

Université Mohamed Khider – Biskra  
Faculté des Sciences et de la technologie  
Département : Chimie Industrielle



جامعة محمد خيضر بسكرة  
كلية العلوم و التكنولوجيا  
قسم : الكيمياء الصناعية

Mémoire présentée en vue de l'obtention  
du diplôme de Master en : Génie des Procédés

**Option : Génie d'environnement**

**Titre :**

## **Synthèse et caractérisation des produits issus des l'anilinesalicylidènes**

**Présentée par :**

**EL FETNI NOUR EL HODA**

**Devant le jury composé de :**

**Président : M<sup>eme</sup> ADJEL FATIMA**

**Encadreur : M<sup>eme</sup> ALMI SANA**

**Examineur :M. Marzougui Abd Al karim**

# Remerciment

*Tout d'abord je remercie « ALLAH » le tout les puissants qui nous a donné, le courage et l'ambition pour réaliser ce travail.*

*Je tiens tout d'abord à remercier grandement mon encadreur : **M<sup>eme</sup> Almi Sana** , pour sa grande disponibilité et ses précieux conseils et ses encouragements .*

*Je remercie le membres de jury , **M<sup>eme</sup> Adjel Fatima, M.Marzougui Abd el karim**, d'accepter de juger notre travail.*

*Je remercie chef du paretment de Chimie Industrielle de l'Université Mohamed Kheider Biskra **M.Barkat Jamel**, et tous les membre de l'équipe de laboratoires et tout le personnel de la faculté ainsi que les intervenants et les professeurs en charge des enseignements.*

*je tiens à remercier **M .Nacer** responsable de l'appareil RMN et **M<sup>eme</sup> . Laroum Rima** dans l'université Mentouri Constantine pour leurs accueil et sympathie.*

# Dédicace

*Je dédie ce mémoire à :*

*Mes parents, mes sœurs et mes frères,*

*Mounsef Kitfi*

*Toute la famille et tous mes amis*

*El fetmi Hour El Houda*

# *Sommaire*

# SOMMAIRE

Liste des figures	
Liste des tableaux	
Liste d'abréviation	
Introduction générale.....	1

## Chapitre I:

### synthèses bibliographiques sur les bases de Schiff

I-1 Définition de Base de Schiff.....	2
I-2 Mécanisme.....	2
I-3 Classification des bases de Schiff.....	3
I-4 Application de base de Schiff.....	5
I-4-1 En corrosion.....	5
I-4-2 En catalyse.....	7
I-4-3 Importance biologique des bases Schiff.....	9
I-4-4 Extraction des métaux par des bases de Schiff.....	11

## CHAPITRE II:

### Techniques d'analyses et procédure expérimentale

II-1 Techniques générales.....	15
II - 1-1 La chromatographie.....	15
II-1-1-1 Chromatographie sur couche mince (C.C.M).....	15
II - 1-2 La spectroscopie.....	16
II-1-2.1 La spectroscopie infrarouge (I.R).....	17
II-1-2.2 La Résonance Magnétique Nucléaire.....	17
II-2 Procédures.....	18
II-2-1 Les réactifs et produits utilisés.....	18
II -2-2 Les Solvants utilisés.....	18
II -3 Techniques et caractérisation physico-chimiques.....	19

II -3-1 Chromatographie sur couche mince.....	19
II -3-2 Spectroscopie Infrarouge I.R .....	19
II -3-3 Résonance Magnétique Nucléaire (RMN).....	19
II -3-4 Point de fusion .....	20
II -4 Mode opératoires.....	20
II-5 Purification par recristallisation .....	21
II-5-1 choix du solvant .....	21

## **Chapitre III :**

### **Résultats et discussions**

III-1 Caractéristiques physico-chimiques .....	23
III-2 Chromatographie sur couche mince .....	24
III-3 Solubilité des produits synthétisés.....	25
III-4 Caractérisation par IR .....	26
III-5 Caractérisation par RMN.....	30
Conclusion générale.....	40
Les références	

# *Liste des figures*

# Liste des figures

## Chapitre I

Figure I-1: Synthèse base de Schiff.....	2
Figure I-2: Mécanisme synthèse le base de schiff .....	2
Figure I-3: Bases de Schiff polydentates.....	4
Figure I-4: Les bases de Schiff inhibitrices de corrosion d'acier doux .....	6
Figure I-5: Structure et activité catalytique du catalyseur de Jacobsen.(a) Catalyseur de Jacobsen; (b) Epoxydation des cis-oléfinés.....	8
Figure I-6: L'activité pharmacologique de base de Schiff.....	10
Figure I-7: Structure des anilinesalicylidènes .....	11
Figure I-8: Ligand L utilisé en extraction du nickel (II) .....	13

## Chapitre II

Figure II-1: Dessin représentatif de plaque CCM .....	16
Figure II-2: Montage de synthèse base de Schiff.....	18
Figure II-3 : L'appareil de point de la fusion.....	20
Figure II-4: les bases de Schiff synthésés.....	21
Figure II-5: Structures chimiques des cinq bases de Schiff synthésés.....	22

## Chapitre III

Figure III-1: Processus thermo-chromique et photochromique réversible des anils.....	24
Figure III-2: Les plaques CCM des bases de Schiff obtenues .....	25
Figure III-3 : Les spectrent IR des différents produits synthésés.....	30
Figure III-4:les figures montrent les spectrent RMN des différents produits synthésés .....	36
Figure III-5 : Rendement d'extraction du cuivre (II), cobalt (II) etnickel (II) par les base de Schiff o, m et p-substitué par un groupement méthyle .....	37
Figure III-6: influence du pH sur l'extraction des métaux de transition par la SAPAN.....	38
Figure III-7 : Effet de fongicide sur la croissance du Penicillium, Rhizopus, Fusarium.....	39

# Liste des tableaux

## Chapitre I

Tableau I-1: Différents types des sites chelatants .....	3
Tableau I-2: Influence de la température et le temps d'immersion sur l'IE.....	7
Tableau I-3: Comparaison d'efficacité d'inhibition de la base de Schiff avec les produits de départ et un inhibiteur commerciale .....	7
Tableau I-4: L'extraction des picrates métalliques par les bases de Schiff macrocycliques (II) et (III).....	14

## Chapitre III

Tableau III-1: Caractéristiques physico-chimiques des cinq bases de Schiff élaborées .....	23
Tableau III-2: Rassemble les valeurs de l'Rf de chaque molécule, l'éluant utilisé et la couleur de tache dans chaque cas .....	24
Tableau III-3: La solubilité des produits obtenues dans différents solvants .....	26
Tableau III-4: Les bandes de vibration expérimentales caractéristiques des bases de Schiff synthétisées ( $\text{cm}^{-1}$ ).....	27
Tableau III-5: Les raies caractéristiques par RMN des bases de Schiff synthétisés .....	31

## Liste d'abréviation

SAL: salicylealdéhyde.

OAN: ortho-anisidine.

PAN: para-anisidine.

MAN: metha-anisidine.

MT: metha-toluidine.

HD: hexane diamine.

SAPAN: salicylidéne-para-anisidine.

SAOAN: salicylidéne –ortho-anisidine.

SAMAN: salicylidéne –metha-anisidine.

SAMT: salicylidéne –metha-toluidine.

SAHD: salicylidéne hexane diamine.

*Liste des  
tableaux*

# Liste des tableaux

## Chapitre I

Tableau I-1: Différents types des sites chelatants .....	3
Tableau I-2: Influence de la température et le temps d'immersion sur l'IE.....	7
Tableau I-3: Comparaison d'efficacité d'inhibition de la base de Schiff avec les produits de départ et un inhibiteur commerciale .....	7
Tableau I-4: L'extraction des picrates métalliques par les bases de Schiff macrocycliques (II) et (III).....	14

## Chapitre III

Tableau III-1: Caractéristiques physico-chimiques des cinq bases de Schiff élaborées .....	23
Tableau III-2: Rassemble les valeurs de l'Rf de chaque molécule, l'éluant utilisé et la couleur de tache dans chaque cas .....	24
Tableau III-3: La solubilité des produits obtenues dans différents solvants .....	26
Tableau III-4: Les bandes de vibration expérimentales caractéristiques des bases de Schiff synthétisées ( $\text{cm}^{-1}$ ).....	27
Tableau III-5: Les raies caractéristiques par RMN des bases de Schiff synthétisés .....	31

*LISTE*  
*D'abréviation*

## Liste d'abréviation

SAL: salicylealdéhyde.

OAN: ortho-anisidine.

PAN: para-anisidine.

MAN: metha-anisidine.

MT: metha-toluidine.

HD: hexane diamine.

SAPAN: salicylidéne-para-anisidine.

SAOAN: salicylidéne –ortho-anisidine.

SAMAN: salicylidéne –metha-anisidine.

SAMT: salicylidéne –metha-toluidine.

SAHD: salicylidéne hexane diamine.

*Introduction  
générale*

## **Introduction générale**

L'essor spectaculaire que connaissent les méthodes d'analyse durant ces dernières années a contribué directement au développement qualitatif et quantitatif de plusieurs disciplines relevant de la synthèse organique. La chimie de coordination (F. Mathey, 1991) en est un exemple.

