

SYNTHÈSE, IDENTIFICATION, ACTIVITÉ ANTIBACTÉRIENNE D'UN NOUVEAU COMPOSÉ AZOTE DE TYPE TRIAZACYCLOHEXANE

HADJAM Meriem^{1*}, MALKI Souhila¹, LAFRADA Leila¹, MAZOUZ Wissem¹
BOUCHEMMA Ahcene¹.

¹Laboratoire de Chimie Appliquée et Technologie des Matériaux LCATM, Université Oum El Bouaghi, Algeria.

Code CC05

Email* : meriemhchimie@gmail.com

Introduction & Objectifs :

Parmi les différentes classes de composés azotés hétérocycliques, les dérivés N-substitués de 1,3,5-triaza cyclohexane (R₃ TAC) ont suscité un immense intérêt en chimie organique et médicinale. Ce sont les dérivés réduits de la 1,3,5-triazine souvent appelés hexahydro-1,3,5-triazine qui fournissent trois sites azotés équivalents. Un ensemble de ces composés ont été identifiés pour montrer un large spectre d'activités antimicrobiennes [1, 2].

Méthodologie (Matériel et méthodes):

Le p-MeOPh(Bn)₂TAC est synthétisé essentiellement à partir de la réaction de condensation de 20 mmole de benzylamine et 10 mmole de p-anisidine, avec un excès de formaldéhyde au présence de l'éthanol comme solvant (Schéma 1).

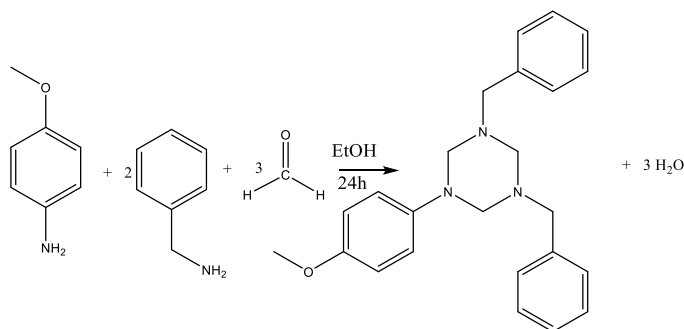


Schéma 1. Synthèse de p-MeOPh(Bn)₂TAC

Le spectre FT-IR du composé étudié a été enregistré dans la gamme de 4000 à 400 cm⁻¹ sur le spectromètre Jasco 460 more. Les spectres RMN¹H et ¹³C ont été enregistrés dans une solution de chloroforme (CDCl₃) sur un spectromètre ituvnmrs-500 MHz (500 MHz pour le proton et 125,76 MHz pour le carbone) en utilisant le tétraméthylsilane (TMS) comme référence interne à 25 °C. Le spectre UV-visible de notre composé a été enregistré dans une solution de dichlorométhane sur un spectrophotomètre UV-visible Shimadzu UV-1650 à température ambiante. L'étude antibactérienne préliminaire du composé hétérocyclique a été menée en employant la méthode de diffusion sur gélose [3]. Le test a été réalisé avec trois bactéries pathogènes humaines, dont Gram positif : Staphylococcus aureus, Gram négatif : Escherichia coli et Pseudomonas aeruginosa. La gélose Mueller-Hinton a été utilisée pour la croissance bactérienne. Les solutions du composé ont été préparées en les dissolvant dans du diméthylsulfoxyde (DMSO) comme solvant. Une série de concentrations différentes a été préparée pour déterminer la concentration la plus faible pouvant affecter l'agent pathogène.

Résultats et Discussion : Le p-MeOPh(Bn)₂TAC a été obtenu avec un rendement élevé 66.76 %, ce produit est incolore et stable à la température ambiante. Leur point de fusion est varié à 130-132 °C. L'analyse par la CCM révèle l'existence d'une seule tache de R_f de 0.87.



1. Resultats et discussion des analyses spectroscopiques IR, UV-vis, RMN du ¹H et ¹³C

1.1. L'analyse par IR : L'analyse de spectre IR de p-MeOPh(Bn)₂TAC révèle la présence des bandes d'absorptions caractéristiques suivantes [4] :

- Des bandes caractéristiques dues à la vibration d'élongation de la liaison Csp²-H (aromatique) dans l'intervalle 3054–3040cm⁻¹.
- Des bandes situées dans l'intervalle 2996-2850 cm⁻¹ attribuées aux vibrations d'élongation symétrique et asymétrique de CH₂ aliphatique.
- Une autre absorption dans l'intervalle 1592-1584cm⁻¹ attribuée aux la vibration d'élongation de la liaison C=C de systèmes aromatiques.
- Les bandes CNPh-NR₂ sont rapportées dans l'intervalle 1280-1260 cm⁻¹.
- Une autre bande d'absorption de la fonction (-COCH₃) a été mesurée à 1360 cm⁻¹

1.2. L'analyse par UV-vis : Dans le spectre d'absorption électronique de p-MeOPh(Bn)₂TAC dans le dichlorométhane, il existe deux bandes principales. La première bande d'absorption est localisé à 236 nm attribuée à la transition électronique π → π* des cycles aromatiques. La deuxième bande à 292 nm est affectée aux transition n → π* des paires isolées des trois atomes d'azote du système 1,3,5-triaza.

