of its Chemistry, Biochemistry, and Technology, n° 5 , Elsevier, Amsterdam, 1995.
- [3] L'oxyde de triphénylphosphine, https://fr.m.wikipedia.org/wiki/Oxyde_de_triph%C3%A9nylphosphine#Synth%C3%A8se_comme_sous-produit_de_r%C3%A9action.
- [4] triphénylphosphine, <https://fr.m.wikipedia.org/wiki/Triph%C3%A9nylphosphine.>
- [5] BOUHOUN ALI Mustapha, Synthèse de nouveaux oxydes de phosphines tri substituées utilisant des halogénures d'alkyles, chimie organique, chimie organique Industrielle, Université Ouargla, 2004.
- [6] Carl L. Yaws, *Handbook of Thermodynamic Diagrams*, vol. 3, Huston, Texas, Gulf Pub. Co., 1996
- [7] I Downie, J Holmes et J Lee, Preparation of Alkyl Chlorides Under Mild Conditions Chemistry and Industry, n° 22, 1966,
- [8] Organophosphorus Reagents in Organic Synthesis, *London, Academic Press, 1979.*
- [9] Mr Fouad Chafaa, Synthèse Et Utilisation D'une Betaine Triphénylphosphine - Cyclosulfamide Chirale Dans Le Processus De Mitsunobu, Chimie, Synthèse De Molecules Bioactives Et Matériaux Organiques, Université Badji Mokhtar- Annaba ,2011.
- [10] Leila Boubekour , Les Iminophosphoranes : Synthèse Et Propriétés En Coordination Et Application En Catalyse , Chimie, Ecole Polytechnique Palaiseau, 2006.

Chapitre II :

Les Méthodes

I-Distillation :

I-1- Principe De Distillation :

La distillation est une technique de séparation qui exploite la différence de volatilité entre les constituants d'un mélange. Elle met en jeu des transferts couplés : l'écoulement d'une vapeur et d'un liquide, le chauffage du mélange liquide au bouilleur et la condensation des vapeurs, un transfert du constituant le plus volatil dans la vapeur et le moins volatil dans le liquide. Il s'agit donc d'une opération complexe mais qui est maintenant bien comprise et très fréquemment utilisée dans l'industrie. Selon les conditions, la composition du mélange, le volume, la miscibilité du mélange et le nombre de constituants, on choisit un mode opératoire, continu ou discontinu, qui conditionne la technologie qui doit être retenue.

Même si l'on dispose actuellement de codes de calculs qui permettent un dimensionnement rapide de cette opération de séparation, il est, pour tous les utilisateurs nécessaire et indispensable au préalable d'en comprendre les modes de fonctionnement'. Des représentations graphiques s'appuyant sur les données thermodynamiques du mélange sont à notre disposition dans le cas simple d'un mélange binaire. Leurs utilisations sont limitées au fonctionnement en régime permanent mais elles ont le mérite d'accéder au dimensionnement d'une colonne et de prévoir et comprendre simplement les conséquences d'une variation, d'un paramètre de fonctionnement (composition de l'alimentation, valeur du taux de reflux, puissance de chauffe, pureté recherchée...).

Avant de détailler ces méthodes graphiques, nous allons débiter par quelques observations expérimentales et des indications sur les technologies retenues pour optimiser le fonctionnement des unités à l'échelle du laboratoire ou d'une production industrielle [1].

I-2- Types De Distillation Au Laboratoire :

Après chaque découverte d'un gisement du pétrole, on procède à des analyses afin d'évaluer sa composition en fractions différentes et prévoir le schéma de traitement adéquat.

Parmi ces analyses, les distillations au laboratoire sont les plus importantes [2].

I-2-1-Distillation Simple :

Une distillation est dite simple lorsque l'appareillage est monté sans colonne à distiller et sans analyseur pour réguler le prélèvement du reflux. Le distillat est le produit d'une seule opération d'ébullition et de condensation. C'est la distillation élémentaire (Figure 12 distillation simple.)[3].

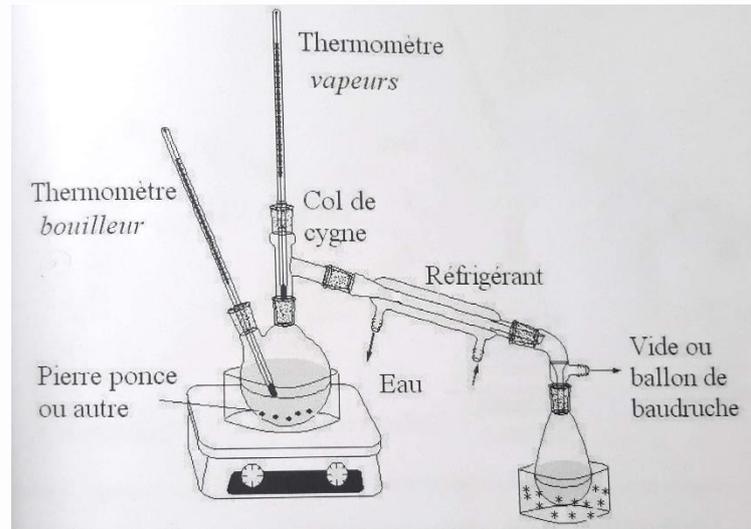


Figure 12: Distillation simple.

I-2-2- Rectification (Distillation Avec Reflux) :

La rectification est assimilée à une distillation répétée et concerne les mélanges à séparer dont les différences de volatilité sont faibles. Par comparaison à une simple distillation, dans la rectification on ne prélève pas la totalité du distillat, car après condensation, une partie retourne dans l'appareil effectuant l'opération. Du point de vue de sa méthode d'exécution, la rectification peut être réalisée en continu ou en discontinu [4].

I-2-3-Distillation Par La Méthode De Flash :

C'est la distillation caractéristique à l'échelle industrielle. La charge préchauffée à une température donnée dans un four sous une pression P est introduite dans la zone d'expansion de la colonne, où elle subit une détente et se divise en deux phases liquides et vapeur. Cette distillation nous permet de tracer une courbe montrant la variation de la température en fonction du rendement des fractions. Cette courbe portant le nom de courbe de flash détermine le régime thermique de la colonne de distillation. Mais, étant donné que cette distillation prend une longue durée à effectuer, le tracé de la courbe se fait à partir de celle de TBP, en utilisant les méthodes de : Obryadtchicov-Semidovitch, Nelson-Harvy, Edmister et Maxwell [2].

II- L'extraction :**II-1-L'extraction Liquide – Liquide :**

Une extraction liquide-liquide est la succession de plusieurs étapes élémentaires. La première étape est la mise en contact des deux phases. Pour augmenter la surface d'échange, la phase à extraire et la phase d'extraction sont mélangées. La seconde étape consiste à obtenir l'équilibre du système (saturation de la phase d'extraction) qui est régi par les lois de la diffusion et de la solubilité (coefficient de partage). La dernière étape est la séparation des phases (décantation)[3].

II-2-Facteurs Influençant Le Procède D'extraction :

Les facteurs principaux qui influent le procédé d'extraction sont surtout :

- ❖ Le solvant.
- ❖ La température.

L'extraction est bien effectuée si la substance à séparer est bien soluble dans le solvant, cette solubilité dépend du rapport solvant / charge, et la température, du procédé [4].

II-2-1- Solvants D'extraction :**II-2-1-1- Propriétés Des Solvants D'extraction :**

Les solvants d'extraction doivent :

- ❖ dissoudre le mieux possible le produit à extraire.
- ❖ être facilement éliminés après extraction et donc avoir un point d'ébullition bas. Leur point d'ébullition doit être le plus éloigné possible de celui des produits à extraire, pour éviter les problèmes de séparation.
- ❖ être inertes chimiquement vis-à-vis de la solution à extraire.
- ❖ être aussi peu toxiques que possible.

Ils ne doivent pas être miscibles au solvant à extraire. Ils ne doivent pas former une seule phase[3].

II-2-1-2-Quelques Solvants D'extraction :

Le tableau 3 regroupe les avantages et les inconvénients des solvants les plus usuels lors des extractions [3].

Tableau 3: avantages et inconvénients de quelques solvants usuels pour les extractions.

Solvants	$T_{éb}$ en $^{\circ}C$	densité	Avantages	Inconvénients
Cyclohexane	81	0,78	Peu toxique	Facilement inflammable
Dichloro-1,2-éthane	83	1,26	Peu inflammable	Modérément toxique, vapeurs irritantes
Dichlorométhane	40	1,34	Facile à éliminer	Forme des émulsions, nocif
Éther éthylique	35	0,71	Facile à éliminer	Très inflammable
Hexane	69	0,66	Facile à éliminer	Très inflammable
Pentane	36	0,63	Facile à éliminer	Très inflammable
Toluène	111	0,87	Peu toxique	Inflammable
Trichloroéthylène	87	1,46	Ininflammable	Modérément toxique

II-2-2-Temperature D'extraction :

Quand la température augmente la solubilité et le pouvoir solvant augment, par contre la sélectivité diminue ; donc on doit chercher la température optimale d'extraction de façon à maximiser le prix de revient ou de façon à avoir un bon rendement en aromatiques.

La température d'extraction dépend de la TCD du produit donné, elle doit être inférieure à la TCD [4].

II-3-L'extraction Liquide - Liquide Discontinue :

Il existe plusieurs modèles d'ampoules à décanter (Figure 13 : divers modèles 'ampoules à décanter.). Celles ayant la tubulure au—dessus du robinet sont les plus utiles, car elles permettent de mieux visualiser l'interface et donc de mieux séparer [3].