La recherche de nouveaux matériaux synthétiques est l'un des axes de recherche fondamentaux en la matière. Les bases de Schiff qui attirent de plus en plus l'attention des chercheurs (T. Mahmud 2010). Ceci reviendrait essentiellement à la simplicité de leur synthèse et la diversité de leurs applications particulièrement en catalyse, en biotechnologie (Sh. Kumar, 2009) et en corrosion (G. Boisier 2008) et extraction (S. Almi, 2016).

C'est dans ce contexte que s'inscrit ce travail. Il s'agit de :

- ❖ La réalisation du procédé des produits issus de l'anilinesalicylidène.
- ❖ La purification, l'analyse et la caractérisation des produits obtenus.
- ❖ La recherche du domaine d'application.

Ce contexte est divisé donc en trois chapitres. Le premier chapitre est une recherche bibliographique sur les bases de Schiff.

Et le deuxième chapitre, nous présentons la synthèse des cinq produits issus de l'anilinesalicylidène qui ont été caractérisés par spectroscopies infrarouge, RMN et CCM ainsi que le point de fusion.

Le troisième chapitre abordera les différents résultats et leurs discussions. Et enfin, une conclusion générale qui résume l'ensemble des résultats obtenus.

# *Chapitre I :*

*Syntheses bibliographiques  
sur les bases de Schiff*

## I-1 Définition de Base de Schiff

Les produits de la condensation des amines primaires avec les aldéhydes ou les cétones sont Appelé **base de Schiff** ou imines.

Ces composés ont été synthétisés pour la première fois en 1864 par Hugo Schiff .Ils sont obtenus par action d'une amine primaire sur un groupement carbonyle (aldéhyde ou cétone) en donnant amino alcools. (I. Stronski 1976).



Figure I-1: synthèse base de Schiff.

## I-2 Mécanisme réactionelle

La formation d'une base de Schiff à partir d'aldéhydes (ou) acétones est une réaction réversible et se déroule généralement sous catalyse acide (ou) basique, ou par chauffage.

La formation est généralement conduite à l'achèvement par séparation du produit ou élimination de l'eau, ou les deux. de nombreuses bases de Schiff peuvent être hydrolysées Aldéhydes ou cétones et amines par un acide ou une base aqueuse. (A.Solankee, 2004).

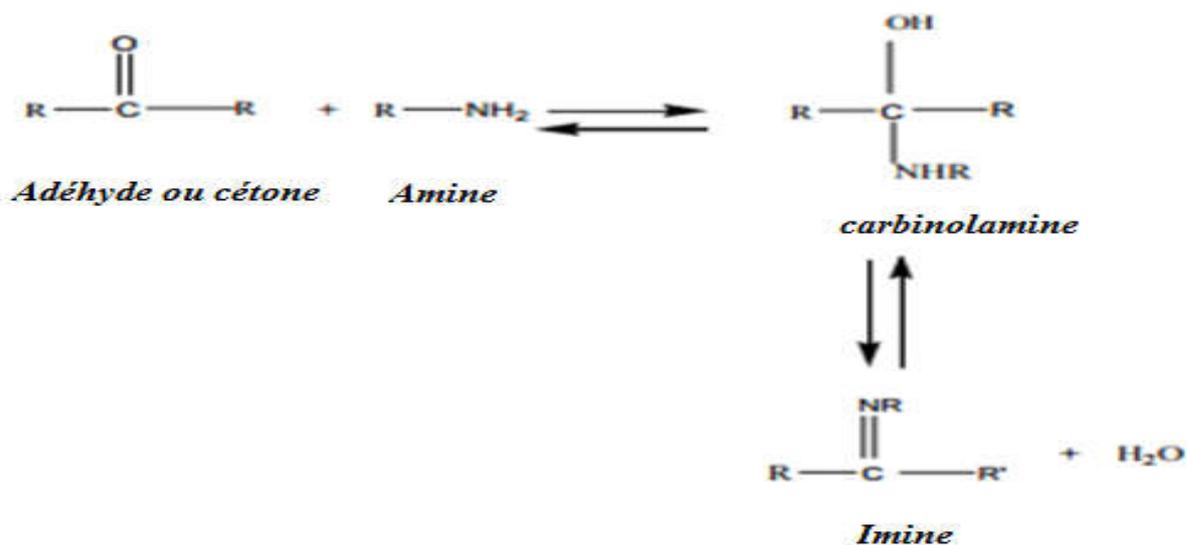


Figure-I-2 : Mécanisme synthèse base de Schiff.

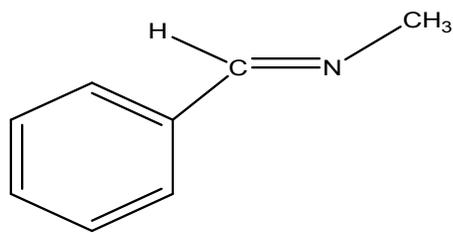
### I-3 Classification des bases de Schiff

Compte tenu de l'aptitude de ces composés à former des liaisons de coordination avec les métaux de transition, ils peuvent être classés selon leur nombre de sites de coordination comme est montré dans le tableau suivant (B.M. Hocine, 2007):

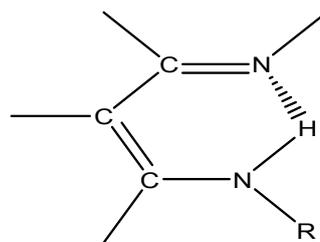
**Tableau I-1** : Différents types des sites chelatants.

Type	Nature du site de coordination
N	site coordination monodentate 1 N
NN	sites coordinations bidentates 2 N
NON	sites coordinations mixtes tridentates 2N et 1O
NONO	sites coordinations mixtes tétradentates 2N et 2O
NONON	sites coordinations mixtes pentadentates 3N et 2O
OONNNO	sites coordinations mixtes hexadentates 3N et 3O
NONONON	sites coordinations mixtes pentadentates 4N et 3O

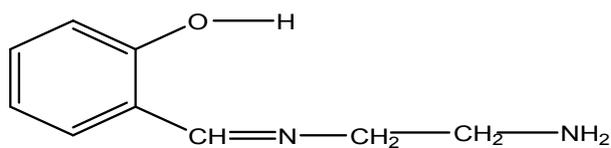
Un exemple typique, que l'on peut citer dans ce cas, est celui des bases de Schiff dérivées du salicylaldéhyde comme est représenté sur la figure suivante :



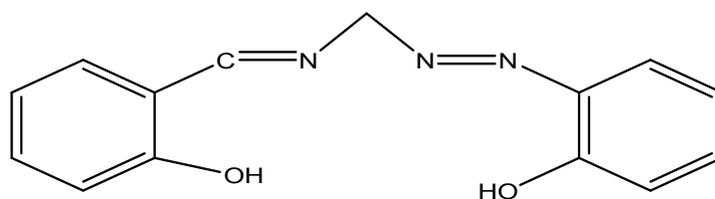
Monodentate



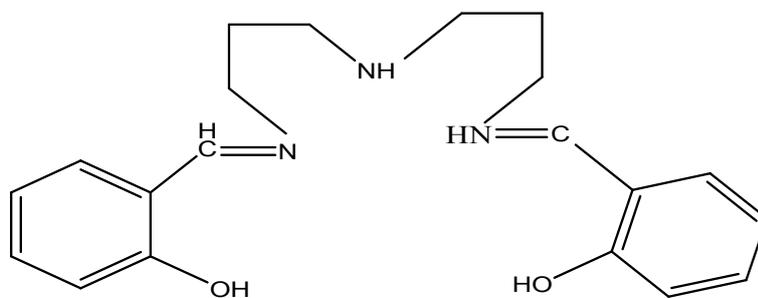
Bidentate



Tridentate



Tétradentate



Pentadentate

Figure-I- 3: Bases de Schiff polydentate.

## I-4 Application de base de Schiff

### I-4-1 En corrosion

De nombreuses études récemment réalisées sur les bases de Schiff ont mis en exergue pour ces systèmes, d'excellentes propriétés inhibitrices de corrosion, vis-à-vis de matériaux divers tels, l'acier (K. Materna, 2002; A. S. Sadaghiana, 1991), le cuivre (S. K. GOEL 1999), l'aluminium (L. J. N. Duarte 2005, Y. Diaz-fernandez, 2002) et le zinc (T. GU 1999).

L'activité d'inhibition de ces molécules est imputée à la fonction azométhine (C=N) et c'est par le biais des doublets électronique qui assurent le ralentissement de la vitesse de corrosion.

La flexibilité de ces substances et la possibilité de modifier systématiquement leurs structures sont les principales propriétés de choix (G. BOISIER 2008). La quantification de l'effet inhibiteur de ce genre d'activité se réalise souvent en appliquant les isothermes d'adsorptions.

