

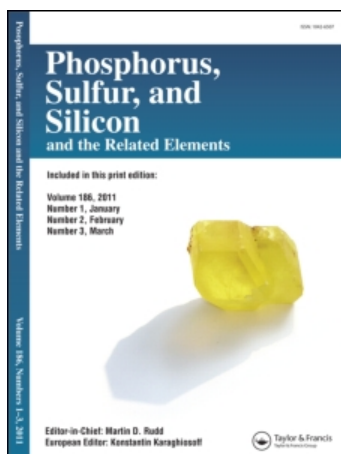
This article was downloaded by:

On: 28 January 2011

Access details: *Access Details: Free Access*

Publisher *Taylor & Francis*

Informa Ltd Registered in England and Wales Registered Number: 1072954 Registered office: Mortimer House, 37-41 Mortimer Street, London W1T 3JH, UK



Phosphorus, Sulfur, and Silicon and the Related Elements

Publication details, including instructions for authors and subscription information:

<http://www.informaworld.com/smpp/title~content=t713618290>

Synthese De (1,2a)Benzimidazolo-1,3,5,2-triazaphosphorine-2-oxides

Raoudha Abderrahim^a, Belgacem Baccar^b, et Mohamed Lamine Benkhoud^a

^a Laboratoire d'Electrochimie Organique, Campus Universitaire, Tunisie ^b Laboratoire de Synthèse Organique Faculté des sciences de Tunis, Campus Universitaire, Tunisie

Online publication date: 27 October 2010

To cite this Article Abderrahim, Raoudha , Baccar, Belgacem and Benkhoud, et Mohamed Lamine(2002) 'Synthese De (1,2a)Benzimidazolo-1,3,5,2-triazaphosphorine-2-oxides', *Phosphorus, Sulfur, and Silicon and the Related Elements*, 177: 5, 1033 — 1040

To link to this Article: DOI: 10.1080/10426500211735

URL: <http://dx.doi.org/10.1080/10426500211735>

PLEASE SCROLL DOWN FOR ARTICLE

Full terms and conditions of use: <http://www.informaworld.com/terms-and-conditions-of-access.pdf>

This article may be used for research, teaching and private study purposes. Any substantial or systematic reproduction, re-distribution, re-selling, loan or sub-licensing, systematic supply or distribution in any form to anyone is expressly forbidden.

The publisher does not give any warranty express or implied or make any representation that the contents will be complete or accurate or up to date. The accuracy of any instructions, formulae and drug doses should be independently verified with primary sources. The publisher shall not be liable for any loss, actions, claims, proceedings, demand or costs or damages whatsoever or howsoever caused arising directly or indirectly in connection with or arising out of the use of this material.



SYNTHESE DE (1,2a)BENZIMIDAZOLO-1,3,5,2- TRIAZAPHOSPHORINE-2-OXIDES

Raoudha Abderrahim,^a Belgacem Baccar,^b
et Mohamed Lamine Benkhoud^a

Laboratoire d'Electrochimie Organique^a and Laboratoire de
Synthèse Organique Faculté des sciences de Tunis,
Campus Universitaire, Tunisie^b

(Received July 10, 2001; accepted October 30, 2001)

*The reaction of hexamethylphosphotriamide or methylphosphonic bis(dimethylamide) compounds with amidines derived from N-Benzimidazolyl imidates **1** leads to (1,2a)benzimidazolo-1,3,5,2-tiazaphosphorine-2-oxides **4** in good yields. If the condensation is realized at room temperature, N-phosphonic amidines **3** can be isolated as intermediates. The isolated compounds **2**, **3**, and **4** are identified by spectroscopic methods: IR, ¹H, ¹³C, ³¹P, NMR, and M.S.*

Keywords: (1,2a)Benzimidazolo-1,3,5,2-triazaphosphorine-2-oxides; amidines; hexamethylphosphotriamide; imidates; methylphosphonic bis(dimethylamide); N-phosphonic amidines

INTRODUCTION

La synthèse des 1,3,5,2-triazaphosphorines et leurs dérivés est de plus en plus développée^{1–15} en raison de leurs diverses applications dans le domaine pharmacologique. Ils sont utilisés, en effet, comme agents anti-timoureux^{16,17} et dans l'évaluation des inhibiteurs de dégradation.²

L'immense intérêt accordé à ce type de produit, nous a encouragé à poursuivre nos travaux sur la réactivité des imidates issus du 2-aminobenzimidazole **1**^{18–20} en vue de synthétiser des triazaphosphorine-2-oxides condensées avec un noyau benzimidazolique.