1.3.L'analyse par la spectroscopie de résonance magnétique nucléaire du ¹H et ¹³C

Le spectres RMN ¹H de p-MeOPh(Bn)₂TAC dans le tétrachlorure de carbone comme solvant et avec le TMS comme référence interne donnent les signaux suivants :

- Les hydrogènes de cycle aryle apparaissent entre 6.79-7.28ppm
- Les hydrogènes de cycle triazacyclohexane apparaissent à 1.57 et 4.69
- Les hydrogènes de groupe alkyle apparaissent à 3.77ppm

Le spectre RMN¹³C (125 MHz, 101 MHz) nous a permis d'attribuer tous les carbones du p-MeOPh(Bn)₂TAC.

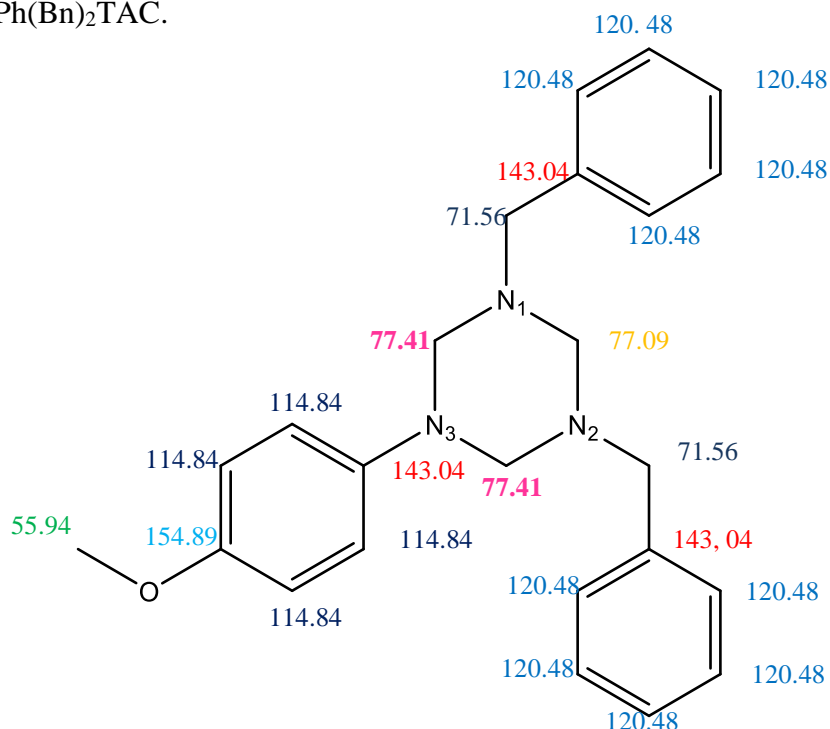


Schéma 2. RMN ¹³C : déplacement chimique (en ppm) dans le composé p-MeOPh(Bn)₂TAC





2.Évaluation de l'activité antibactérienne

Les bactéries à gram négatif (*Pseudomonas aeruginosa* et *Escherichia coli*) et les bactéries à gram positif (*Staphylococcus aureus* et *Bacillus*) exhibent une sensibilité envers le triaza asymétrique : 1,3-dibenzyl-5-(p-méthoxyphényl) 1, 3,5-triazacyclohexane car il ayant trois groupes CN. Pour des zones d'inhibitions de diamètres respectifs de 10, 10, 10, 11mm.

Conclusion :

Dans le présent travail, nous avons décrit la synthèse d'un nouveau dérivé du triazacyclohexane (R 3 TAC) par la réaction de condensation d'un mélange 2:1 de benzylamine et de p-anisidine avec du formaldéhyde dans l'éthanol. Le composé synthétisé a été obtenu avec un bon rendement (66.76 %) et recristallisé avec l'hexane. La structure du composé a été caractérisée en utilisant différentes techniques spectrales ; tels que FT-IR, RMN 1H, RMN 13C et UV-visible. Le nouveau composé N-hétérocyclique révèlent une activité élevée contre les souches de microorganismes car elles contiennent un groupe CN et des atomes d'halogène

Mots clés: synthèse, amine, formaldéhyde, triazacyclohexane, techniques spectrales, activité antibactérienne.

Références bibliographiques

1. D.H. Kim, Y. Kim, M. Goh, (2020), Hexahydrotriazine derivative containing imidazole for fast curing, improved mechanical strength, and flame retardancy of epoxy, J. Appl. Polym. Sci. e49422 .1–8, doi: 10.1002/app.49422 .
2. S. Malki , L. Lefrada , W. Mazouz , V.H. Duparc , F. Shaper , A. Bouchemma , M. Hadjam , M. Bouhenguel , (2017), Synthesis, spectral studies and antimicrobial activity of a new hexahydrotriazine compound, J. New Technol. Mater. 07. 113–116.
3. A. Sid , F. Mahdi , A. Messai , N. Zianiand , M. Mokhtari , (2015), Synthesis, characterization and antimicrobial screening of some novel 3-(naphtalen-1and2-yl)-5-aryl-2-pyrazolinessynthesized by condensation of hydrate hydrazine to appropriate α , β -unsaturated ketones, JCBPS 5 (2) 1125–1130 .
4. I. Fleming and D. Williams, Spectroscopic methods in organic ch