Dans le but d'étudier l'effet des bases de Schiff sur la corrosion d'acier doux dans l'acide chlorhydrique, Y. B. Zemedé et al (Y. B. Zemedé, 2015) ont utilisé la méthode des mesures gravimétriques en absence et en présence des bases de Schiff synthétisés comme des inhibiteurs. Le pourcentage d'inhibition efficace IE et le taux de corrosion CR ont été mesurés par les équations suivantes :

$$CR = \frac{87.6 W}{D.A.t} \longrightarrow \text{(Eq. 1)}$$

$$IE = \frac{\Delta W_1 - \Delta W_2}{\Delta W_1} \longrightarrow \text{(Eq. 2)}$$

Toutes les bases de Schiff utilisés dans cette étude, ont montré une bonne aptitude d'inhiber la corrosion d'acier doux dans un milieu acide. Cela a été interprété par la coordination entre le doublet électronique libre de l'atome donneur de la base de Schiff et le métal de l'acier (K.S. Jacob, 2010, H. Shokry, 1998).

La présence des groupements méthoxy et hydroxyle ont une influence positive sur le pouvoir d'inhibition des bases de Schiff. Ces groupes ont un effet mésomère donneur qui augmente la densité électronique et active le cycle aromatique, cela se traduit par une meilleure adsorption du type chemisorptions par le cycle aromatique et confère une meilleure

protection. En outre, L'efficacité d'inhibition augmente avec l'augmentation de la concentration des inhibiteurs. Ceci confirme que l'inhibition de la corrosion d'acier résulte de l'adsorption d'inhibiteur sur la surface métallique (M. Mahdavian, 2009).

La température et le temps d'immersion influent sur l'efficacité d'inhibition d'acier au carbone par les bases de Schiff asymétrique M1 (C. K. Bhkakh, 2015).

D'après les résultats présentés dans le tableau ( I, 2) l'efficacité d'inhibition augmente avec le temps et prend une valeur maximale à 40 °C. Cela a été expliqué par la formation d'un film d'inhibiteur sur l'acier qui s'épaissit avec le temps et donne une meilleure protection, mais il se dégrade partiellement en augmentant la température et se sépare de la surface de l'acier (N. Thamaraiselvi, 2007).

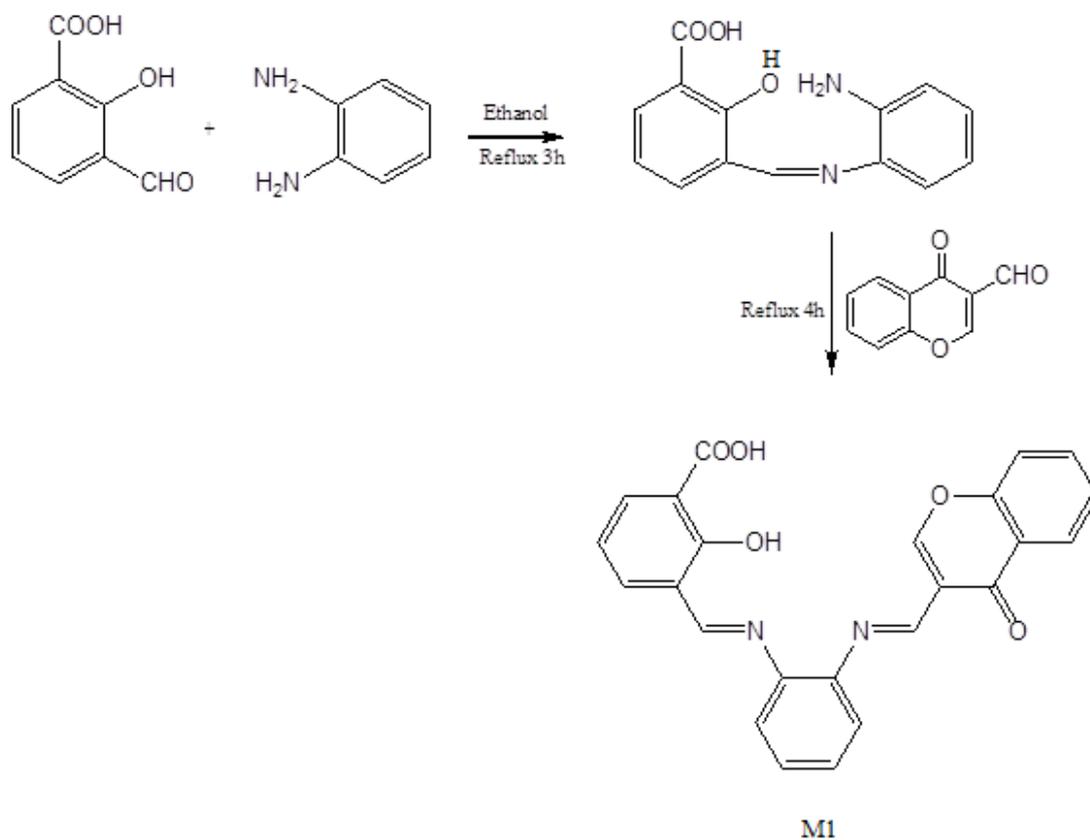


Figure I-4 : Les bases de Schiff inhibitrices de corrosion d'acier.

**Tableau I- 2:** influence de la température et le temps d'immersion sur l'IE.

Temperature	Efficacité			
	Temps 1h	Temps 2h	Temps 3h	Temps 4h
30°C	63.75 %	67.11 %	73.53 %	81.96 %
40°C	65.20 %	70.87 %	78.37 %	85.47 %
50°C	60.02 %	65.32 %	72.77 %	80.13 %

L'IE de la base de Schiff M1 a été comparé avec l'inhibition des produits de départ de sa synthèse et un inhibiteur commerciale utilisé dans l'industrie des huiles : le dichromate de potassium (tableau I,3).

Les résultats montrent que M1 est plus efficace que les autres produits, cela est dû à l'augmentation du nombre des groupements fonctionnels (C=O, C=N, hétéro atomes et les noyaux benzéniques) (M.S. Abdel-Aal ,2001).

**Tableau I-3:** Comparaison d'efficacité d'inhibition de la base de Schiff avec les produits de départ et un inhibiteur commerciale.

Objet	M1	1,2-phenylène diamine	3- chromo formyl	Acide 3- formylsalicylique	Dichromate de potassium
Efficacité	85.47 %	79.73 %	73.08	69.74 %	80.11 %

#### I-4-2 En catalyse

Les complexes chiraux à base de Schiff sont largement exploités comme catalyseurs en synthèse organique (exemple : synthèse en antioselective à des composés pharmaceutiques). Parmi les avantages des catalyseurs organométalliques, on peut citer :

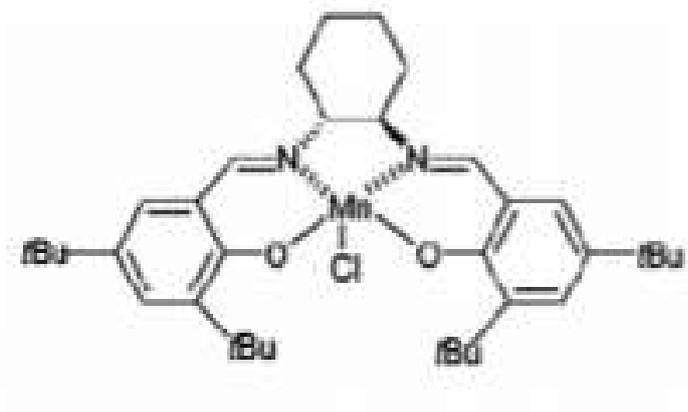
- ❖ Une efficacité importante.
- ❖ Une bonne sélectivité ;

Parmi les applications courantes, vingt procédés industriels sont actuellement mis en œuvre, entres autre l'hydrogénation catalytique, l'oxydation des oléfines. Grossièrement, le

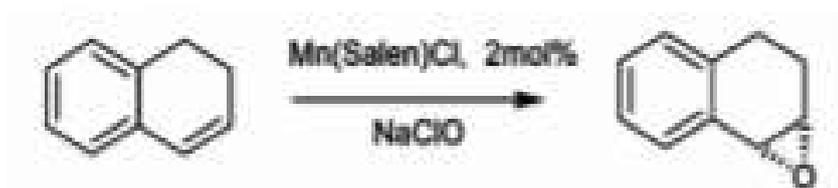
rôle d'un catalyseur est de minimiser l'énergie d'activation de la réaction. Dans ce cas, trois étapes essentielles sont à distinguer lors de la mise en jeu d'une réaction : (Dominique Commereuc 2004)

- ❖ Activation simultanée par coordination du substrat et du réactif.
- ❖ Réaction entre espèces activées au sein la sphère de coordination.
- ❖ Décoordination des produits formés.

Les premières tentatives d'utilisation des complexes issue du Salen comme catalyseurs ont été réalisées par Kochi et coll. en 1985 (figure I,5) (A.G.MASSEY1973). Le complexe (*R,R*)-*N,N'*-bis(3,5-di-*tert*-butylsalicylidène)-1,2-cyclohexanediaminomanganèse(III), dicatalyseur de Jacobsen, s'est avéré être doté d'une efficacité remarquable dans les réactions d'époxydation des *cis*-oléfines.



(a)



(b)

**Figure I-5:** Structure et activité catalytique du catalyseur de Jacobsen.(a) Catalyseur de Jacobsen; (b) époxydation des *cis*-oléfines.