Les auteurs remercient le SERST (Labo-CH 02) pour le support financier et l'assistance et sont reconnaissant au professeur Khaled BOUJLEL pour son assistance scientifique et technique.

Address correspondence to R. Abderrahim, Laboratoire d'Electrochimie Organique, Faculté des Sciences de Tunis, Campus Universitaire, 1060 El Manar, Tunis. E-mail: raoudha.abderrahim@ipeim.rnu.tn

L'action simultanée des amines primaires et de l'hexaméthylphosphotriamide ou du bis (diméthylamino) méthylphosphonate sur les imidates **1**, constitue une voie simple d'accès aux (1,2a)benzimidazolo-1,3,5,2-triazaphosphorine-2-oxydes **4**.

RESULTATS ET DISCUSSIONS

Les imidates **1** se condensent aisément avec les amines primaires pour conduire, aux amidines correspondantes **2** (Schéma 1). Ces derniers composés se comportent comme des agents bi-nucléophiles et sont

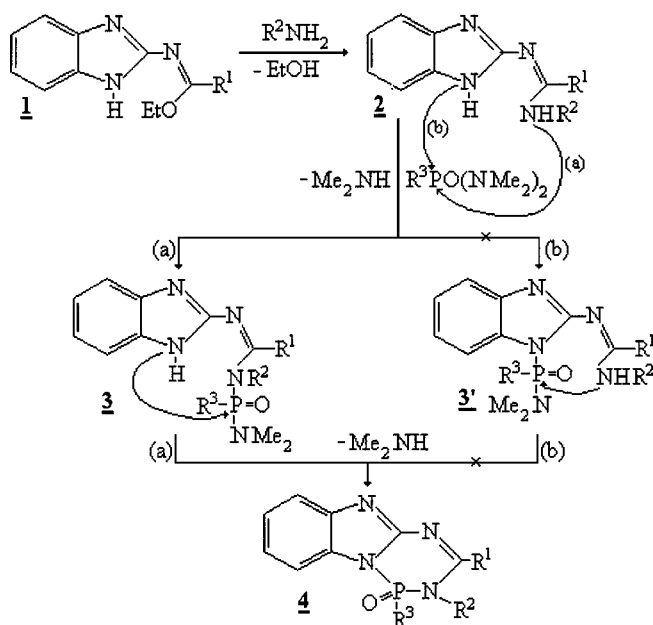


SCHÉMA 1

<u>2</u>			<u>3</u>			<u>4</u>				
R ¹		R ²	R ¹		R ²	R ³	R ¹		R ²	R ³
a	Me	Ph	a	Me	PhCH ₂	NMe ₂	a	Me	Ph	Me
b	Me	PhCH ₂	b	Me	nC ₁₂ H ₂₃	Me	b	Me	Ph	NMe ₂
c	Me	nC ₁₂ H ₂₃	c	Me	nC ₁₂ H ₂₃	NMe ₂	c	Me	PhCH ₂	Me
d	Et	Ph	d	Et	Ph	NMe ₂	d	Me	PhCH ₂	NMe ₂
e	Et	PhCH ₂	e	Et	PhCH ₂	NMe ₂	e	Et	Ph	Me
f	Et	nC ₁₂ H ₂₃	f	Et	nC ₁₂ H ₂₃	Me	f	Et	PhCH ₂	Me
g			g	Et	PhCH ₂	Me	g	Et	PhCH ₂	NMe ₂

donc susceptibles de réagir sur l'hexaméthylphosphorotriamide ou du bis(diméthylamino)méthylphosphonate pour conduire aux (1,2a)benzimidazolo-1,3,5,2-triazaphosphorine-2-oxydes **4**. C'est effectivement ce que l'on constate lorsque l'on chauffe dans le toluène un mélange équimoléculaire d'amidine **2** et d'un réactif phosphorylé.