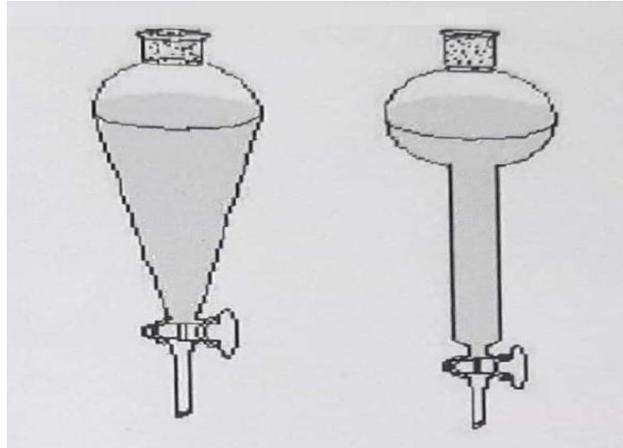


Figure 13: Divers modèles d'ampoules à décanter

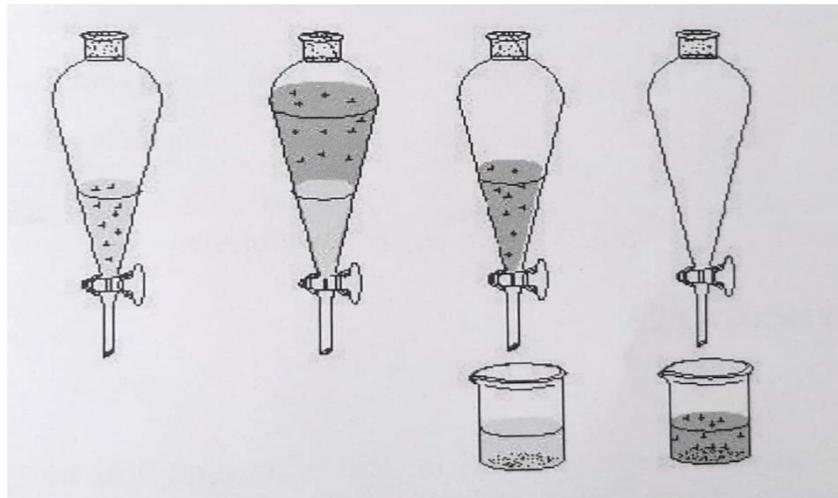


Figure 15: le processus d'extraction.

L'extraction est schématisée comme suit (Figure 15 : le processus d'extraction.) :

- A- la solution aqueuse contient un mélange de molécules représentées par des croix.
- B- le solvant d'extraction (zone ombragée) est ajouté et agité vigoureusement avec la solution aqueuse.
- C- les phases sont séparées, la phase la plus dense coule en premier, puis la moins dense.

III- La Recristallisation :

III-1- Principe :

La recristallisation est une méthode de purification. Cette technique consiste à isoler un produit voulu à partir d'un mélange. En effet, quand des composés organiques sont isolés à la fin d'une réaction, ils sont rarement purs. Généralement, ils sont contaminés par des quantités plus ou moins importantes d'autres composés qui peuvent contenir : du produit de départ n'ayant pas réagi, un ou plusieurs produits secondaires qui sont souvent qualifiés d'impuretés. Pour cela, on joue sur les différences de solubilité des différents constituants du mélange. Le but est d'obtenir une solution sursaturée par dissolution des produits et des impuretés dans un ou plusieurs solvants. La quantité de produit qui cristallise correspond à la sursaturation. Pour obtenir la sursaturation, il faut dissoudre les produits dans un minimum de solvant. Deux cas peuvent alors se présenter, selon que les produits à isoler sont stables à haute température ou instables à haute température [3].

III-2- Choix Du Solvant De Cristallisation :

Le choix du solvant est important et délicat à faire. Pour cela, on peut rechercher dans la littérature le solvant concernant des produits voisins ou effectuer des essais de solubilité sur de petites quantités. Les solvants à point d'ébullition élevé, mais facilement évaporables sont de bons solvants de recristallisation. Le solvant choisi ne doit réagir ni avec le produit à recristalliser ni avec les impuretés présentes. La solubilité du produit doit être élevée dans le solvant chaud et très faible dans le solvant froid. En revanche, les impuretés doivent être solubles dans le solvant froid ou pouvoir être éliminées à chaud. La température d'ébullition du solvant doit être inférieure à la température de fusion du solide à recristalliser, sinon il apparaît une huile constituée du produit sous forme liquide et la cristallisation n'est pas possible [3].

III-3-Techniques De La Recristallisation A Chaud A Un Solvant :

III-3-1- Mise En Solution A Chaud :

Les produits doivent être stables à haute température. Ils sont dissous dans un minimum de solvant à chaud. Pour cela, on augmente la température jusqu'au point d'ébullition (1). La quantité de solvant est alors ajustée, en dehors de la plaque chauffante (2), jusqu'à dissolution complète (Schéma 16 : recristallisation à chaud à un solvant.) [3].

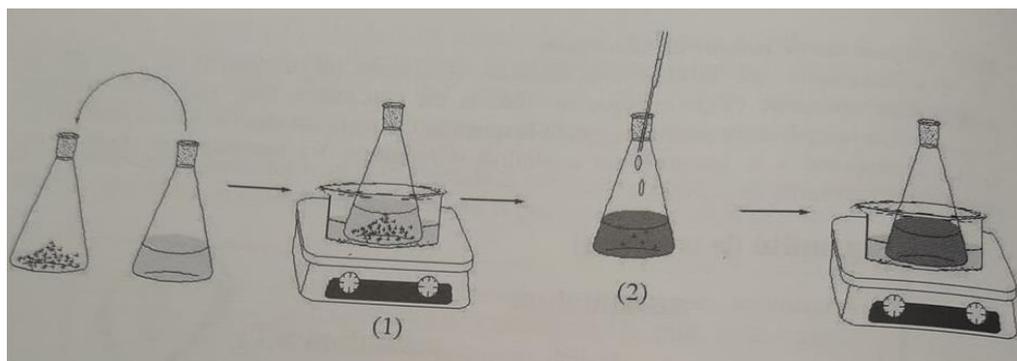


Figure 16: recristallisation à chaud à un solvant.

III-3-2-Filtration :

La filtration permet d'éliminer les impuretés insolubles. Celle-ci, de même que le rinçage, sont effectués à chaud pour éviter un refroidissement brutal du solvant et une cristallisation trop rapide (Schéma 17 : filtration à chaud.). Suivant les produits à purifier et le solvant de recristallisation, il est possible d'utiliser à cette étape du charbon activé. Le charbon a deux caractéristiques principales : il capte les particules en suspension et possède une forte affinité pour les molécules colorées. Du fait de sa grande surface spécifique une pointe de spatule est généralement suffisante pour traiter de grandes quantités (grammes) de produit. Toutefois, la filtration est plus délicate : l'utilisation de deux papiers filtres enchâssés est conseillée [3].

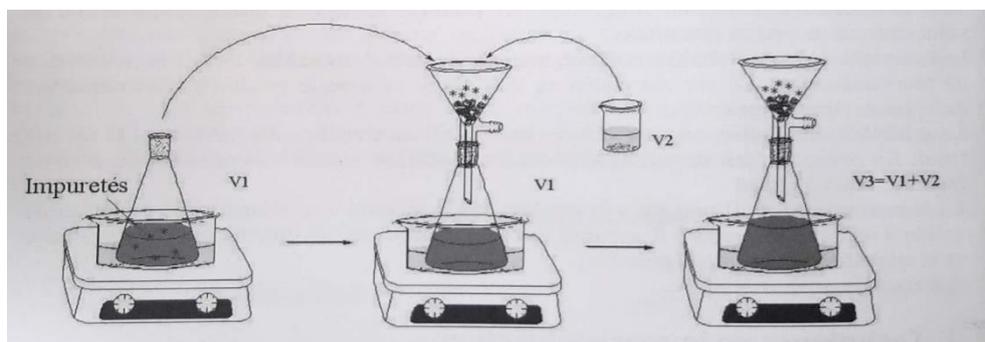


Figure 17: Schéma de filtration à chaud.

III-3-3- Concentration :

Le rinçage (V2) entraîne une augmentation de volume ($V3=V1+V2$). Il y a alors trop de solvant pour effectuer la cristallisation. Il est donc nécessaire de concentrer jusqu'au retour au volume initial (V1) [3].

III-3-4- Refroidissement :

Lorsque tous les cristaux sont dissous, il faut boucher l'erlenmeyer (de façon non hermétique) et le déposer soit sur une planche en bois, soit dans une boîte contenant du coton pour laisser aux cristaux le temps de se former. En refroidissant, il se forme une quantité de cristaux correspondant à la quantité de produit en sursaturation (Schéma18 : cristallisation à froid.) [3].

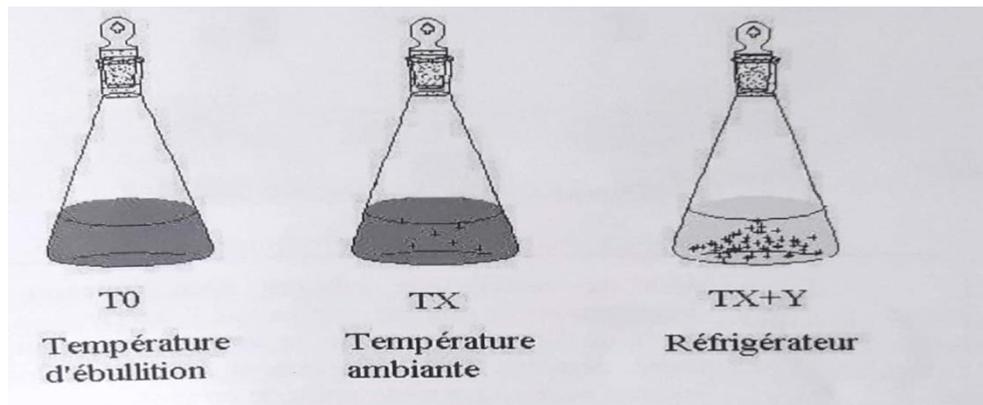


Figure 18: Schéma de cristallisation à froid.

III-3-5- Collecte De Cristaux :

Les cristaux sont déposés sur Büchner ou sur le verre fritté et la solution est filtrée sous vide (1). Les cristaux restant dans l'erlenmeyer sont récupérés à l'aide du filtrat et déposés de nouveau sur le verre fritté (2) (Schéma 19 : filtration des cristaux.). Le résidu est lavé de ses impuretés avec le minimum possible de solvant pur et froid (3). Pour cela, les cristaux sont mis en suspension, puis filtrés et séchés sous vide (en évitant de trop triturer pour ne pas les briser) [3].