Les complexes de bases de Schiff ont enfin révélé une activité catalytique remarquable dans les réactions d'oxydation des alcools à basse pression en acides arylpropioniques et en esters, ces derniers ayant été utilisés comme agents anti-inflammatoires (W.B. Q 1981 ).

Outre les réactions d'oxydation déjà citées, l'activité catalytique des complexes de bases de Schiff polydentées a été testée dans de nombreuses autres réactions en chimie organique.

Jacobsen et Coll. ont en effet établi une énantioselectivité dans les réactions d'ouverture des cycloalcanes, catalysées par des complexes de type bases de Schiff Polydentées-cobalt (II) (M.E.F. Laespeda, 1993) et bases de Schiff polydentées-chrome (III) (A. Perez-gramatges 2012), réactions difficilement réalisables avec d'autres agents catalytiques.

Les bases de Schiff utilisées aussi comme catalyseur chimique ;

Les complexes base de Schiff de (vanadyle) sont surtout utilisés en chimie comme catalyseur dans la transformation de divers composés (T. Hirao.2000), et notamment :

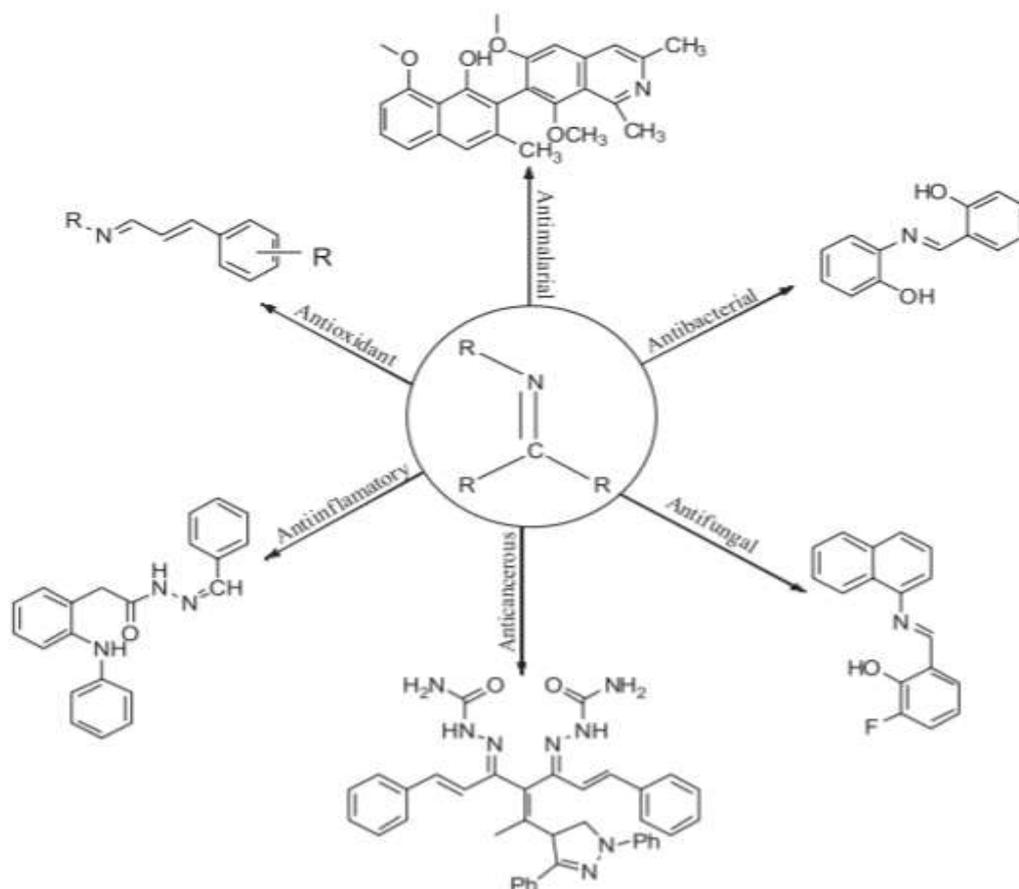
- L'électroréduction de O<sub>2</sub> en H<sub>2</sub>O (Y. N. Belokon, 2001, Z. Liu .2001).
- L'époxidation des oléfines (K. Nakajima, 1989).
- L'oxydation énantiosélective de sulfure en sulfoxyde (C.J. Chans, 1997, J. Halpern, 2003).
- L'addition asymétrique de cyanure de triméthylesilyle sur des aldéhydes (H.B.Gray 2003).

### **I-4-3 Importance biologique des bases Schiff**

Les bases de Schiff ont signalés des activités importante vis-à-vis une large gamme de médicaments pharmacologiques et elles sont utilisées comme agents antimicrobiens antibactérien, anti-fongique, des agents anti-paludéens et antiviraux ainsi que des agents Anti-inflammatoire, antioxydant et anti-cancéreux (Adams M.2013, Bhat M.A. 2013). L'activité pharmacologique attribuée aux bases de Schiff est principalement dues à la caractéristique de la fonction C = N (Figure I,6).

Synthétiquement, la condensation d'un amine avec un composé carbonyle se présente sous conditions de reflux avec élimination complète de l'eau formée dans le système en utilisant des molécules Tamis; l'élimination de l'eau peut également être effectuée en utilisant Des solvants déshydratants bien connus, c'est-à-dire, l'orthoformiate de triméthyle ou l'orthosilicate de tétraméthyle (da Silva C.M.,2012 ).D'autres méthodes ont également été

rapportées pour la synthèse des bases de Schiff, qui impliquent l'utilisation de des acides Lewis ou de Bronsted-Lowry. Certains communs comme le  $ZnCl_2$ ,  $TiCl_4$ ,  $MgSO_4$ -PPTS,  $Ti(OR)_4$ , alumine,  $H_2SO_4$ ,  $NaHCO_3$ ,  $MgS_4$ ,  $Mg(ClO_4)_2$ ,  $H_3CCOOH$ ,  $Er(OTf)_3$ ,  $P_2O_5 / Al_2O_3$  et  $HCl$ , en tant que catalyseur (da Silva C.M., 2012, Adams M., 2013, Bhat M.A., 2013, Klemkait-Ramanausk K 2014, Naeimi H, 2006). De nouvelles méthodes rentables et efficaces, y compris, hyperfréquence, synthèse sans solvant et la synthèse à l'état solide est également utilisée et signalée, pour la synthèse des bases de Schiff et leur complexes metal (da Silva C.M., 2012, et Thaker B.T., 2011., et Degirmencioglu I. 2009). Ce bref résumé présente l'importance pharmacologie de différents base de Schiff synthétiques dérivées de certains produits naturels ou de précurseurs disponibles dans le commerce et suggèrent également les perspectives d'avenir des domaines de recherche potentiels.

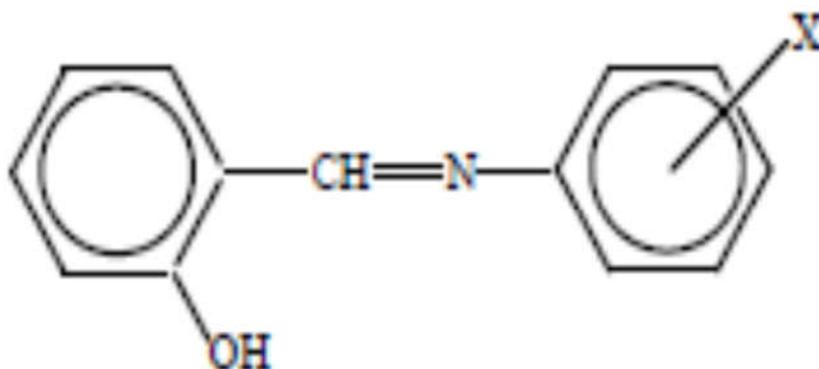


**Figure-I-6:** L'activité pharmacologique de base de Schiff.

**I-4-4) Extraction des métaux par des bases de Schiff**

L'utilisation de la technique d'extraction liquide-liquide impliquant les bases de Schiff, reçoit une attention croissante. Elles ont été utilisées pour l'extraction d'ions métalliques à partir de la phase aqueuse vers la phase organique.

L'anilinesalicylidène (SAN) est un excellent extractant du cuivre (II), du cobalt (II) du nickel (II) en milieu sulfate (S.Almi). Les substituants augmentent l'hydrophobicité des ligands, et l'extractibilité peut être contrôlée par l'introduction de substituants près d'imine-N donneur ( Y. Boukraa, 2011).



Avec X le substituant.

**Figure I-7:** Structure des anilinesalicylidènes.

Barkat et Kameche [D. Barkat et kamiche,2007.] ont étudié l'extraction liquide-liquide du cuivre (II) ( $10^{-4}$ M) par les bases de Schiff (0.005, 0.01 et 0.02M) à partir de salicyaldéhyde et l'aniline et ces dérivés dans le chloroforme en milieu sulfate de sodium (0.33M), leur objectif est d'étudier l'effet de la position de substituant: o-OCH<sub>3</sub>, m-OCH<sub>3</sub>, p-OCH<sub>3</sub> et o-CH<sub>3</sub> présent dans le cycle d'aniline sur l'extraction du cuivre(II). La meilleure extraction est observée avec HAS (l'anilinesalicylidène) non substitué. Le complexe est de type CuL<sub>2</sub>HL.