La réaction se déroule en deux étapes et peut être représentée par le Schéma 1. Le groupement phosphorylé se fixe dans un premier temps sur l'un des deux azotes (amidique ou benzimidazolique) pour donner un intermédiaire du type **3** ou **3'** qui se cyclise dans un deuxième temps en (1,2a)benzimidazolo-1,3,5,2-triazaphosphorine-2-oxyde **4**.

Réalisée à chaud, la réaction conduit directement aux produits cycliques **4** mais si on opère à la température ambiante on isole après quelques jours de contact entre les réactifs un composé dont les données spectroscopiques IR et de RMN (^1H , ^{13}C , et ^{31}P) sont en accord avec la structure **3**. On peut retenir donc, pour la formation des (1,2a)benzimidazolo-1,3,5,2-triazaphosphorine-2-oxydes **4**, la voie (a) du Schéma 1.

ETUDE SPECTROSCOPIQUE

En spectroscopie IR, la transformation des imidates **1** (caractérisés par deux absorptions: $\nu_{\text{C}=\text{N}}$ vers 1650 cm^{-1} et $\nu_{\text{N}-\text{H}}$ vers 3460 cm^{-1}) en amidines **2** se traduit par le déplacement vers les hautes fréquences de l'absorption due à la liaison $\text{C}=\text{N}$ ($\nu_{\text{C}=\text{N}} = 1615\text{ cm}^{-1}$) et l'apparition d'une nouvelle bande vers 3170 cm^{-1} attribuable à $\text{N}-\text{H}$ amidinique. La fixation du motif $\text{R}^3\text{P}(\text{O})\text{NMe}_2$ sur l'azote amidinique (**3**) n'affecte pas les vibreurs $\text{C}=\text{N}$ et $\text{N}-\text{H}$ imidazolique (3460 cm^{-1}). On constate, par ailleurs, l'apparition d'une absorption vers 1274 cm^{-1} quand $\text{R}^3 = \text{NMe}_2$ et vers 1290 cm^{-1} quand $\text{R}^3 = \text{Me}$ attribuable au $\text{P}=\text{O}$ et la disparition de la bande $\text{N}-\text{H}$ amidinique (3170 cm^{-1}).

La cyclisation fait disparaître l'absorption due au $\text{N}-\text{H}$ imidazolique et fait déplacer la bande relative au vibreur $\text{C}=\text{N}$ intracyclique de 1615 à 1630 cm^{-1} et fait déplacer légèrement celle relative au $\text{P}=\text{O}$ vers les basses fréquences.

La spectroscopie de RMN confirme la formation des produits **2**, **3** et **4** puisque les spectres montrent les signaux ou groupes de signaux caractérisant les différents types de protons (RMN ^1H) ou de carbone (RMN ^{13}C).

Les données de RMN du ^{31}P des composés **3** permettent de constater non seulement l'introduction du groupement phosphorylé mais surtout sa fixation au niveau de l'azote amidinique. Le phosphore qui raisonne vers 15 ppm dans le cas des amidines **3'a**²¹ par exemple, montre

un pic vers 25 ppm dans le cas de **3a** ($R^3 = NMe_2$). La cyclisation de ces intermédiaires en (1,2a)Benzimidazolo-1,3,5,2-triazaphosphorine-2-oxydes **4** fait déplacer ce pic vers les champs faibles. La nature des substituants R^1 , R^2 , R^3 est sans effect appréciable sur le déplacement chimique du phosphore (entre 0 et 1 ppm) qui apparaît pour les composés **4a**, **4c**, **4e**, **4f** vers 41 ppm et pour les composés **4b**, **4d**, **4g** vers 29 ppm.