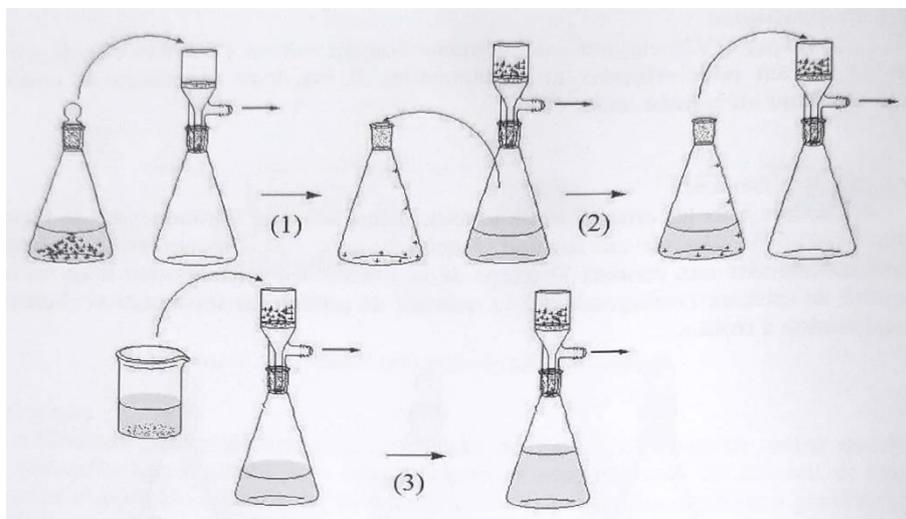


Figure 19: Schéma de filtration des cristaux.

IV-Cristallisation :

La séparation des constituants d'un mélange par cristallisation est une opération pratiquée depuis très longtemps. C'est ainsi que depuis des millénaires l'humanité se procure le sel marin. Très utilisée dans le domaine de la chimie minérale, la cristallisation occupe une place de plus en plus importante dans la manufacture des produits organiques, parfois même dans le cas de produits normalement liquides (séparation des xylènes). Comparée aux autres procédés de séparation physiques, la cristallisation occupe une place un peu à part à cause des particularités de l'état cristallin. Un de ses principaux inconvénients est qu'il est beaucoup plus difficile et coûteux en général de manipuler des solides que des liquides [6].

IV-1- Avantages :

1. La chaleur de fusion est très inférieure à la chaleur de vaporisation.
2. Les séparations étant effectuées à température peu élevée, les risques de décomposition sont réduits au minimum pour les substances peu stables.
3. Les diagrammes d'équilibre de la plupart des systèmes sont du type à eutectique, ce qui permet théoriquement d'obtenir un produit parfaitement pur en un seul étage de traitement.
4. Certains composés ne peuvent pas être séparés pratiquement par d'autre moyen physique ; par exemple, certains corps organiques isomères ayant à peu près les mêmes tensions de vapeur et propriétés de solubilité [6].

IV-2- Inconvénients.

1. Il faut souvent refroidir à basse température, ce qui est une forme coûteuse de fourniture d'énergie.
2. L'atteinte de l'équilibre est lente lorsqu'il y a formation d'une solution solide.
3. Les cristaux retiennent une quantité appréciable et très difficile à extraire de liquide impur ; aussi l'efficacité des étages est-elle très basse.
4. Des frais de fabrication élevés peuvent résulter de la complexité de l'équipement mécanique nécessaire pour la manipulation des solides [6].

IV-3- Types De Cristallisation Extractive.

- Cristallisation en présence d'un solvant qui. Per sa seule présence dans le liquide, modifie les conditions d'équilibre (déparaffinage des huiles).

- Cristallisation en présence d'un constituant supplément avec formation de complexes cristallins où cohabitent ce constituant et l'un des corps séparés (extraction des paraffines normales à l'urée, clathration : hydrates de gaz rares) [7].

V-Filtration :

V-1- Définitions.

La filtration est une opération dont le but est de séparer une phase continue (liquide ou gazeuse) des matières solides ou liquides (phase dispersée) qui y sont présentes en suspension.

La filtration consiste dans le passage de la suspension à travers un milieu filtrant adéquat capable de retenir par action physique, et plus rarement chimique, les particules solides. Le milieu filtrant est constitué par des particules solides, elles-mêmes déposées sur un support qui peut être, selon les cas, des feuilles de papier spécial, des tissus, des toiles métalliques, du sable, des gravières. Pour faciliter l'opération et augmenter la vitesse de passage du liquide, qui dépend de la perte de charge dans les canaux du milieu filtrant, on exerce une aspiration sur le filtre, ou on augmente la pression sur le liquide à filtrer. La filtration continue ou discontinue est utilisée lorsque l'on désire traiter des liquides ou des gaz. Il s'agit en général de traiter des liquides ou des gaz ayant une très petite teneur en solide, en particulier lorsque les particules de solides ont une faible vitesse de sédimentation [8].

V-2- Classification :

Comme on l'a vu, la suspension à filtrer est dirigée vers un support filtrant que le liquide seul traverse sous l'influence d'une différence de pression. Une méthode pour classer les filtres se base sur la manière de réaliser ce gradient de pression [9]. On a :

- 1- **la filtration sous pression**, lorsque la pression est appliquée sur la face amont de la surface filtrante, l'autre face restant à la pression atmosphérique ;
- 2- **la filtration sous vide**, si l'on crée une dépression sur la face aval du milieu poreux, l'autre face restant à la pression atmosphérique ;
- 3- **la filtration par gravité**, quand la suspension s'écoule due à la pression hydrostatique ; cette méthode est généralement utilisée lorsqu'il s'agit de traiter d'importantes quantités de suspension contenant peu de particules solides, par exemple pour la filtration de l'eau.

D'autres critères de classification de la filtration sont :

- ❖ le mode d'opération en continu, semi-continu ou en discontinu.
- ❖ la technique de filtration sur gâteau, à courants croisés ou sur membrane [10].

BILIOGRAPHIE

- [1] Daniel Morvan, Les opérations unitaires, édition Marketing S.A, Paris, 2009.
- [2] Feia Islem et Okba Mohammed Nadjib, Amélioration de la teneur en précurseurs d'aromatiques de la NAPHTA B au niveau du splitter de l'unité Topping de la raffinerie de SKIKDA RA1/K, Génie des procédés et Hydrocarbures, Raffinage et Pétrochimie, Université Echahid Hamma Lakhdar El Oued, 2005.
- [3] Erika Bourguet, Les techniques de laboratoire, Marketing S.A, Paris, 2008.
- [4] Nouri Abdelfattah, Extraction des aromatiques études d'un échangeur 200-E2, Génie des procédés, Raffinage et Pétrochimie, Université El Oued, 2014.
- [5] Emilian Koller, Aide-mémoire Génie chimique, paris, 2001, 2005,2009.
- [6] Pierre Wuithier, Raffinage et génie chimique, édition Technip, Paris ,1965.
- [7]Mahuzier G, Hamon M, Abergés, chimie analytique ,Méthodes de separation ,Tome 2, masson .
- [8]Dickey D.G, Filtration, Reinhold, New York, 1961.
- [9] Techniques De L'ingénieur :articles à la filtration.
- [10] Leclerc D, Technique de l'ingénieur – Génie des procédés, filtration.

Chapitre III :
Les Méthodes D'analyse

I-Synthèse Et Méthodes D'analyse :

Nous rappelons que tous les produits et solvants présentés dans le tableau IL 1 sont utilisés sans aucune purification préalable dans la préparation de nos composés.

Tableau 4: les réactifs et les solvants utilisés dans la présente étude.

Réactif /solvant	Formule	Pureté	Marque /fournisseur
sulfate de magnésium	MgSO	98%	FLUKA
Acétate d'éthyle	C ₄ H ₈ O ₂	99,5%	ALDRICH
Chloroforme	CHCl	99%	BIOCHEM CHEMOPHARMA
Méthanol	CH ₄ O	99%	ALDRICH
Hexane	C ₆ H ₁₄	99%	FLUKA
Hydroxyde de Sodium	NaOH	99%	FLUKA

I.1 Le point de fusion :

Ce terme désigne le changement d'état d'un matériau quand celui-ci passe en état solide à un état liquide. Le point de fusion est la température exacte nécessaire cette transformation et sa détermination est très importante puisqu'elle est hautement dépendante de la pureté du matériel testé. Cette technique est donc utilisée pour la qualité d'une substance.

Les points de fusion ont été déterminés sur un appareil de Gallenham ng points apparatus muni d'un support des tubes capillaires qui portent le produit. Dans ce travail les points de fusion ont été rapportés sans correction [1].

I.2 Spectroscopie d'absorption ultraviolette – visible (uv-vis) :

La spectrométrie moléculaire d'absorption dans les domaines ultraviolet et visible consiste une technique de choix pour l'analyse qualitative et surtout quantitative d'un grand nombre d'espaces inorganique et organique. Les méthodes basées sur l'absorption moléculaire dans ultraviolet et le visible figurent en effet parmi les techniques d'analyse quantitative les plus communes dans les laboratoires chimiques et cliniques du monde entier. Les domaines de longueurs d'ondes considérés ici sont, pour la radiation ultraviolette (UV), compris entre 190 et 400 nm pour les spectrométries utilisées dans l'air et entre 400 et 800 nm pour la radiation du domaine visible (VIS). La radiation UV et VIS est celle impliquée dans l'étude des phénomènes d'excitation électronique [2].