Une étude similaire est effectuée par Boukraa et Benabdallah (Y. Boukraa, 2011), qui décrit l'effet de substituant sur l'extraction. Ils ont trouvé qu'avec l'anilinesalicylidène, le cuivre(II) ( $1.575 \times 10^{-3}$  M) est extrait comme un complexe chélate mixte, CuL<sub>2</sub>HL. En présence de substituants, le cuivre est extrait comme chélate simple, CuL<sub>2</sub>. Après la détermination des constantes d'extraction, l'efficacité de l'extraction suit l'ordre suivant:



L'effet de température sur l'extraction par solvant a été étudié par Boukraa et al. (Y. Boukraa, 2009) avec le cuivre (II) ( $1.575 \times 10^{-3}$  M), cobalt (II) ( $1.88 \times 10^{-3}$  M) et le nickel (II) ( $6.81 \times 10^{-3}$  M) par l'anilinesalicylidène (SAN) (0.2 M) dans le chloroforme en milieu sulfate de sodium,  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  (0.33 M) de force ionique constante ( $I = 1$ ). Ils ont constaté que l'extraction de chaque métal augmente avec l'augmentation de la température.

En 1970, R. A. Richardson et coll. ont par ailleurs extrait le cuivre(II) par utilisation d'une série de bases de Schiff tétradentées dont, la bis(acétylacétone)éthylènediimine (Acac)<sub>2</sub>en, la bis(benzoylacétone)-propylènediimine (Bzac)<sub>2</sub>pn, la bis(salicylaldéhyde)-éthylènediimine (sal)<sub>2</sub> en et la bis(salicylaldéhyde)-o-phénylediimine (sal)<sub>2</sub>phen. L'extraction a été réalisée dans le chloroforme, le toluène, le benzène et MIBK, ce qui leur a permis d'établir les pH de demi-extraction ( $\text{pH}_{1/2}$ ) ainsi que les stoechiométries des espèces extractibles [M. Hadjyoucef 2014- H. Reffas 2014].

En 1981, J. Aggett et R.A. Richardson [J. Aggett .1980] ont extrait l'ion métallique de cuivre(II) en utilisant une série de bases de Schiff tétradentées. Parmi ces derniers, on peut citer: la bis(acétylacétone)-éthylènediimine, la bis(salicylaldehyde)-éthylènediimine, la bis(benzoyl-acétone)-propylènediimine et la bis(salicylaldehyde)-o-phénylènediimine.

L'extraction a été réalisée dans différents solvants tels : le chloroforme, le toluène et le MIBK, ce qui leur a permis d'établir les pH de demi-extraction et la stoechiométrie des espèces extraites. Ces mêmes auteurs ont utilisé ses bases de Schiff dans l'extraction liquide-liquide des cations métalliques tels que le Fe(III), Co(II) et Ni(II).

L'extraction du nickel (II) par une base de Schiff L ([ 2,2'-((1Z,1'E)-(3E,3'E)-3,3'((4-méthyl-1,2-phénylene)bis(azanylylidene)) bis(1,5-diméthyl-2-phényl-2,3-dihydro-1Hpyrazole-4-yl-3-ylidene))bis(azanylylidene))bis(methanylylidene))diphenol]) a été étudié suivant plusieurs paramètres [I. Jirjees, 2015] . L'effet de la durée d'agitation, de la température, du pH, de la concentration en ions métalliques, et du solvant organique. Cette méthode a été utilisée pour l'extraction du nickel à partir d'une eau d'épuration de la rivière, et le pourcentage d'extraction a été de 82 %.

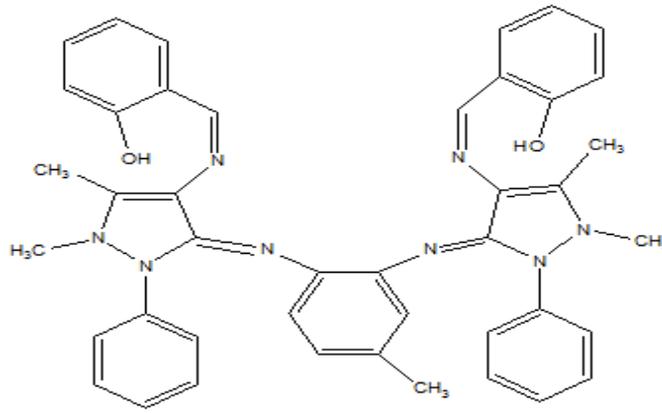
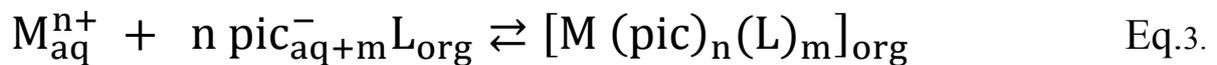


Figure I-8 : Ligand L utilisé en extraction du nickel (II).

Les bases de Schiff macrocycliques ont reçu récemment un intérêt considérable dû au fait qu'ils contiennent un grand nombre d'atomes donneurs et à leur flexibilité [W.Walkowiak, 1987], ils peuvent ainsi former des complexes très stables. L'extraction liquide-liquide des picrates métalliques tels que l' $\text{Ag}^+$ , le  $\text{Cu}^{2+}$  et le  $\text{Ni}^{2+}$  a été effectué en utilisant deux nouvelles bases de Schiff macrocycliques [S. Kedy, 2015].

En générale, l'équilibre d'extraction est présenté par l'équation Eq. 3 suivantes :



La constante d'équilibre est donnée par l'expression suivante :

$$K_{\text{ex}} = \frac{[\text{M} (\text{pic})_n (\text{L})_m]_{\text{org}}}{[\text{M}^{n+}]_{\text{aq}} [\text{pic}^-]_{\text{aq}}^n [\text{L}]^m} \quad \text{Eq.4.}$$

L'expression de log D est donné par :

$$\text{Log D} = n \log [\text{pic}] + \log K_{\text{ex}} + m \log [\text{L}] \quad \text{Eq.5.}$$

Les résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau( I,4).

**Tableau I-4** : L'extraction des picrates métalliques par les bases de Schiff macrocycliques (II) et (III).

Ion métallique	Extrabilité (%)		Extrabilité (%)	
	(II)	(III)	(II)	(III)
Ag <sup>+</sup>	72.0 ± 0.3	84.2 ± 0.1	22.4 ± 0.1	42.2 ± 0.3
Cu <sup>2+</sup>	18.1 ± 0.2	30.1 ± 0.3	6.1 ± 0.3	24.4 ± 0.2
Ni <sup>2+</sup>	14.3 ± 0.2	17.0 ± 0.3	5.4 ± 0.3	23.5 ± 0.5

a température  $25 \pm 0.1$  °C, phase aqueuse (5ml) ; [picrate]=  $1.25 \times 10^{-5}$  M, phase organique (5ml)  
[L] =  $1.25 \times 10^{-4}$  M.

b phase organique : dichlorométhane.

c phase organique : chloroforme.

*Chapitre II :*  
*Techniques*  
*d'analyses et*  
*procédure*  
*expérimentale*

**II-1 Techniques d'analyses****II - 1-1 La chromatographie**

La chromatographie est une technique de séparation très puissante, mais aussi considérablement complexe (J.M.Bobbit, 1972). Historiquement, l'apparition de ces techniques remonte à 1903, date à laquelle le botaniste russe M.Tswett a réalisé la séparation de pigments végétaux de la chlorophylle (G.Burgot, 2002). La période d'extension de la chromatographie d'absorption commença en 1931 (K.Randerath 1971).

Les séparations par chromatographie mettent en oeuvre des techniques basées sur des propriétés physiques générales des molécules. Ces propriétés sont :

- La tendance d'une molécule à se dissoudre dans un liquide (solubilité).
- La tendance d'une molécule à se lier à un solide finement divisé (adsorption).
- La tendance d'une molécule à passer à l'état vapeur ou à s'évaporer (volatilité).

**II-1-1-1 Chromatographie sur couche mince (C.C.M)**

L'apparition de la chromatographie sur couche mince remonte à 1938 (Ismailor et Shraiber) (K.Randerath 1971). La pureté des produits a été vérifiée sur des plaques de gel de silice (Macherey-Nagel, couche 0,2 mm, gel de silice avec indication de fluorescence UV254), en utilisant le dichlorométhane comme éluant.

La C.C.M met essentiellement en jeu deux variables : la nature de la phase stationnaire (couche mince) et la nature de la phase mobile (mélange de solvants de développement).

La phase stationnaire est constituée d'une poudre, il y a quatre substances les plus utilisées : gel de silice (acide silique), alumine (oxyde d'aluminium), kieselguhr (terre d'infusoire) et cellulose. La phase mobile est n'importe quel solvant ou mélange de solvants (J.M.Bobbit, 1972).