PARTIE EXPERIMENTALE

Les spectres IR ont été réalisés en solution dans le chloroforme sur un spectromètre Perkin Elmer Paragon 1000 PC dont la précision est de 4 cm^{-1} dans le domaine $4000\text{--}400\text{ cm}^{-1}$. Les nombres d'onde sont donnés en cm^{-1} .

Les spectres de RMN ^1H , ^{13}C , ^{31}P ont été enregistrés en solution dans CDCl_3 ou dans un mélange $\text{CDCl}_3 + \text{DMSO } d_6$ sur un spectrographe Brüker 300. Les déplacements chimiques exprimés en ppm, sont comptés positivement vers les champs faibles par rapport au TMS pris comme référence interne pour le RMN ^1H , ^{13}C et par rapport à H_3PO_4 à 85% utilisé comme référence externe pour le ^{31}P . La multiplicité des pics est désignée par: s: singulet, d: doublet, t: triplet, q: quadruplet, ma: massif et mu: multiplet.

Les points de fusion ont été déterminés par un appareil ELECTROTHERMAL I.A 9100 SERIES.

Synthèse des Imidates **1**

Les imidates **1** s'obtiennent par action à chaud d'un excès d'orthoester sur le 2-aminobenzimidazole.²²

Synthèse des Amidines **2**

Un mélange de 0,02 mole d'imidates **1** et de 0,025 mole d'amine primaire dans 25 mL d'éthanol absolu est abandonné pendant trois jours à la température ambiante. On chasse le solvant, le solide obtenu est recristallisé dans le CCl_4 .

2a: F: 90°C ; Rdt: 85%; IR: $\nu_{\text{NH}} = 3461\text{ cm}^{-1}$; $\nu_{\text{NH}} = 3166\text{ cm}^{-1}$; $\nu_{\text{C=N}} = 1615\text{ cm}^{-1}$. RMN ^1H (CDCl_3): 2.2 (s, 3H); 7.1–7.55 (mu, 9H); 11.75 (ma, 1H); 12.8 (ma, 1H).

2b: F: 163°C ; Rdt: 85%; IR: $\nu_{\text{NH}} = 3461\text{ cm}^{-1}$; $\nu_{\text{NH}} = 3168\text{ cm}^{-1}$; $\nu_{\text{C=N}} = 1615\text{ cm}^{-1}$. RMN ^1H (CDCl_3): 2.32 (s, 3H); 4.5 (d, 2H); 7.1 (mu, 9H); 11.8 (ma, 1H); 12.5 (ma, 1H). RMN ^{13}C (CDCl_3): 20; 47; 121–128; 133; 138; 157.9; 163.6.

2c: F: 145°C; Rdt: 90%; IR: $\nu_{\text{NH}} = 3462 \text{ cm}^{-1}$; $\nu_{\text{NH}} = 3167 \text{ cm}^{-1}$; $\nu_{\text{C}\equiv\text{N}} = 1614 \text{ cm}^{-1}$.

2d: F: 170°C; Rdt: 75%; IR: $\nu_{\text{NH}} = 3461 \text{ cm}^{-1}$; $\nu_{\text{NH}} = 3169 \text{ cm}^{-1}$; $\nu_{\text{C}\equiv\text{N}} = 1615 \text{ cm}^{-1}$. RMN ^1H (CDCl_3): 1.3 (t, 3H); 2.4 (q, 2H); 7.1 (mu, 9H); 11.8 (ma, 1H); 12.75 (ma, 1H). RMN ^{13}C (CDCl_3): 12; 26; 116–129; 133; 140; 155.9; 165.

2e: F: 160°C; Rdt: 80%; IR: $\nu_{\text{NH}} = 3462 \text{ cm}^{-1}$; $\nu_{\text{NH}} = 3167 \text{ cm}^{-1}$; $\nu_{\text{C}\equiv\text{N}} = 1615 \text{ cm}^{-1}$. RMN ^1H (CDCl_3): 1.3 (t, 3H); 2.5 (q, 2H); 4.7 (s, 2H); 7.1 (mu, 9H); 11.5 (ma, 1H); 12.8 (ma, 1H). RMN ^{13}C (CDCl_3): 11; 26; 46; 121–128; 133; 138; 157.9; 167.