I.2.1 Principe UV :

Dans une molécule, les transitions électroniques ont lieu dans la région de l'ultraviolet (180-200 nm environ) et du visible (400-800 nm). Une transition électronique est analysée comme un changement de population entre une orbitale moléculaire fondamentale HOMO (Highest Occupied Molecular Orbital) et une orbitale moléculaire excitée LUMO (Lowest Unoccupied Molecular Orbital)

Lorsqu'elle a lieu, la matière absorbe un photon dont l'énergie correspond à la différence d'énergie entre le terme fondamental et un terme excité. Mais toutes les transitions énergétiquement possibles ne sont pas permises. Les transitions permises sont celles qui provoquent une variation du moment dipolaire électrique. De plus, une transition permise a lieu si les orbitales impliquées au cours de ce processus sont telles que $\Delta l = \pm 1$ et $\Delta S = 0$. En d'autres termes, le photon fait changer la symétrie de l'orbitale occupée par l'électron avant et après la transition mais ne fait pas changer le spin de cet électron [2].

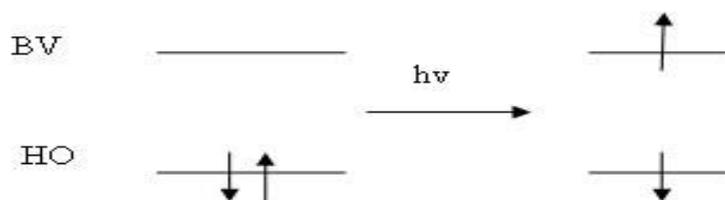


Figure 20: Les transitions énergétiques.

I.2.2 Types de transition et chromophores :

Lorsque se forme une liaison entre deux atomes, il y a formation de deux orbitales moléculaires (OM) résultant du recouvrement de deux orbitales atomiques. Une orbitale liante plus stable que les orbitales atomiques originelles et une orbitale antiliante moins stable. Chacune ne peut recevoir que deux électrons au plus. A l'état fondamental, les électrons des liaisons occupent les orbitales de plus basses énergies. L'absorption de photons (petits paquets d'énergie) se traduit par des transitions d'électrons engagés dans les OM situées à la frontière entre les derniers niveaux occupés de l'état fondamental et les premiers niveaux non occupés des états excités. D'après les règles de sélection, une transition électronique permise donne naissance à une bande d'absorption qui est caractérisée à la fois par sa longueur d'onde et par son coefficient d'absorption molaire, ϵ , à cette longueur d'onde [2].

I.2.3 Transitions électroniques des composés organiques :

Les transitions électroniques apparaissant dans une molécule organique peuvent être classées

en faisant appel au type d'électrons intervenant dans ces transitions. Les absorptions caractéristiques correspondant à ces diverses transitions nous serviront de base de discussion pour les spectres ultraviolets.

1. Transition $\sigma \rightarrow \sigma^*$

Elle apparaît dans le lointain UV car le saut d'un électron d'une OM liante σ dans une OM antiliante σ^* demande beaucoup d'énergie.

2. Transition $n \rightarrow \sigma^*$

Le saut d'un électron d'un doublet n des atomes O, N, S, Cl. dans une OM σ^* conduit à une transition d'intensité moyenne qui se situe vers 180 nm pour les alcools, vers 190 nm pour les éthers ou les dérivés halogénés et vers 220 nm pour les amines.

3. Transition $n \rightarrow \pi^*$

Cette transition peu intense résulte du passage d'un électron d'une OM non liante de type n à une OM antiliante π^* . On la rencontre pour les molécules comportant un hétéroatome porteur de doublets électroniques libres et appartenant à un système insaturé.

La plus connue est celle qui correspond à la bande carbonyle.

4. Transition $\pi \rightarrow \pi^*$

Les composés qui possèdent une double liaison éthylénique isolée conduisent à une forte bande d'absorption vers 170 nm, dont la position dépend de la présence de substituant hétéroatomiques.

5. Transition $d \rightarrow d$

Comparatif des transitions les plus souvent rencontrées dans les composés organiques simples. De nombreux sels inorganiques, comportant des électrons engagés dans des orbitales moléculaires d , conduisent à des transitions de faible absorptivité situées dans le domaine visible, responsables de colorations [2].

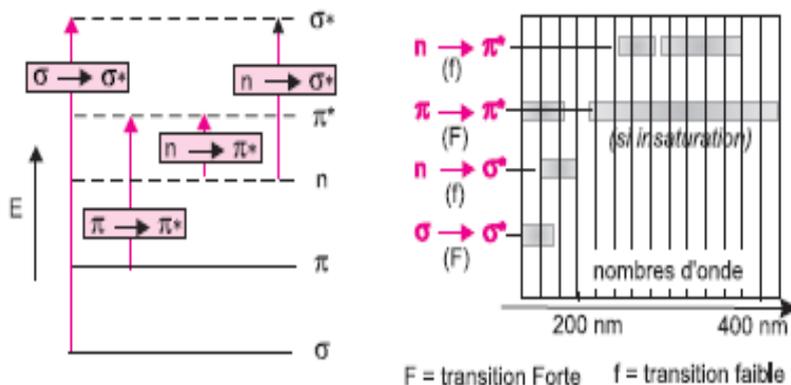


Figure 21: transition électroniques rencontrées en chimie organique.

I.2.4 Effet des substituant sur l'absorption :

- ❖ Groupement chromophore : groupement insaturé covalent responsable de l'absorption (C=C, C=O, C=N, N=N...)
- ❖ Groupement auxochrome : groupement saturé lié à un chromophore modifie longueur d'onde et intensité de l'absorption maximale Ex. : OH, NH₂, Cl...
- ❖ Effet bathochrome : déplacement des bandes d'absorption vers les grandes longueurs d'onde.
- ❖ Effet hypsochrome : déplacement des bandes d'absorption vers les courtes longueurs d'onde.
- ❖ Effet hyperchrome : augmentation de l'intensité d'absorption.
- ❖ Effet hypochrome : diminution de l'intensité d'absorption.

Ces effets sont illustrés sur la figure A-1-6 suivante [2] :

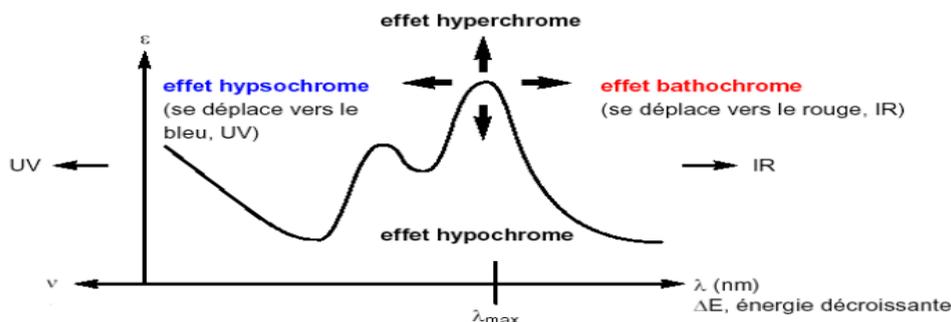


Figure 22: Effet sur le coefficient d'absorption.

I.2.5 Techniques expérimentales :

L'étude des absorptions nécessite l'utilisation d'un appareil appelé spectromètre [2].

I.2.5.1 Les différents types de spectromètres uv-visible :

Il existe sur le marché des spectromètres UV simple faisceau ou double faisceau. Le 2^{ème} étant plus précis et plus chers.

I.2.5.2 Structure de principe d'un spectrophotomètre monofaisceau :

Spectrophotomètre mono-faisceau, dont le schéma de principe est présenté ci-dessous. Il comporte un monochromateur (en général un réseau par réflexion suivi d'une fente) qui permet de n'envoyer vers l'échantillon qu'un intervalle de longueurs d'onde très étroit (communément de l'ordre du nm) appelé la " bande passante ". Grâce à un miroir semi-réfléchissant, une partie de la puissance est envoyée vers un premier capteur, une partie égale vers l'échantillon. Le faisceau transmis par l'échantillon absorbant est reçu par un capteur (photodiode) [2].

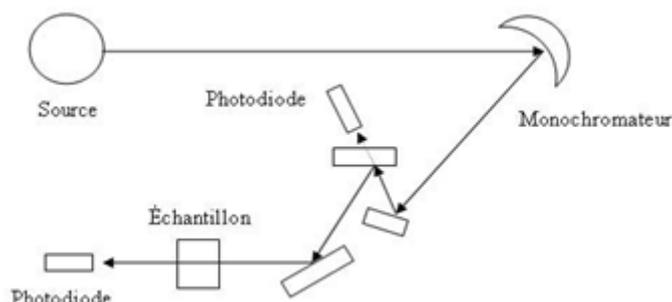


Figure 23: Un spectromètre monofaisceau.

I.3 Spectrométrie infrarouge.

L'infrarouge analytique met à profit la plage des radiations électromagnétiques comprise entre 1 et 50 μm pour identifier ou doser des composés par des procédés basés sur l'absorption ou la réflexion de la lumière par l'échantillon. Cette bande spectrale est divisée en proche infrarouge (de 1 à 2,5 μm) et en moyen infrarouge (2,5-50 μm). Bien que le domaine du proche infrarouge soit pauvre en absorptions spécifiques, il a pris une grande importance dans les laboratoires de contrôle comme moyen d'analyse quantitative. Le domaine du moyen infrarouge est, par contre plus riche en informations sur les structures des composés examinés. De ce fait, il est très utilisé comme procédé non destructif pour identifier les composés moléculaires organiques dont 11 permet de garder une sorte d'empiriste. Pour effectuer ces analyses, on dispose d'une panoplie d'appareils allant des spectromètres à transformée de Fourier aux divers analyseurs portables de type dispersif ou non spécialisés dans le dosage de composés prédéfinis (analyse des gaz et des

vapeurs) ou qui permettent de faire des mesures en continu avec des sondes à immersion sur les unités de production. La spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier, qui complète la méthode dispersive initiale, offre de nombreuses possibilités de traitement des spectres et permet des applications dans l'analyse de microéchantillons structurés (microanalyse Infrarouge) [3].

I.3.1 Modes de vibrations moléculaires :

L'absorption du rayonnement IR par les composés organiques correspond à deux types principaux de vibrations de valence ou d'élongation vibration de déformation angulaire [2].

➤ Les vibrations de valence ou d'élongation : vibrations entre deux atomes donnés au cours desquelles la distance interatomique varie selon l'axe de la liaison.