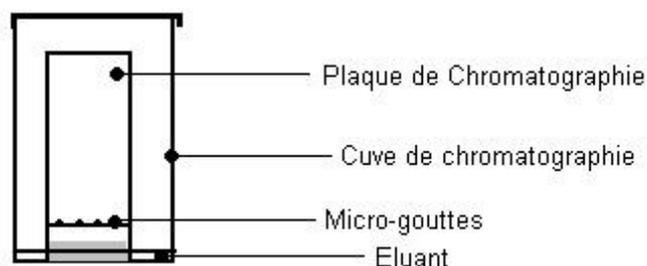
**La loi de calcul de Rf**

$$Rf = \frac{\text{hauteur de la tache}}{\text{hauteur du front du solvant}}$$

Chaque tache correspond à un constituant et on l'identifie par comparaison du Rf avec un témoin (une même substance migre à la même hauteur dans des conditions opératoires identiques; même Rf).

Le choix du solvant peu être délicat, même pour les expérimentateurs confirmés et il faut le plus souvent faire des essais de séparation avant de se lancer vraiment dans l'analyse chromatographique.

On retiendra tout de même qu'un solvant polaire entraînera facilement les substances polaires et peu les substances apolaires.



**Figure I-1:** Dessin représentatif de plaque CCM.

**II - 1-2 La spectroscopie**

La spectroscopie est basée sur l'étude des interactions entre la matière et un rayonnement électromagnétique. Ces interactions sont nombreuses, les plus intéressantes et les plus étudiées font appel au phénomène d'absorption, celui-ci peut être défini par sa

fréquence, sa longueur d'onde et son nombre d'onde [M.Chavanne1991], les méthodes spectroscopiques dans la que lui est caractéristique [Encyclopaedia Universalis 2004].

Le domaine qui représente, le plus grand intérêt pour le chimiste, est très limité et s'étend de 4000 à 660  $\text{cm}^{-1}$ . Les molécules absorbent l'énergie de ces radiations en modifiant leurs énergies de vibration [D.R.Browning, 2000].

Beaucoup d'informations utiles concernant ces complexes ont été utilisées pour l'analyse qualitative et quantitative de composés inorganiques et organiques sont basées sur l'émission et l'absorption des rayonnements UV- Visible et infrarouge par espèces atomique et moléculaire [S.Westholler 1999].

### **II-1-2.1 La spectroscopie infrarouge (I.R)**

L'infrarouge est le domaine classique des molécules organiques donnant des informations sur les groupements fonctionnels présents dans une molécule. Les modes de vibration d'un groupement chimique dépendent fortement du reste de la molécule, chaque molécule produit un spectre d'absorption réalisées [S.Westholler1999]. L'absorption de l'infrarouge s'observe pour des complexes métalliques liés par covalence qui sont généralement actifs une région infrarouge de grande longueur d'ondes.

### **II-1-2.2 La Résonance Magnétique Nucléaire**

Les spectres RMN de ligands et des complexes ont été obtenus en utilisant chloroforme comme solvant avec un appareil BRUKER (250 MHZ).

La RMN est une méthode d'étude de la matière qui a été utilisée dans de nombreux domaines. Elle concerne à la fois l'état liquide et l'état solide, et elle est basée sur les propriétés magnétiques de certains noyaux atomiques.

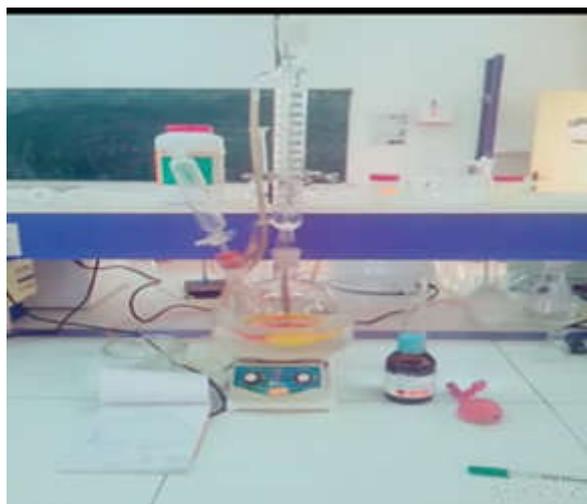
La RMN est la plus performante des techniques spectroscopiques courantes. C'est la première méthode utilisée par les chimistes organiciens pour déterminer la structure des molécules.

Cette technique peut être utilisée pour les éléments possédant un nombre de protons et des nucléons simultanés impairs. Les atomes de  $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$ ,  $^{19}\text{F}$  et  $^{31}\text{P}$  sont les plus étudiés.

L'absorption de l'énergie par le proton se traduit par un signal de résonance (le déplacement chimique, exprimé en p.p.m (partie par million)), est caractéristique de l'environnement du proton en question. Chaque zone de déplacement chimique correspond à un type de proton bien précis, les intensités relatives des signaux sont proportionnelles au nombre de noyaux, ce qui facilite encore leur identification.

La spectroscopie R.M.N ne se remplace pas, et ne fait pas double usage avec les deux autres techniques UV-visible et infra rouge (UV-vis et IR), au contraire, elle apporte des renseignements structuraux sur l'enchaînement des groupements CH dans les molécules organique. L'ensemble des méthodes spectroscopiques d'analyse IR, UV et RMN aident à déterminer les structures de molécules même très compliquées [J.Mc.Murry 2000].

## II-2 Procédures expérimentale



**Figure II-2** : Montage de synthèse du base de Schiff.

### II-2-1 Les réactifs et produits utilisés

Le P-Anisidine, o-Anisidine, m-Anisidine, Hexane diamine, M-toluidine et la Salicylaldéhyde sont des produits commerciales de la marque Fluka. Ces produits ont été utilisés sans purification comme des réactifs de départ dans la synthèse des bases de Schiff étudiés dans ce travail.

### II -2-2 Le Solvant utilisé

Dans notre étude nous avons utilisé le solvant suivant :

\* L'éthanol:c'est un solvant protique de formule brute  $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$  de masse molaire 46 g/mol. Son point d'ébullition est  $78^\circ\text{C}$ , sa densité à  $25^\circ\text{C}$  est  $d = 0,79$ , et de constante diélectrique 24, 6. Ce solvant a été utilisé, à l'état absolu (fluka), dans la synthèse de nos bases de Schiff comme un milieu réactionnel, et il est utilisé, aussi, pour la purification par recristallisation des produits synthétisés.

## **II -3 Techniques et caractérisation physico-chimiques**

### **II -3-1 Chromatographie sur couche mince**

La pureté des produits synthétisés a été contrôlée sur couche mince en utilisant des plaques en gel de silice .l'éluant de la CCM sont : Dichlorométhane et hexane. ( pourcentage en voir le tableau III-2)

Dichlorométhane: est un solvant, ses propriétés physicochimiques sont les suivantes:

- Point d'ébullition  $40^\circ\text{C}$
- Densité à  $25^\circ\text{C}$  1, 33Masse molaire (g/mol) 84.93.
- Formule brute  $\text{CH}_2\text{CL}_2$

Hexane : est un solvant, ses propriétés physicochimiques sont les suivantes:

- Point d'ébullition  $68.73^\circ\text{C}$
- Densité à  $25^\circ\text{C}$  0.66
- Masse molaire (g/mol) 86.17
- Formule brute  $\text{C}_6\text{H}_{14}$

### **II -3-2 Spectroscopie Infrarouge I.R**

Les spectres IR des produits synthétisés on été réalisés sur un appareil SHIMADZU série 2000 (FTIR).Les échantillons solides ont été préparés sous forme de pastille en présence de KBr et en appliquant une pression de 05 tonnes.

### **II -3-3 Résonance Magnétique Nucléaire (RMN)**

Les spectres RMN  $^1\text{H}$  a été réalisée sur un appareil BRUCKER 250MHz à l'université de Constantine utilisant le chloroforme comme solvant.

### II -3-4 Point de fusion

Les températures de fusion des produits synthétisés ont été évaluées à l'aide d'un appareil wagner and MunzHeizbark system Kofler type WME indiquant des valeurs de températures < 260°C. Cette mesure a été réalisée au Département de Science de Matière de l'Université de Biskra.



Figure II-3 : L'appareil de point de la fusion.

### II -4 Mode opératoire

Les bases de Schiff utilisées dans ce travail ont été synthétisées selon la méthode opératoire classique, par condensation directe dans de l'éthanol à reflux, un mélange équimolaire (0,5 mole) d'aldéhyde salicylique et mélange l'amine correspondante.

L'ensemble est maintenu à reflux et sous agitation magnétique pendant environ deux heures. Le mélange est ensuite refroidi à température ambiante et lavé plusieurs fois par l'éthanol, puis concentré par élimination du solvant à l'aide de l'évaporateur rotatif. Les produits finaux obtenus, ont été isolés sous forme de solide, est enfin purifiés par recristallisation dans l'éthanol absolu et leur pureté a été vérifiée par CCM.

Une fois élaborée, ces bases de Schiff ont été caractérisées par spectroscopies infra rouge et électronique par RMN du proton.