2f: F: 65°C; Rdt: 80%; IR: $\nu_{\text{NH}} = 3461 \text{ cm}^{-1}$; $\nu_{\text{NH}} = 3166 \text{ cm}^{-1}$; $\nu_{\text{C}\equiv\text{N}} = 1615 \text{ cm}^{-1}$.

Synthèse des Amidines Phosphorylées 3

On dissout 0.05 m d'amidine **2** dans 25 mL de toluène et on ajoute ensuite à cette solution 0.05 m d'hexaméthylphosphorotriamide ou du bis(diméthylamino)méthyl phosphonate. Le mélange est ensuite abandonné à la température ambiante jusqu'à l'apparition d'un solide qu'on sépare par filtration et que l'on recristallise dans le toluène.

3a: F = 155°C; Rdt = 72%; IR (CHCl_3): $\nu_{\text{NH}} = 3461 \text{ cm}^{-1}$, $\nu_{\text{C}\equiv\text{N}} = 1614 \text{ cm}^{-1}$, $\nu_{\text{P}=\text{O}} = 1274 \text{ cm}^{-1}$. RMN ^1H (CDCl_3): 2.1 (s, 3H); 2.6 (d, 12H); 4.5 (s, 2H); 7.1 (m, 9H); 11.5 (s, 1H). RMN ^{13}C (CDCl_3): 20.1; 36; 47; 120–128; 138; 157; 163.6. RMN ^{31}P (CDCl_3): 25.

3b: pdt pâteux; Rdt: 85%; IR (CHCl_3): $\nu_{\text{NH}} = 3460 \text{ cm}^{-1}$, $\nu_{\text{C}\equiv\text{N}} = 1615 \text{ cm}^{-1}$, $\nu_{\text{P}=\text{O}} = 1290 \text{ cm}^{-1}$. RMN ^1H (CDCl_3): 0.9 (t, 3H); 1.2–1.8 (mu, 23H); 2.3 (s, 3H); 2.5 (d, 6H); 3.4 (t, 2H); 7.3 (mu, 4H); 11.27 (ma, 1H). RMN ^{13}C (CDCl_3): 8; 10; 13; 20.2; 22; 26; 29.1; 29.4; 29.5 30; 31; 35.6; 43.7; 120.8; 157.1; 162.9. RMN ^{31}P (CDCl_3): 37.1.

3c: F = 90°C; Rdt: 89%; IR (CHCl_3): $\nu_{\text{NH}} = 3463 \text{ cm}^{-1}$; $\nu_{\text{C}\equiv\text{N}} = 1615 \text{ cm}^{-1}$; $\nu_{\text{P}=\text{O}} = 1274 \text{ cm}^{-1}$. RMN ^1H (CDCl_3): 0.9 (t, 3H), 1.4–1.75 (mu, 20H); 2.3 (s, 3H); 2.6 (d, 12H); 3.4 (t, 2H); 7.1–7.4 (mu, 4H); 11.29 (ma, 1H). RMN ^{13}C (CDCl_3): 8; 10; 14; 20.2; 22; 26; 29.1; 29.51; 29.54; 29.58; 30.1; 31.8; 36.7; 43.8; 120; 157.29; 163. RMN ^{31}P (CDCl_3): 25.4.

3d: F = 85°C; Rdt = 78%; IR (CHCl_3): $\nu_{\text{NH}} = 3463 \text{ cm}^{-1}$, $\nu_{\text{C}\equiv\text{N}} = 1618 \text{ cm}^{-1}$, $\nu_{\text{P}=\text{O}} = 1274 \text{ cm}^{-1}$. RMN ^1H (CDCl_3): 1.2 (t, 3H); 2.6 (q, 2H); 2.64 (d, 12H); 7.1–7.5 (mu, 9H); 11 (ma, 1H). RMN ^{13}C (CDCl_3): 11; 25; 36; 120–128.5; 139; 155.4; 164. RMN ^{31}P (CDCl_3): 25. M/z: 264 (70%); 235 (49%); 172 (40%); 159 (39%); 132 (99%); 118 (40%); 104 (18%); 105 (18%); 90 (20%); 77 (50%).