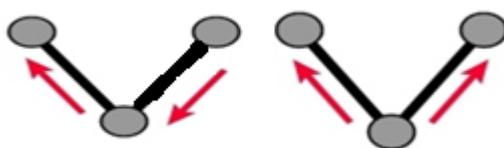


Figure 24: Symétrie asymétrique.

➤ Les vibrations de déformation angulaire : vibrations au cours desquelles l'angle formé par deux liaisons contiguës varie. On distingue : les vibrations de déformation dans le plan notées (d.p.) symétrique (en ciseaux, rocking) asymétrique (en balancement, twisting) les vibrations de déformation hors du plan notées (h.p.) .

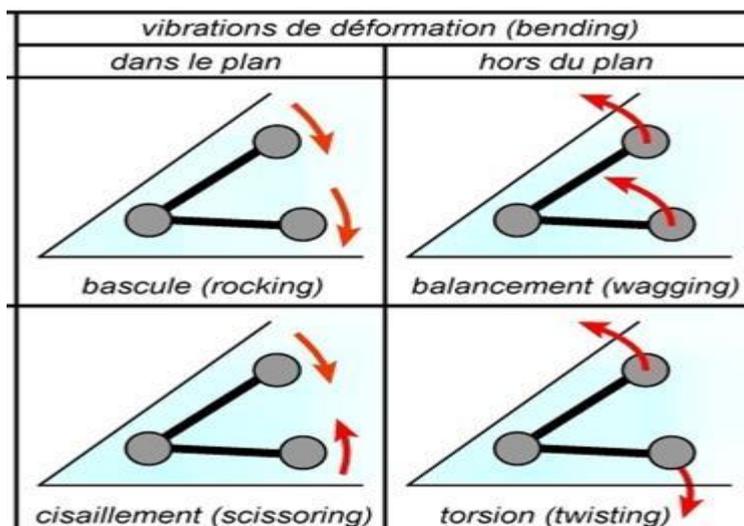


Figure 25: Modes de vibration.

I.4 Chromatographie analytique sur couche mince (ccm):

I.4.1 Principe :

Cette méthode se repose sur la séparation des différents constituants d'un extrait selon leur force de migration dans la phase mobile qui est en général un mélange de solvants, adapté au type de séparation recherché, et leur affinité vis-à-vis la phase stationnaire qui peut être un gel de polyamide ou de silice. Elle nous permet d'avoir les empreintes du contenu polyphénolique et/ou flavonique de l'extrait [4].

I.4.2 Protocole de ccm sur gel de silice :

Phase stationnaire : plaque en aluminium recouverte de gel de silice 60. Phases mobiles : CH₂Cl₂/ MeOH à différents pourcentages

Extraits : phase acétate d'éthyle et ses fractions

La visualisation des plaques est effectuée sous une lampe UV, en utilisant deux longueurs d'onde : 365nm et 254nm et les vapeurs de NH₃ et/ou le réactif : vanilline sulfurique [4].

I.4.3 Protocole de ccm sur gel de polyamide :

Phase stationnaire : plaque en aluminium recouverte de gel de polyamide SC6

Phases mobiles: H₂O/MeOH/MEC/HCOOH - Toluène/ MEC/ MeOH

Extraits : phase acétate d'éthyle et ses fractions

La visualisation des plaques est effectuée sous la lampe UV, aux deux Longueurs d'onde : 365mm et 254mm et les vapeurs de NH₃ [4].

I.4.4 Protocole de ccm sur gel de cellulose :

Phase stationnaire : plaque analytiques en verre de gel de cellulose.

Phase mobile:

- (BAW): n-BuOH/AcOH/H₂O
- l'acide acétique/eau distillée : AcOH /H₂O

La visualisation des plaques est effectuée par les mêmes méthodes précédentes [4].

I.4.5 Chromatographie Sur Couche Mince (Ccm) Preparative

La chromatographie sur couche mince préparative (CCM) repose principalement sur des phénomènes d'adsorption; la phase mobile est un solvant ou un mélange de solvants qui progresse le long d'une phase stationnaire (gel de silice, polyamide, cellulose...) fixée sur une plaque de verre (20x20 cm) ou sur feuille semi-rigide de matière plastique ou d'aluminium. Cette technique prise dans sa forme préparative est souvent utilisée en dernier lieu. En effet, lorsque le système de solvant ou l'éluant est bien choisi, cette technique est très utile car la transposition à partir de CCM analytique vers des techniques spectroscopiques est facile à réaliser.

L'application de ces techniques chromatographiques, d'une manière systématique ou sélective permet d'obtenir des produits purs. A ce stade, le degré de pureté est apprécié par les résultats de différents contrôles chromatographiques effectués sur les produits isolés. Ces contrôles doivent nécessairement être effectués dans au moins deux ou trois systèmes de solvants différents. Ce n'est qu'à ce moment que les produits isolés seront enfin prêts (purs et propres) pour l'opération d'identification structurale [4].

❖ Protocole

La fraction est déposée sous forme de bande fine sur la plaque, qui sera placée par la suite dans une cuve muni d'un support, contenant la phase mobile. Le système de solvants utilisé est choisi après plusieurs essais.

Après le développement et le séchage du chromatogramme, les bandes séparées et homogènes sont marquées et délimitées dans une chambre noire sous la lumière UV, suivie d'une révélation chimique en utilisant les vapeurs de NH₃ et par la suite un autre examen du chromatogramme sous la lumière UV à 254 et 366 nm pour noter les changements de couleurs avant et apr Les bandes grattées constituées de produits et de la phase stationnaire sont lavés par différents solvants en gradient de polarité : CH₂Cl₂, AcOEt, MeOH et puis l'acétone pour solubiliser le produit séparé, qui est destiné à d'autres analyses [4].

I.5 La Résonance Magnétique Nucléaire (RMN) :

La résonance magnétique nucléaire ou RMN est une technique utilisée pour l'analyse des structures de nombreuses molécules chimiques. Elle sert principalement à la détermination structurale des composés organiques. Les principaux noyaux étudiés sont le proton ^1H , le carbone ^{13}C , le phosphore ^{31}P , et l'azote ^{15}N .

Cette méthode repose essentiellement sur le phénomène de magnétisme.

En effet, les noyaux de certains atomes (^1H , ^{13}C , etc....) possèdent un moment magnétique nucléaire, c'est-à-dire qu'ils se comportent comme des aimants microscopiques caractérisés par une grandeur quantique appelée «le spin».

La technique de RMN étudie le comportement des noyaux atomiques en présence d'un champ magnétique externe. Le champ magnétique appliqué aux produits entraîne un dédoublement des niveaux d'énergie du spin nucléaire, de sorte qu'on puisse induire des transitions entre eux, suite à l'absorption d'une radiation électromagnétique adéquate. Les échantillons sont dissous dans un solvant deutéré qui peut être du méthanol, du chloroforme, de la pyridine etc.... Ces solvants possèdent des déplacements chimiques spécifiques. Le tube contenant l'échantillon est soumis au champ magnétique permettant l'obtention des spectres utiles à la l'élucidation structurale [5].

I.5.1 RMN Proton (^1H) :

Le spectre RMN du proton est une méthode puissante utilisée dans la détermination structurale des composés organiques inconnus. Il fournit de nombreuses informations telles que, les différents types d'hydrogènes présents dans la molécule analysée, les différents types d'hydrogènes présents dans l'environnement électronique, le nombre d'hydrogènes "voisins" d'un hydrogène donné et le déplacement chimique caractéristique de chaque proton [6].

I.5.2 Partie activité biologique :

I.5.3 Définition de microbiologie :

La microbiologie est l'étude des micro-organismes, êtres vivants très petits dont la taille est nettement inférieure au pouvoir de résolution de l'oeil humain. Elle s'exprime en microns, le millionième de mètre, c'est-à-dire elle concerne des organismes invisibles à l'oeil nu et qui doivent être examinés au microscope [7].

I.5.4 Rappel sur les bactériennes utilisées :**I.5.5 *Pseudomonas aeruginosa*.**

P. aeruginosa est une bactérie ubiquitaire que l'on retrouve dans le sol, l'eau ou la végétation. Cette bactérie est à l'origine d'infections opportunistes chez des patients le plus souvent immunodéprimés ou fragiles (sujets âgés, patients atteints de mucoviscidose, brûlés, ...). Les infections les plus courantes sont les infections pulmonaires, du tractus urinaire, des plaies ou les bactériémies. Les infections chroniques se caractérisent par la formation d'un biofilm bactérien [8].

I.5.6 Staphylocoques :

Les bactéries appartenant au genre *Staphylococcus* sont des commensaux de la peau et des muqueuses de l'Homme et des animaux. Elles peuvent être responsables d'infections cutanées ou muqueuses, de bactériémies et d'infections diverses (osseuses, pleuropulmonaires, urogénitales, neuroméningées ou cardiaques). *S. epidermidis* et *S. aureus* sont les agents les plus fréquemment responsables d'infections nosocomiales et d'infections sur les dispositifs médicaux, qui impliquent la formation de biofilm [8].

I.5.6.1 *Escherichia coli* :

E. coli est une bactérie commensale de l'intestin de l'Homme et des animaux. C'est l'espèce aérobique la plus importante de la flore digestive. C'est aussi le premier germe responsable d'infections communautaires et nosocomiales. Les infections *E. coli* sont de deux types : les infections intestinales et les infections extra-intestinales (infections urinaires, bactériémies et méningites) [8].

I.5.7 Antibiotique :

Le terme « antibiotique » est issu du grec (anti : contre ; bios : la vie). Les antibiotiques sont des substances naturelles sécrétées par des champignons ou des bactéries ou synthétiques car fabriquées par synthèse chimique, qui permettent de lutter contre les maladies provoquées par des bactéries. Elles sont dépourvues de toxicité pour les autres cellules. Elles n'ont notamment aucun pouvoir sur les virus. L'utilisation à faible concentration de ces molécules fige le nombre de bactéries (bactériostatiques). Leur utilisation à haute concentration permet, quant à elle, de les tuer (bactéricides). Les principales familles d'antibiotiques sont les suivantes : pénicillines, céphalosporines, macrolides, tétracyclines, sulfamides, aminosides, lincosamides, phénicolés, polymyxines, quinolones, imidazolés [9].

