

This article was downloaded by:

On: 27 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>

Action du Tris(Diméthylamino)phosphine et de l'Oxyde de P,P-dichlorophenylphosphine sur les N-Tosylamidrazones: Obtention des 3-(Diméthylamino) 1,2,4,3-triazaphospholines et des 3-Oxo1,2,4,3-triazaphospholines

Mongi Ben Mosbah^a; Mohamed Kossentini^a; Mansour Salem^a

^a Laboratoire de Chimie Appliquée, Hétérocycles, Corps Gras et Polymères, Faculté des Sciences de Sfax, Tunisie

To cite this Article Mosbah, Mongi Ben , Kossentini, Mohamed and Salem, Mansour(2006) 'Action du Tris(Diméthylamino)phosphine et de l'Oxyde de P,P-dichlorophenylphosphine sur les N-Tosylamidrazones: Obtention des 3-(Diméthylamino) 1,2,4,3-triazaphospholines et des 3-Oxo1,2,4,3-triazaphospholines', *Phosphorus, Sulfur, and Silicon and the Related Elements*, 181: 6, 1315 – 1321

To link to this Article: DOI: 10.1080/10426500500326883

URL: <http://dx.doi.org/10.1080/10426500500326883>

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.

Action du Tris(Diméthylamino)phosphine et de l'Oxyde de P,P-dichlorophénylphosphine sur les N^1 -Tosylamidrazones: Obtention des 3-(Diméthylamino)-1,2,4,3-triazaphospholines et des 3-Oxo-1,2,4,3-triazaphospholines

Mongi Ben Mosbah
Mohamed Kossentini
Mansour Salem

Laboratoire de Chimie Appliquée, Hétérocycles, Corps Gras et Polymères, Faculté des Sciences de Sfax, Tunisie

The reaction of N^1 -tosylamidrazones with tris(dimethylamino)phosphine and P,P-dichlorophenylphosphine oxide provides respectively a convenient access to the new 3-(dimethylamino)-1,2,4,3-triazaphospholines and 1,2,4,3-triazaphospholines-3-oxide. The structure of all obtained products is confirmed by NMR (^1H , ^{31}P , ^{13}C) and IR spectroscopy.

Keywords 1,2,4,3-Triazaphospholines; 3-oxo-1,2,4,3-triazaphospholines; N^1 -tosylamidrazones

Les études antérieures effectuées au laboratoire sur la réactivité des N^1 -tosylamidrazones ont permis d'obtenir des composés hétérocycliques azotés ou/et azotés et soufrés ou phosphorés.^{1–6}

Dans le cadre de cette orientation et poursuivant nos travaux de recherche concernant l'étude de la réactivité des N^1 -tosylamidrazones, nous décrivons, dans le présent travail la synthèse des nouvelles familles des triazaphospholines et de leurs dérivés oxydés par action respectivement du tris(diméthylamino)phosphine et de l'oxyde de P,P-dichlorophénylphosphine sur les N^1 -tosylamidrazones.

Une étude bibliographique réalisée sur la synthèse des triazaphospholines montre qu'ils sont très peu signalés.^{5–9}

Received April 12, 2005; accepted June 23, 2005.

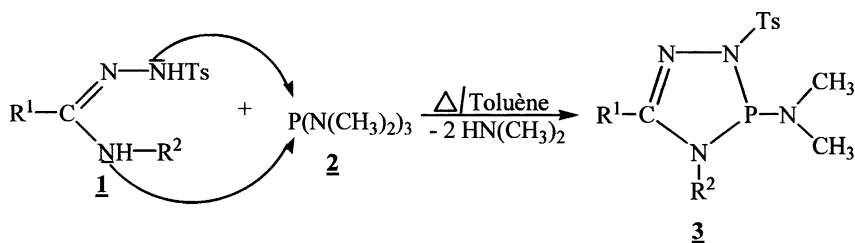
Address correspondence to Mansour Salem, Laboratoire de Chimie Appliquée, Hétérocycles, Corps Gras et Polymères, Faculté des Sciences de Sfax, 3018 Tunisie.
E-mail: mansour_salem@yahoo.fr

RESULTATS ET DISCUSSION

Action du Tris(diméthylamino)phosphine sur les N^1 -Tosylamidrazones

Les phosphines sont connues pour réagir avec les binucléophiles 1,4 et 1,5 pour conduire à des hétérocycles phosphorés. Les N^1 -tosylamidrazones **1** présentent deux sites nucléophiles en position 1,4 et constituent d'excellents précurseurs pour la synthèse des triazaphospholines. Le chauffage pendant quelques heures d'un mélange équimoléculaire de N^1 -tosylamidrazone **1** et de tris(diméthylamino)phosphine **2** conduit, avec des rendements de 70 à 85%, au produit cyclique attendu.