**Figure II-4:** Les bases de Schiff synthétisé.

## II-5 Purification par recristallisation

La purification des solides par recristallisation est basée sur leurs différences de solubilité dans un solvant judicieusement choisi. Le solvant de recristallisation idéal est celui pour lequel le produit à recristalliser est soluble à chaud et insoluble à froid, et les impuretés sont solubles aussi bien à chaud et à froid [J-Philippe tranchier.].

### II-5-1 choix du solvant

Les solvants les plus usuellement utilisés sont le cyclohexane, l'alcool méthylique, l'alcool éthylique, l'eau, le chloroforme, le dichlorométhane ou un mélange de ceux-ci.

On fait des essais systématiques : dans un tube à essai quelques cristaux sont placés et environ 1 ml de l'un des solvants indiqués ci-dessus : si le composé se dissout, le solvant est évidemment sans valeur ; s'il ne se dissout pas, le tube est alors chauffé doucement ; lorsque le composé se solubilise partiellement, on ajoute quelques gouttes supplémentaires du solvant afin d'obtenir une dissolution totale. Si une solution homogène est obtenue, on refroidit le tube.

Si le choix du solvant est correct on doit observer l'apparition des cristaux. Si aucune solubilité n'est notée ou si aucun cristal n'est obtenu, le solvant n'est pas approprié et on en essaie un autre jusqu'à l'obtention de cristaux.

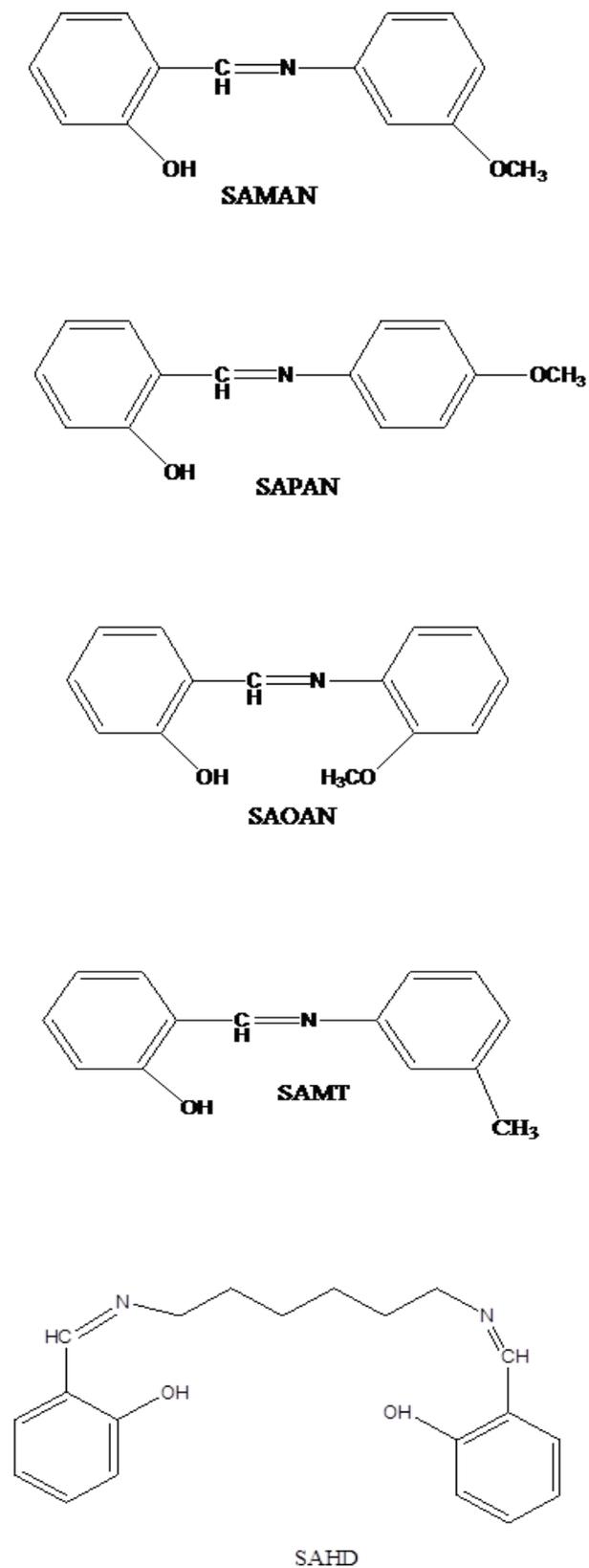


Figure II-5: Structures chimiques des cinq bases de Schiff synthésées.

*Conclusion  
générale*

## **Conclusion générale**

La réalisation du présent travail nous a permis de maîtriser les techniques de synthèse par voie chimique, en général, et l'exploitation des spectres des différentes techniques d'analyse spectrale (comme l'IR, la RMN) et d'une part, et celles de et point de fusion d'autre part.

Il est important de souligner l'apport original de ce travail par la synthèse et la caractérisation des produit issus des l'anilinesalicylidéne.

Notre synthèse a consisté donc en la préparation du base de Schiff (l'anilinesalicylidéne) par la condensation du salicylealdéhyde et o-anisidine et p-anisidine et m-anisidine et m-toluidine et hexane diamine.

Ces composés ont été connus par la facilité de leur mode de synthèse. Nous avons obtenu un très bon rendement après avoir les purifiés par recristallisation dans l'éthanol. Toutes les bases de Schiff synthétisées sont des produits stables dans les conditions normales et qui ont le caractère de photochromisme.

L'analyse par chromatographie sur couche mince CCM monte la pureté des composés obtenus. L'analyse spectroscopique d'IR et de RMN confirme la production des bases de Schiff et la formation de la liaison C=N.

Les produits synthétisés ont été utilisés dans un nombre de domaines, tel que la corrosion, l'électrodéposition, l'extraction des métaux de transition et les activités biologiques.

*Liste des  
références  
bibliographiques*

## Les références

**Adams M.**, Li Y., Khot H., De Kock C., smithp.J., Land K., Chibale K., Smith G.S.: Dalton Tran. 42, 4677 (2013).

**A.G. MASSEY**, copper. dans : comprehensive inorganic chemistry. vol.3, j.c. bailar, jr., h.j. emeléus, sir ronald nyholm et a.f. trotmandickinson.perganon press. oxford, p.1 (1973).

**Anjani Solankee** and Indrajit Thakor, Indian J Chem, 45b, 517(2006). Solanki. A and Patel J, Indian J Chem, 43b, 1580(2004).

**A. PEREZ-GRAMATGES** et A. CHATT, J. Radioanal. Nucl. Chem., 294, 163 (2012).

**A. S. SADAGHIANIA**, A. KHAN, J. Colloid Interface Sci., 144, 191(1991).

**Bhat M.A.**, Al-Omar M.A., Siddiqui N.: Med. Chem. Res. 9, 4455 (2013).

**B.M. Hocine**, K. Med Lahcene; Synthèse et identification d'un ligand base de Schiff et ces complexes vis-à-vis des métaux de transition Mn(II),Mn(III) et Ni(II); Université Kasdi Merbah Ouargla; (2007).

**C.J. Chans**, J.A.Labinger et H.B. Gray; Aerobic epoxydation of olefins catalyzed by electronegative vanadyl salen complexes, Inorg. Chem., 36, 5827-5930 (1997).

**C. K. Bhkakh**, J. S. Hadi, New Unsymmetrical Schiff base as Inhibitor of Carbon steel Corrosion and Antibacterial Activity; Res. J. Chem. Sci. (2015) 5(1), 64-70.

**Da Silva C.M.**, da Silva D.L., Modolo L.V., Alves R.B., de Resende M.A., Cleide V.B. Martins C.V.B., de Fatima A.: J. Adv. Res. 2, 1 (2012).

**D. Barkat**, M. Kameche, Phys. Chem. Liq., 45, 289 (2007).

**Degirmencioglu I.**, Bayrak R., Er M., Serbest K.: Dyes Pigments 83, 51 (2009).

**D.R.Browning** ; Méthodes spectroscopiques, Ed Masson, Paris, (2000).

**Dominique Commereuc**; technique de l'ingénieur, catalyse coordination 2004.

**Encyclopaedia Universalis** , Chimie analytique (2004).

**F. Arod**, M. Gardon, P. Pattison, G. Chapuis, the  $\alpha_2$ -polymorph of salicylidene aniline; Acta Cryst. (2005). C61, 317-320.

**F. Mathey**, A. Sevin; Introduction à la chimie moléculaire des éléments de transition (1991) (12).

**J. Aggett**. et R.A. Richardson ,Analyst ,105(1256),1118,1980

**Jean-philippe tranchier**, Purification d'un produit solide par recristallisation, UPMC Sorbonne universités.

**J. Halpern**, et K.N. Raymond; "At the interface of inorganic chemistry and biology," Proc Natl Acad. Sci., U S A, 100(7), 3526 (2003).

**J.M. Bobbit**, A.E. Schwarting et R.G. Gritter ; Introduction à la chromatographie, (1972).

**J. Mc Murry** ; Chimie organique, les grands principes, Paris, (2000).

**H.B. Gray.**, "Biological inorganic chemistry at the beginning of the 21st century." Proc Natl Acad. Sci., U S A, **100**(7), 3563-3568 (2003).