I.5.8 Les milieux de culture :**I.5.8.1 Définition :**

Les milieux de culture sont des préparations stériles, Solides, semi solides ou liquides, utilisées pour faire croître, repiquer ou conserver des micro-organismes. Ils offrent sous forme assimilable toutes les substances indispensables à leur nutrition dans des conditions physico-chimiques optimum. Les micro-organismes vivent dans pratiquement toutes les niches environnementales de la planète ; les populations microbiennes peuvent utiliser comme source de carbone ou d'énergie les composés organiques présents naturellement dans ces niches écologiques [10].

- Un bon milieu doit :

- ❖ Etre stérile.
- ❖ Etre nutritif : contenant quantitativement et qualitativement les aliments exigés pour la croissance et l'entretien des micro-organismes.
- ❖ Contenir une quantité d'eau suffisante pour permettre le métabolisme microbien.
- ❖ Avoir un pH convenable.
- ❖ Les antibiotiques .

BIBLIOGRAPHIE

- [1] Raache Imane, Syntesis of penicillinylic schiff bases and their antibacterial and anticancer properties, Génie des procedes et environnement, Université Ouargla, 2017.
- [2] Mostefai Imane, Physique, Synthèse et étude spectroscopie d'un nouveau ligand et son métal complexes dérives des amines, spectroscopie moléculaire, Université De Saida, 2015.
- [3] Francis Rouessac , Annick Rouessac, ANALYSE CHIMIQUE, 6em édition, Dunod, Paris, 2004.
- [4] Mahdjar Salha, Contribution A L'étude De La Composition Chimique De La Plante Matricaria Pubescens Et A L'évaluation De Son Activite Antioxydante, Chimie Appliquee, Universite Ouargla, 2013.
- [5] Benguerba Adlen , Etude Phytochimique Et De La Phase Butanolique De L'espece Inula Cr Ithmoides L, Chimie Organique, Phytochimie, Université Mentouri Constantine, 2008.
- [6] kitouni rachid , isolement et deterrmination des metabolites secondaires de l'exsudat toluene – acetate d'ethyle de centaurea calcitrapa , Chimie Organique, Phytochimie , Université Mentouri Constantine,2007.
- [7] N.Guezlane Et B.Kahlouche Et S.Athmani, Microbiologie, 4973, 2010.
- [8] Myriam Auger, Formation De Biofilm In Vitro Par Des Souche Clinique D'Escherichia Coli : Impact De La Modification Des Condition Expérimentales, Biologie Médicale, Université De Nantes, 2012.
- [9] N.Ramdani Bouguessa Et M.Seghier, Manuel De Microbiologie, 5042, 2010.
- [10] Brigitte Breliere Et Martine Cerrato, Microbiologie, 527,2009.

Chapitre IV :
Partie Expérimentale

Dans cette chapitre nous avons présenté les deux axes de recherche ;

Le première axe, est consacré à réaliser a la synthèse (methoxy carbonyl methyl) diphényle phosphine, caractérisation et identification de la structure des oxydes par les méthodes chromatographie analytique sur couche mince (ccm), le point de fusion.

Dans le deuxième axe : Ce composé est appliqué dans le domaine biologique par l'étude de l'activité antibactérienne par quatre souche staphylocoques, Escherichia coli, pseudomonas aeruginosa, salmonella.

Notre travaille à réaliser au niveau de quatre laboratoires :

- Les réactions de synthèse de nos composes ont été réalisés au laboratoire de chimie de Faculté des sciences appliquées de l'université Kasdi Merbah Ouargla.
- Nous avons étudié l'analyse de chimie physique dans le laboratoire de recherche de la Faculté des Sciences Naturelles et de la Vie de l'Université de Ghardaïa.
- La préparation des souches bactériennes dans le laboratoire ABN Alhitim à Ghardaïa Matlili.
- l'étude de l'activité antibactérienne dans le laboratoire de microbiologie de Faculté des Sciences Naturelles et de Vie de l'Université de Ghardaïa.

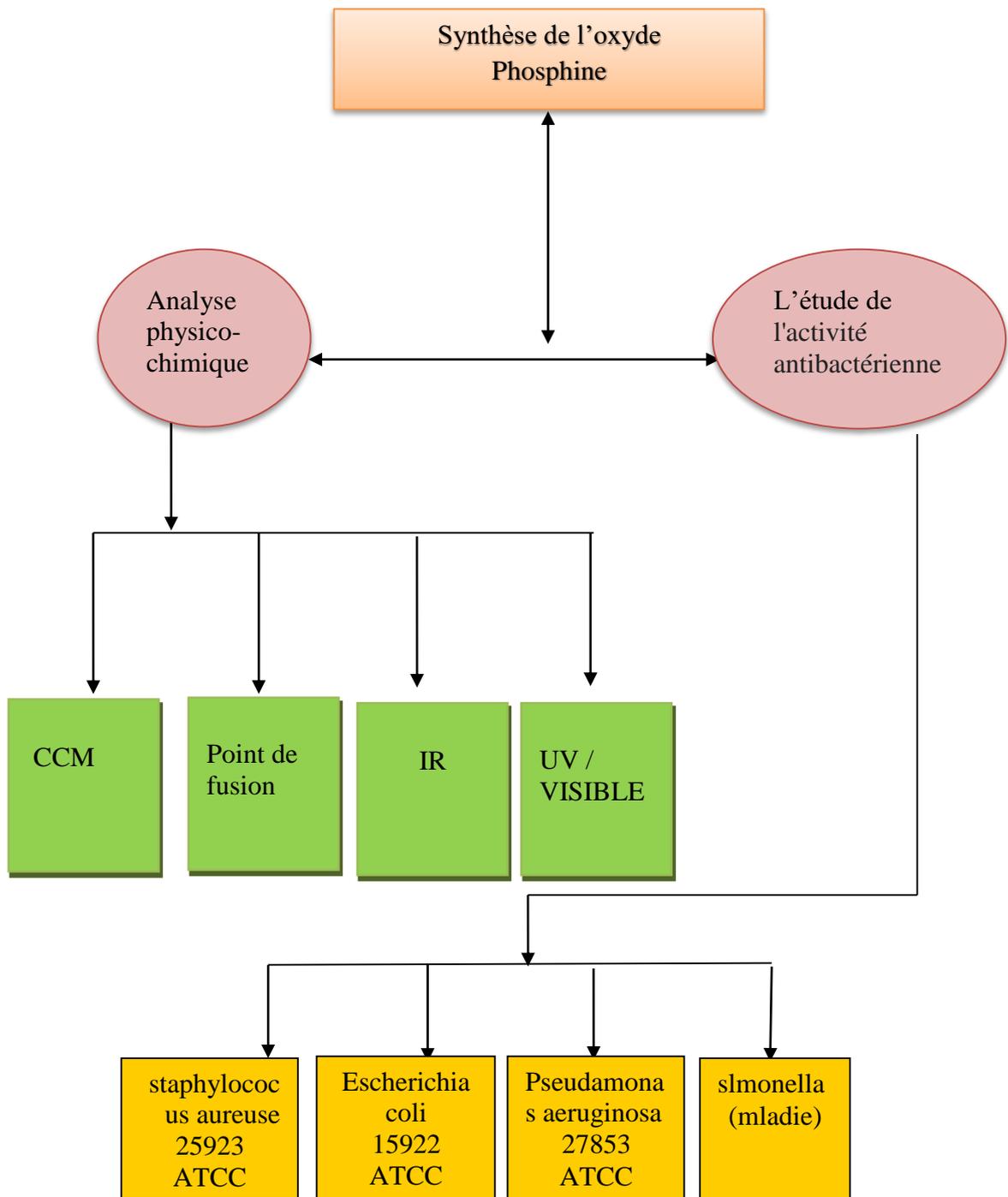


Figure26 "kB" : *l'organigramme général de la procédure expérimentale.*

I Partie 1 : synthèse d'oxyde de phosphine.**I.1 Matériel utilisée :**

- Balance.
- Agitateur.
- barreau magnétique.
- Bécher.
- éprouvette de 50 ml.
- Ballon.
- Réfrigérant.
- Spatules.

I.2 Mode opératoire :**I.2.1 Expérience 1 (oxydation) :**

En mettre 1.515g de (methoxy carbonyl methyl)triphenyl phosphonium bromide + 30ml d'eau distille + 0.4g de NaOH dans un ballon sur l'agitateur magnétique a 250 C° pendant 1.30h.

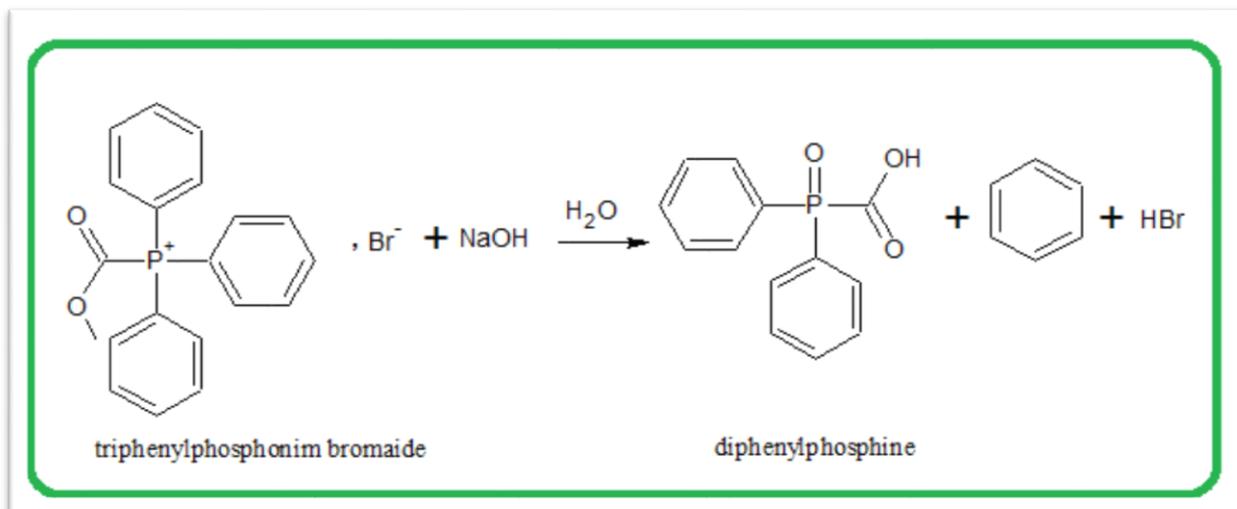


Figure 27''kB'' : Réaction de la synthèse de diphenylphosphine.