3e: F = 170°C; Rdt = 74%; IR (CHCl_3): $\nu_{\text{NH}} = 3463 \text{ cm}^{-1}$, $\nu_{\text{C}\equiv\text{N}} = 1615 \text{ cm}^{-1}$, $\nu_{\text{P}=\text{O}} = 1274 \text{ cm}^{-1}$. RMN ^1H (CDCl_3): 1.1 (t, 3H); 2.3 (q, 2H);

2.6 (d, 12H); 4.5 (s, 2H); 7.1 (mu, 9H); 11 (ma, 1H). RMN ^{13}C (CDCl_3): 10; 35.68; 46; 120–128.5; 138; 157.5; 167.1. RMN ^{31}P (CDCl_3): 25.

3f: F = 70°C; Rdt: 80%; IR (CHCl_3): ν_{NH} = 3463 cm^{-1} , $\nu_{\text{C=N}}$ = 1618 cm^{-1} , $\nu_{\text{P=O}}$ = 1290 cm^{-1} . RMN ^1H (CDCl_3): 0.9 (t, 3H); 1.1–1.8 (mu, 26H); 2.5 (q, 2H); 2.6 (d, 6H); 3.35 (t, 2H); 7.3(mu, 4H); 11.18 (ma, 1H). RMN ^{13}C (CDCl_3): 8; 10; 13; 22; 26.6; 26.8; 29.1; 29.2; 29.44; 29.51; 29.54; 30.1; 31.79; 35.63; 43.2; 120–120.8; 138; 157.5; 167.28. RMN ^{31}P (CDCl_3): 37.3.

3g: F = 160°C; Rdt = 80%; IR (CHCl_3): ν_{NH} = 3463 cm^{-1} , $\nu_{\text{C=N}}$ = 1615 cm^{-1} , $\nu_{\text{P=O}}$ = 1294 cm^{-1} . RMN ^1H (CDCl_3): 1.15 (mu, 6H); 2.3 (q, 2H); 2.6 (d, 6H); 4.5 (s, 2H); 7.1 (mu, 9H); 11 (ma, 1H). RMN ^{13}C (CDCl_3): 11; 26.1; 36.5; 46; 120–127; 138; 157.5; 167.1. RMN ^{31}P (CDCl_3): 37.3.

Synthèse des triazaphosphorines 4

La synthèse des composés **4** peut être réalisée selon deux modes opératoires:

Méthode 1

On chauffe au reflux du toluène pendant 36 h, 0.01 m d'amidine phosphorylée **3**. On chasse le solvant, le produit qui en résulte est recristallisé dans CCl_4 . et lavé plusieurs fois à l'éther anhydre s'il est pâteux.

Méthode 2

On chauffe à reflux pendant 48 h un mélange de 0.01 m de l'amidine **2** et 0.01 m d'hexaméthylphosphotriamide ou du bis(diméthylamino) méthylphosphonate dans 25 mL de toluène. On chasse le solvant, le produit qui en résulte est recristallisé dans CCl_4 . Il est lavé plusieurs fois à l'éther anhydre s'il est pâteux.

4a: F = 153°C; Rdt: 85%, IR: $\nu_{\text{C=N}}$ = 1623 cm^{-1} ; $\nu_{\text{P=O}}$ = 1298 cm^{-1} . RMN ^1H (CDCl_3): 1.4 (d, 3H); 2.1(s, 3H); 6.9–7.3(mu, 9H). RMN ^{13}C (CDCl_3): 8; 10; 20; 113–128; 139; 155; 160. RMN ^{31}P (CDCl_3): 41.7.