**H. REFFAS**, T. BENABDALLAH, M. HADJ-YOUCHEF et H. ILLIKTI J. Surfact.

Deterg., 17, 27 (2014).

**H. Shokry**, M. Yuasa, I. Sekine, R. M. Issa, H.Y. El-Baradie, G. K. Gomma, corrosion inhibition of mild steel by schiff base compounds in various aqueous solutions: Part I, Corros. Sci., 1998, 39, 2173-2186.

**I. Jirjees**, S. A. Ali, H. A. Mahdi; Synthesis, Characterization of Schiff Base and its Complexes Derived from 4-Aminoantipyrine and using in Extraction of Nickel (II)

Ion; Int. J. Sci. Eng Res, (2015)6, 11.

**I.stronki**, journal of radionalytical.1976

**G.Burgot** et J.L.Burgot; Méthode instrumentale d'analyses chimiques et applications (2002).

**Grégory BOISIER**; Nouvelles voies d'inhibition de la corrosion de l'alliage d'aluminium 2024 plus respectueuses de l'environnement :applications aux couches d'anodisations colmatees, Thèse doctorat; (2008).

**K. Johmoto**, T. Ishida, A. Sekine, H. Uekusa, Y. Ohashi, Relation between photochromic properties and molecular structures in salicylideneaniline crystals; Acta Cryst.(2012). B68, 297–304.

**Klemkait-Ramanausk K.**, Zėilinskas A., Taraskevicius R, Khinsky A., Kareiva A.: Polyhedron 68, 340 (2014).

**K. MATERNA**, J. SZYMANOWSKI, J. Colloid Interface Sci., 255, 195 (2002).

**K. Nakajima**, M. Nojima, Toriumi et K. Fujita; Crystal structures of [ VO ( sal-L- ala ( OCH<sub>3</sub> )( CH<sub>3</sub>OH) ] ( sal-L- ala = N-salicydene-L-Laminate ) and [( VO(sal-Lala) 2O)2.2CH<sub>2</sub>CL<sub>2</sub>, and the catalytic activity of these and related complexes on asymmetric oxidation of methyl phenyl sulphide with t-butyl hydroperoxide, Bull. Chem. Soc. Jpn., 62, 67-769 (1989).

**K.Randerath** et G.Villars ; Chromatographie sur couche mince, (1971).

**K.S. Jacob**, G. Parameswaran, Corrosion inhibition of mild steel in hydrochloric acid solution by Schiff base furoin thiosemicarbazone, Corros. Sci., (2010), 52, 224-228.

**L. J. N.DUARTE**, Thèse de Doctorat, INP, Toulouse, (2005).

**M.Chavanne**, A.Jullien et G.J.Odermato; Chimie organique expérimentale, (1991).

**M.E.F. LAESPEDA**, J.L.P. PAVON et B.M. CORDERO, Analyst, 118, 209 (1993).

**M. HADJ YUCEF**, Thèse de doctorat en sciences, USTOMB, (2014).

**M. H. WU**, E. N. Jacobsen, *Tetrahedron Lett.* 38, 693 (1997).

**M. Mahdavian**, M. Attar, Electrochemical behaviour of some transition metal

acetylacetonate complexes as corrosion inhibitors for mild steel, *Corros. Sci.*, (2009), 51,409-414.

**M.S. Abdel-Aal** M.S. Morad, Inhibiting effects of some quinolines and organic phosphonium compounds on corrosion of mild steel in 3M HCl solution and their adsorption characteristics, *Corrosion Engineering, Science and Technology*, 36(4), 253-260 (2001).

**Naeimi H.**, Salimi F., Rabiei K.: *J. Mol. Catal. A* 260, 100 (2006).

**N.Mouton** ; Ré-investigation de la photo-dynamique du salicylidène *aniline* par spectroscopie d'absorption transitoire femtoseconde et analyse multivariée des données ; Thèse de Doctorat, Lille 1, (2011).

**N. Thamaraiselvi**, K. Parameswari, S. Chitra, Synthesis and Comparative study of Inhibitive properties of isomeric Schiff base and its cyclisation products, *The Journal of corrosion and Engineering*, (2007)10, 1466-8858.

**Sana. Almi**, Rachid Benakcha & Djamel Barkat ;Extraction Behavior of Copper(II) With SalicylideneAniline and Salicylidene Toluidine Isomers inChloroform From Sulfate Medium ; *Syn. React. Inor, Metal-Org. Nano-Metal Chem* (2016) 46, 274–279.

**Sh. Kumar**, D. Nath Dar, P. N .Saxena 2009.

**Shlin Kumar**, Durga Nath Dar, P N Saxena; application of metal complexes of Schiff bases- A review *Journal of Scientific & Industrial Research*, vol 68, March 2009, pp.181-187.

**S. Kedy**, N. Almhna, F. Kandil, Synthesis and characterization of new macrocyclicschiff bases by the reaction of: 1,7-Bis (6-methoxy-2-formylphenyl)-1,7-dioxaheptane and their use in solvent extraction of metals; *Arab. J.Chem* (2015) 8, 93–99.

**S. K. GOEL**, *J. Colloid Interface Sci.*, **212**, 604 (1999).

**S.Westholler**; *Chimie analytique*, D. Boeck University, (1999).

**Tariq Mahmud**; Synthesis and characterization of the amino acid schiff bases and their complexes with copper (ii), comm. Punjab, Lahore; (2010).

**T. Fujiwara**, J. Harada, K. Ogawa, Solid-State Thermochromism Studied by Variable-Temperature Diffuse Reflectance Spectroscopy. A New Perspective on the Chromism of Salicylideneanilines J. Phys. Chem. B 108 (2004) 4035-4038.

**Thaker B.T.**, Barvalia R.S.: Spectrochim. Acta A 84, 51 (2011).

**T. HIRAO**; Redox reaction via vanadium induced electron transfer, J. Inorg. Biochem. **80**, 27-330 (2000).

**T. GU** et P.A. GALERA-GOMEZ, Colloids and Surfaces A: Phys. Eng. Asp., 147, 365 (1999).

**W.B. Qi** et K. FU, Fenxi Huaxue, 9, 696 (1981).

**W. Walkowiak**, P.R. Brown, J.P. Shukla, R.A. Bartsch, Selective separation of alkali metal cations by bulk chloroform membranes containing lipophilic crown ether phosphonic acid monoethyl esters, J. Membrane Sci. (1987) 32, 1, 59.

**Y. Boukraa**, A. Tayeb, T. Benabdellah, M. Kameche, Phys. Chem. Liq., 47, 133 (2009).

**Y. Boukraa**, T. Benabdallah, J. Coord. Chem., 64, 832 (2011).

**Y. B. Zemed**, A. S. Kumar, Synthesis, Characterization, Corrosion inhibition and Biological Evaluation of Schiff Bases; International Journal of Chem Tech Research, (2015) 7, 1, 279-286.

**Y. DIAZ-FERNANDEZ**, S.RODRIGUEZ-CALVO, A. PEREZ-GRAMATGES, Phys. Chem. Chem. Phys., 4, 5004 (2002).

**Y. N. Belokon**, B. Green, N. S. Ikonnikov, M. North et T. Pansons; Optimizing

catalysts for the asymmetric addition of trimethyl cyanid to aldehyde and ketones,

Tetrahedron, *57*, 71-779 (2001).

**Z. LIU** et F. C. ANSON; Schiff base complexes of vanadium (III, IV, V) as catalysts

for the electroreduction of O<sub>2</sub> to H<sub>2</sub>O in acetonitrile, *Inorg. Chem.*, **40**, 1329-1333 (2001).

**Z.-Q. Fan**, Z.-H. Zhang, X.-Q. Deng, G.-P. Tang, K.-Q. Chen, Reversible switching in an N-salicylideneaniline molecular device induced by hydrogen transfer, *Org. Electron*, *13* (2012) 2954-2958.

## Résumé

Ce travail concerne la synthèse et la caractérisation des base de Schiff dérivées de l'anilinesalicylidène par la réaction d'acylation de l'aniline sur le salicyaldehyde. Trois techniques d'analyse structurales ont été mise en œuvre : l'infrarouge, RMN ,CCM.

Chaque base de Schiff synthétisée et caractérisée a été l'objectif d'un travail parallèle dans notre laboratoire, a savoir l'étude du pouvoir extractant de ces molécule, l'étude de l'efficacité d'inhibition contre la corrosion de l'acier et du nickel revête le cuivre, ainsi que l'activité biologique de ces molécule vis-à-vis un nombre de bactéries et de champignon.

**Mots clés :** base de Schiff, anilinesalicylidène, l'infrarouge, RMN ,CCM.

## الملخص

هذا العمل يحوي تحضير وتحديد خصائص ل قاعدة شيف المشتق من الانيلين ساليسيليد ان عن طريق التفاعل بين الانلين و ساليسيل الدهيد. ثلاث تقنيات للتحليل البنيوي استعملت الاشعة تحت الحمراء , RMN CCM