Figure 28 "kB" : L'oxydation de MCMDP.

Après en fait la distillation de benzène.



Figure 29 "kB" : la distillation de benzène.

En suite en fait l'extraction liq liq d'oxyde de phosphine et on adite 3*(50ml) de dichlorométhane d'après l'opération de décantation. Et on adite un peu de $MgSO_4$ pour élimine l'eau et on filtrer.



Figure 30 "kB" : l'extraction de MCCMDP.

Après on enlève tout le solvant dans le rotavapor pour concentrer à sec.



Figure 31 "kB" : le séchage de MCCMDP.

Nous mettons le produit dans bécher + minimum de acétate éthylye a chaud et apres on filtre à chaud pour éliminer les impuretés insolubles à chaud.

Ensuite, mettez-le dans des morceaux de glace.



Figure 32 "kB" : la recrystallisation de MCCMDP

En suit en fait la filtration sous vide pour éliminer les impuretés solubles à froid



Figure 33 "kB" : la filtration sous vide de MCMDP.

En fin le produit est solide pur



Figure 34 "kB" : le produit MCMDP.

I.3 Rendement :

$$Rd = \frac{m_p}{m_r} * 100$$

m_r : La masse de réactifs.

m_p : La masse de produits

Application numérique :

$$Rd = \frac{0.875}{1.515} * 100 = 57.75\%$$

II Partie 1 : Analyse physicochimique :

II.1 Matériel utilisée :

- Appareil SMP20-stuart.
- La lampe UV.
- Plaque de gel silice.
- Bécher 50ml.
- Crayon.
- Ciseaux.
- Règle.

II.2 Propriétés physiques :

les propriétés physiques et chimiques sont regroupés dans les tableaux 5.

Tableau 5''kB'' : propriétés physiques et chimiques de MCMDP.

Point de Fusion	Rendement	Formule moléculaire	Masse moléculaire	Etat physique
157 ⁰ C	57.75%	C ₁₃ H ₁₁ O ₃ P	246.199g / mol	cristaux blanc

II.3 les point de fusion :

à partir les analyses les point de fusion est 157 C° et le produit pur



Figure 35 "kB" : Appareil de point de fusion (SMP20-stuart).

II.4 Analyse par Chromatographie Sur Couche Mince (CCM).

II.4.1 Préparation des plaques :

- Couper une plaque de 5 cm de large et 8 cm de long.
- On trace un trait fin au crayon et papier à 1 cm du bas appelé ligne de dépôt et on repère sur trait 3 positions.
- Dissoudre la substance MCMDP dans le méthanol.
- Nous mettons avec des micropipettes le substance dans les trois positions.
- Dans un bécher nous mettons la phase mobile (Chloroforme + Hexane) + plaque.

Expérience 1:

La phase mobile (5ml chloroforme + 5 ml Hexane).

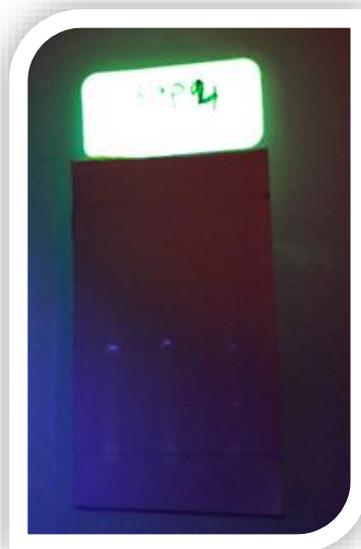


Figure 36 "kB" : Exp 1 CCM de MCMDP.

Expérience 2:

La phase mobile (1ml chloroforme + 9 ml Hexane).



Figure 37 "kB" : Exp 2 CCM de MCMDP

Expérience 3 :

La phase mobile (9 ml chloroforme + 1 ml Hexane).

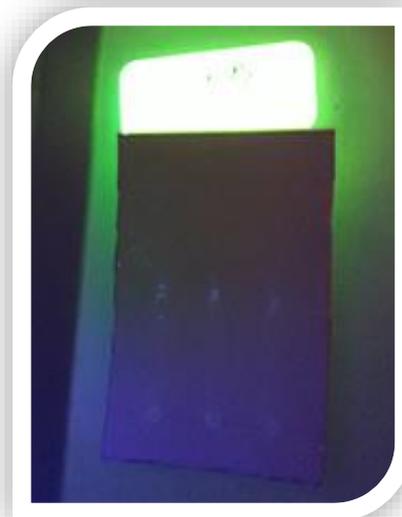


Figure 38 "kB" : Exp 3 CCM de MCMDP

Expérience 4:

La phase mobile (10 ml chloroforme).



Figure 39 "kB" : Exp 4 CCM de MCMDP

Expérience 5:

La phase mobile (10 ml Hexane).



Figure 40 "kB" : Exp 5 CCM de MCMDP

II.4.1 Rapport frontal :

$$R_f = \frac{d}{D} * 100$$

d : la distance entre la ligne de dépôt et le centre de la tâche.

D : la distance entre la ligne de dépôt et de l'éluant.

La distance d et D se mesurent sur la plaque à l'aide d'une règle graduée.

Tableau 6''kB'' : Rapport frontal les cinq expériences

	Exp 1	Exp 2	Exp 3	Exp 4	Exp 5
d (cm)	2.1	1.2	2.5	3.2	0
D (cm)	5	5	5	5	5
R_f %	42	24	5	64	0

à partir des analyses de CCM on confirme le produit MCMDP polaire et produit pur.

II.5 Analyse par UV/Vis :

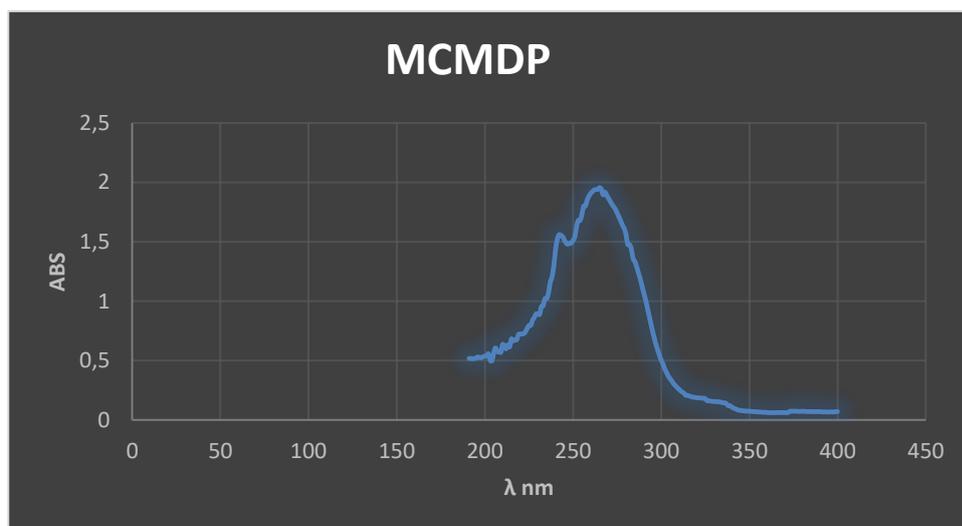


Figure 41 ''kB'' : spectre UV-vis de MCMDP.

$\lambda_{\text{max}} = 265 \text{ nm.}$

II.6 Analyse par IR :

ν_{\max} (KBr disc): 420- 690 (CH), 730 (C-H aliphatique), 742.5 (c=c), 1075-1260 (C-P), 1430-1630 (C=C, cycle aromatique, 3050 (C-H Aliphatique) et 3000-3060 (C-H Ar) cm^{-1} .