4b: pdt pâteux; Rdt: 80%, IR: $\nu_{\text{C=N}}$ = 1630 cm^{-1} ; $\nu_{\text{P=O}}$ = 1278 cm^{-1} . RMN ^1H (CDCl_3): 1.9 (s, 3H); 2.6 (d, 6H); 7.1 (mu, 9H). RMN ^{13}C (CDCl_3): 22; 36; 111; 120; 134; 153.9; 165. RMN ^{31}P (CDCl_3): 28.

4c: F = 163°C; Rdt: 75%, IR: $\nu_{\text{C=N}}$ = 1623 cm^{-1} ; $\nu_{\text{P=O}}$ = 1298 cm^{-1} . RMN ^1H (CDCl_3): 1.35 (d, 3H); 2.1 (s, 3H); 4.6 (s, 2H); 6.9–7.3 (mu, 9H). RMN ^{13}C (CDCl_3): 8; 10; 20; 46; 119–128; 138; 156; 162. RMN ^{31}P (CDCl_3): 41.5.

4d: F = 173°C; Rdt: 85%, IR: $\nu_{\text{C=N}}$ = 1633 cm^{-1} ; $\nu_{\text{P=O}}$ = 1284 cm^{-1} . RMN ^1H (CDCl_3): 2.15 (s, 3H); 2.55 (d, 6H); 4.6 (s, 2H); 6.7–7.1 (mu,

9H). RMN ^{13}C (CDCl_3 + DMSO d_6): 22; 36; 46; 119–127; 138; 153.9; 162. RMN ^{31}P (CDCl_3): 29. M/z: 264 (90%); 235 (50%); 172 (40%); 133 (20%); 132 (95%); 118 (20%); 117 (30%); 90 (30%); 159 (40%); 104 (20%); 77 (40%).

4e: pdt pâteux; Rdt: 87%; IR: $\nu_{\text{C}=\text{N}}$ = 1623 cm^{-1} ; $\nu_{\text{P}=\text{O}}$ = 1290 cm^{-1} . RMN ^1H (CDCl_3): 1.3 (mu, 6H); 2.3 (q, 2H); 6.8 (mu, 9H). RMN ^{13}C (CDCl_3): 8; 10; 15; 29; 113–129; 136; 157.3; 165. RMN ^{31}P (CDCl_3): 41.

4f: pdt pâteux; Rdt: 87%; IR: $\nu_{\text{C}=\text{N}}$ = 1623 cm^{-1} ; $\nu_{\text{P}=\text{O}}$ = 1296 cm^{-1} . RMN ^1H (CDCl_3): 1.25 (mu, 6H); 2.25 (q, 2H); 4.65 (s, 2H); 6.75–7.3 (mu, 9H). RMN ^{13}C (CDCl_3): 9; 11; 18; 23; 44; 119–128; 136; 157.3; 168. RMN ^{31}P (CDCl_3 , δ ppm): 43.

4g: pdt pâteux; Rdt: 85%; IR: $\nu_{\text{C}=\text{N}}$ = 1633 cm^{-1} ; $\nu_{\text{P}=\text{O}}$ = 1284 cm^{-1} . RMN ^1H (CDCl_3): 1.2 (t, 3H); 2.4 (q, 2H); 2.6 (d, 6H); 4.7 (s, 2H); 6.9–7.3 (mu, 9H). RMN ^{13}C (CDCl_3): 10; 25; 36; 46; 119–128; 138; 157.3; 165.2. RMN ^{31}P (CDCl_3): 29.5. M/z: 264 (70%); 247 (15%); 235 (43%); 172 (41%); 159 (37%); 132 (95%); 118 (37%); 104 (18%); 90 (20%); 77 (76%).

REFERENCES

- [1] M. Haddad, L. Lopez, J. Barrans, Y. K. Rodi, et E. M. Essassi, *Phosphorus, Sulfur, and Silicon*, **80**, 37 (1993).
- [2] R. Y. Chen, L. Mao, et X. Chen, *Phosphorus, Sulfur, and Silicon*, **89**, 83 (1994).
- [3] R. Y. Chen et L. J. Mao, *Heteroatom. Chem.*, **5**, 125 (1994); *C.A.* **121**, 205511 (1994).
- [4] I. Neda, T. Kaukorat, P. G. Jones, R. Schmutzler, H. Groeger, et J. Martens, *Z. Naturforsch., B: Chem. Sci.*, **51**, 1486 (1996); *C.A.* **126**, 8226 (1997).
- [5] V. A. Pinchuk, I. Neda, C. Mueller, H. Thoennessen, P. G. Jones, et R. Schmutzler, *Z. Naturforsch., B: Chem. Sci.*, **51**, 1494 (1996); *C.A.* **126**, 8227 (1997).
- [6] V. A. Galishev, Yu. T. Sterchikov, T. S. Dolgushina, A. M. Shubnikov, et K. A. Potekhin, *Zh. Obshch. Khim.*, **66**, 572 (1996); *C.A.* **125**, 247955 (1996).
- [7] V. A. Pinchuk, I. Neda, T. Kaukorat, M. Farkens, A. K. Fischer, P. G. Jones, et R. Schmutzler, *Z. Naturforsch., B: Chem. Sci.*, **52**, 1510 (1997); *C.A.* **128**, 102138 (1998).
- [8] C. Mueller, T. G. Meyer, M. Farkens, R. Sonneburg, et R. Schmutzler, *Z. Naturforsch., B: Chem. Sci.*, **47**, 760 (1992); *C.A.* **117**, 131272 (1992).
- [9] I. Neda, T. Kaukorat, M. Farkens, A. Fischer, P. G. Jones, et R. Schmutzler, *J. Fluorine Chem.*, **69**, 35 (1994).
- [10] I. Neda, V. Pinchuk, A. Fischer, et Y. G. Schermolovich, *J. Fluorine Chem.*, **70**, 127 (1995).
- [11] M. Farkens, I. Neda, et R. Schmutzler, *Z. Naturforsch., B: Chem. Sci.*, **49**, 445 (1994); *C.A.* **121**, 157743 (1994).
- [12] I. Neda, M. Farkens, et R. Schmutzler, *Z. Naturforsch., B: Chem. Sci.*, **49**, 165 (1994); *C.A.* **121**, 35857 (1994).
- [13] I. Neda, M. Farkens, A. Fischer, P. G. Jones, et R. Schmutzler, *Z. Naturforsch., B: Chem. Sci.*, **48**, 860 (1993); *C.A.* **120**, 107138 (1994).
- [14] M. Farkens, I. Neda, A. Fischer, P. G. Jones, et R. Schmutzler, *Z. Naturforsch., B: Chem. Sci.*, **48**, 853 (1993); *C.A.* **120**, 54598 (1994).

- [15] S. M. Lu et L. J. Mao, *Hecheng Huaxue*, **6**, 335 (1998); *C.A.* **130**, 196709 (1999).
- [16] S. Lu et R. Chen, *Yingyong Huaxue*, **15**, 18 (1998); *C.A.* **130**, 81568 (1997).
- [17] K. J. L. Paciorek, R. S. Masuda, W. H. Lin, et W. R. Jones Jr, *Ind. Chem. Res.*, **7**, 2855 (1997); *C.A.* **126**, 345134 (1997).
- [18] R. Abderrahim, B. Hajjem, et B. Baccar, *J. Soc. Chim. Tunisie*, **3**, 6 (1993).
- [19] R. Abderrahim, B. Hajjem, et B. Baccar, *J. Soc. Chim. Tunisie*, **3**, 7 (1994).
- [20] R. Abderrahim, B. Hajjem, H. Zantour, et B. Baccar, *Synthetic Commun.*, **17**, 3039 (1997).
- [21] N. Raouafi, Mémoire de D.E.A, F. S. Tunis (2001).
- [22] L. Claisen, *Ann. Chem.*, **287**, 360 (1895).