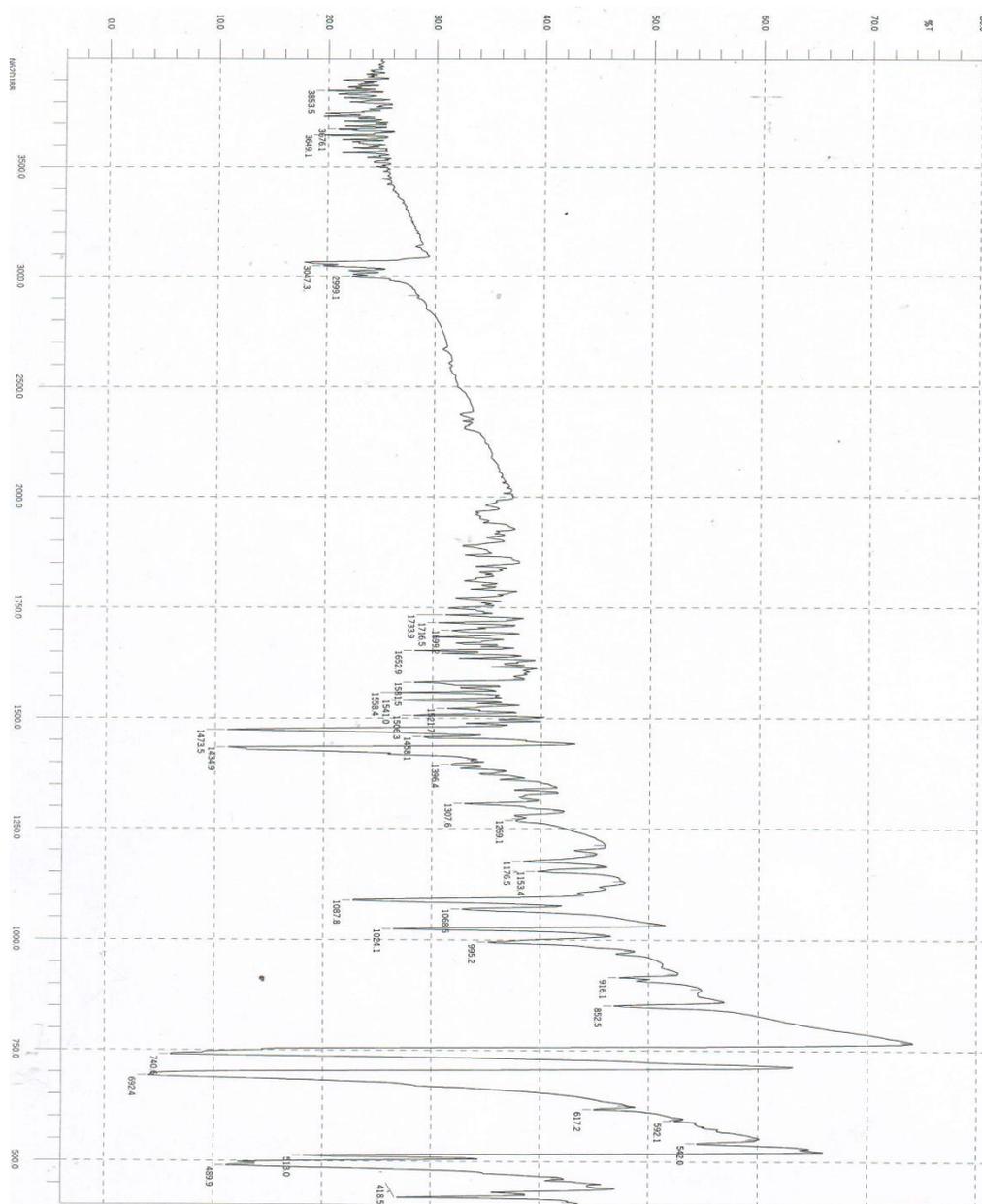


Figure 42''kB'' : spectre infrarouge de MCM DP.

III Partie 3 : Analyse Activite Biologique :**III.1 Materiel utilisee :**

- Balance
- Agitateur et Plaque chauffante
- barreau magnétique
- bécher
- eprouvette de 50 ml
- fiole jaugée
- Réfrigérant
- entonnoire en verre
- Spatules
- Etuve
- Autoclav
- Micropipette
- Bec Benzène
- Ans de platine
- Ecouvillon stérile
- Tube à essai
- Pince stérilisée
- Disques vide stériles
- Boites de pétrie;

III.2 .Préparation des dilutions de MCMDP :

Pour préparer les solutions et pour obtenir les concentrations souhaitées on prépare tout d'abord un quantité suffisante (1 fiole de 200 ml) de la solution H₂O + MCMDP avec des concentrations 500 ppm et après on prépare les autres concentrations (400ppm, 300 ppm ..., 100ppm) selon les étapes suivantes :

Pour avoir une solution 500 ppm :

On prépare 0,1 g de l'inhibiteur MCMDP et le remplir avec l'eau distillé jusqu'atteindre le volume de 200 ml.

Nous avons $C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$ Tel que

C_1 : Concentration initial 500 ppm

V_1 : Volume recherché

C_2 : Concentration (400 ppm)

V_2 : 200 ml

Application numérique :

$$V_1 = \frac{C_2 \times V_2}{C_1} = \frac{400 \times 200}{500} = 160 \text{ ml}$$

On prend 160 ml de la fiole et on le met dans une autre fiole et compléter jusqu'au 200 ml ;

De même on prépare les autres concentrations et on obtient les résultats suivants :

- Pour la concentration à 400 ppm on aura 150 ml de la solution à la concentration 500 ppm.
- Pour la concentration à 300 ppm on aura 133.33 ml de la solution à la concentration 400 ppm.
- Pour la concentration à 200 ppm on aura 100 ml de la solution à la concentration 300 ppm.
- Pour la concentration à 100 ppm on aura 20 ml de la solution à la concentration 200 ppm.

III.3 PREPARATION DES DISQUES :

Les disques sont préparés à partir de papier d'wattman, avec une diamètre de 6 mm. Ensuite ils sont mis dans un boîte de Petri, et stérilisés à UV et conservés jusqu'à l'utilisation.



Figure 43 "kB" : Les disques d'wattman stérilisés.

III.4 Préparer de milieux de culture (gélose nutritif) :

En mettre 20g de gélose dextrose +500 ml d'eau distille dans un fiole verre sur

L'agitateur magnétique a 250 C° pendant 20 min

-Après ce processus, nous mesurons PH 7.3



Figure 44 "kB" : la préparation de milieux de culture (gélose nutritif).

On met le stérilisation et la surfusion de milieu de culture (gélose nutritif) à l'aide d'autoclave pendant 30 min à 120°C.

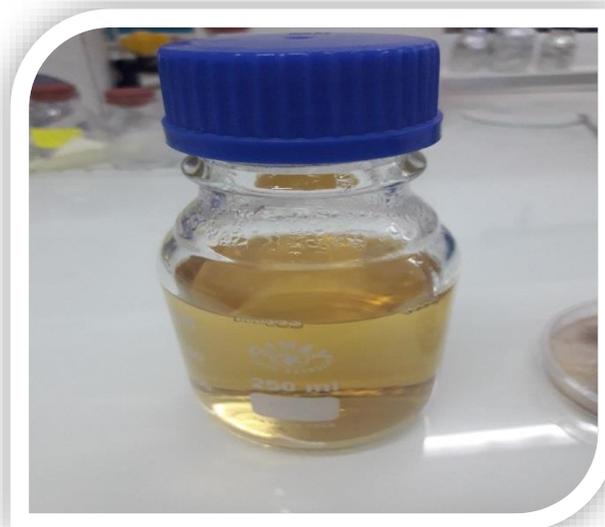


Figure 45 "kB" : Milieux De Culture (Gélose Nutritif) Stérilise.

Puis on le verse dans les boites de Petri à 4 mm de hauteur et on laisse quelques minutes jusqu'à la solidification.

III.5 Les souches bactériennes utilisées :

Le matériel microbiologique est constitué de 4 souches bactériennes pathogènes

- Staphylocoques aureus 25923 ATCC
- Escherichia coli 25922 ATCC
- pseudomonas aeruginosa 27853 ATCC
- salmonella (mladie)

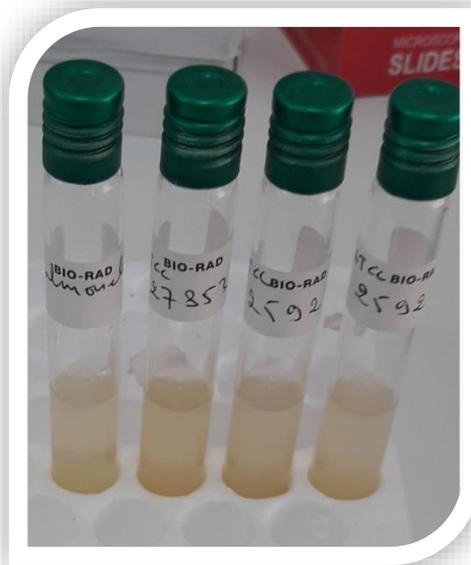


Figure 46''kB'': les souches bactériennes ATCC.

III.6 Antibiotique :

Pour valoriser l'activité antibactérienne on utilise l'antibiotique Amoxyclav (30µg/disque) pour faire la controle positive.

III.7 Inoculum :

- A partir d'une culture pure des bactéries à tester sur milieu d'isolement, racler Par une anse de platine, quelques colonies bien isolées et parfaitement identiques.
- Décharger l'anse dans 5 ml d'eau physiologique stérile à 0.9 %, bien homogénéiser la suspension bactérienne.
- L'ensemencement doit se faire en moins en quelques min après la préparation de l'inoculum.

III.8 Ensemencement :

- La culture se fait dans un milieu stérile en présence de bec benzen;
- Tremper un écouvillon stérile dans la suspension bactérienne (il évite la contamination du manipulateur).
- Frotter l'écouvillon sur la totalité de la surface gélosée, sèche, de haut en bas.
- Répéter l'opération trois fois, en tournant la boîte de Pétrie de 60° à chaque fois, sans oublier de faire pivoter l'écouvillon sur lui-même. Finir l'ensemencement en passant l'écouvillon sur la périphérie de la gélose.
- Les disques sont disposés sur la surface de la gélose à l'aide d'une pince stérilisée au bec bunzen (2 disques de produit et 1 disque de antibiotique)



Figure 47''kB'' : l'activité antibactérienne de MCMDP.

III.9 Incubation et Lecture :

Après incubation 18-24 heures à 37°C dans l'étuve, Les résultats sont observés, en mesurant les diamètres d'inhibition

Pour les quatre souche il y a un effet sur *Staphylococcus Aureus* danne une seul concentration (très concentré) et le diamètres d'inhibition DMI = 10mm



Figure 48 ''kB'' : Zone d'inhibition dane souche de *Staphylococcus Aureus*.

CONCLUSION

Conclusion

CONCLUSION

L'objectif principal de notre travail est d'oxyder le sel de phosphine en utilisant un catalyseur primaire (NaOH) pendant une heure et demie, Cette modification nous a permis de synthétiser (méthoxycarbonylméthyl) diphénylphosphine avec un rendement de 57,75%.

La structure du composé est déterminée par chromatographie analytique sur couche mince et par spectroscopie infrarouge et par spectroscopie à absorption de points de fusion

Nous concluons que :

le point de fusion est 157 C° et produit pur et polaire.

Nous avons ensuite appliqué ce composé dans le domaine biologique en étudiant l'activité antibactérienne avec quatre souches de bactéries, Escherichia coli, Pseudomonas aeruginosa, Salmonella

Pour les quatre souche il y a un effet sur Staphylococcus Aureus dans une seule concentration (très concentré) et le diamètre d'inhibition 10mm