Sur le plan mécanistique, les deux centres nucléophiles de la N^1 -tosylamidrazone (NHTs et NHR^2) attaquent le phosphore pour aboutir à auxhétérocycles phosphorés correspondants (Schéma 1).



3a: $R^1 = CH_3$, $R^2 = CH_2Ph$

3b: $R^1 = CH_3$, $R^2 = \text{sec-butyle}$

3c: $R^1 = CH_3$, $R^2 = \text{isobutyle}$

3d: $R^1 = CH_3$, $R^2 = C_6H_{11}$

3e: $R^1 = CH_3$, $R^2 = CH_2$

3f: $R^1 = CH_3CH_2$, $R^2 = CH_2Ph$

3g: $R^1 = CH_3CH_2$, $R^2 = \text{sec-butyle}$

3h: $R^1 = CH_3CH_2$, $R^2 = C_6H_{11}$

3i: $R^1 = CH_3CH_2$, $R^2 = CH_2$

SCHÉMA 1

Les produits synthétisés sont facilement identifiables par analyse de leurs spectres IR et de RMN 1H , ^{13}C et ^{31}P .

En IR, on note essentiellement la disparition des bandes relatives aux vibreurs NH et l'apparition d'une bande vers 1160 cm^{-1} due au vibreur P-N.

Les spectres de RMN 1H des composés synthétisés montrent entre autre l'absence total des pics pouvant caractériser les protons NH et la présence de deux singulets chacun d'intensité 3H, vers 2,4 ppm, attribuables aux protons du groupement $N(CH_3)_2$ introduit par le réactif

phosphoré. On note le dédoublement des signaux des protons des groupements portés par l'axote 4.

Nous remarquons aussi qu'en RMN ^{13}C , il existe entre autre un pic vers 36 ppm relatif aux carbones du groupement $\text{N}(\text{CH}_3)_2$ et un couplage des carbones C_5 et C_{11} avec le phosphore (voir partie expérimentale).

Nous relevons en RMN ^{31}P un pic vers 85 ppm confirmant l'obtention de ces produits.

Action de l'Oxyde de P,P-dichlorophénylphosphine sur les N^1 -Tosylamidrazones

Quand on oppose les N^1 -tosylamidrazonre 1 à l'oxyde de P,P-dichlorophénylphosphine 4, on isole en fin de réaction des 3-oxo-1,2,4,3-triazaphospholines 5. La formation de ces produits résulte de l'attaque nucléophile des deux azotes du N^1 -tosylamidrazonre sur le phosphore engendrant ainsi un départ de deux molécules de chlorure d'hydrogène (Schéma 2).

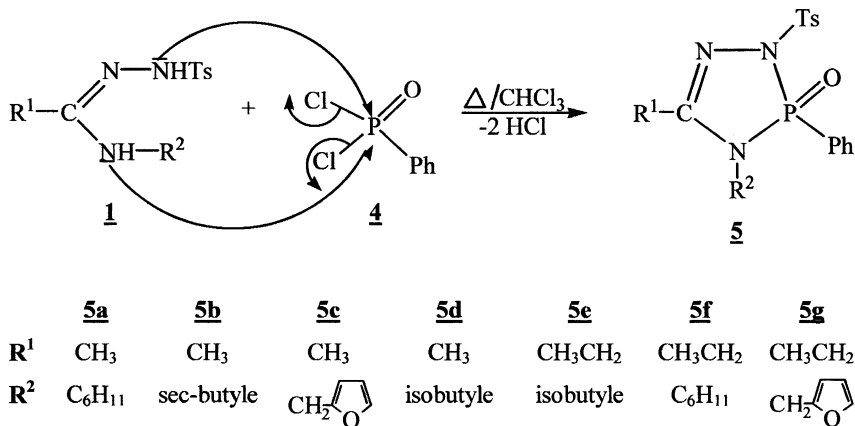


SCHÉMA 2

Les résultats de la spectroscopie IR et de RMN du ^1H , ^{31}P et du ^{13}C sont conformes aux structures des composés 5 obtenus. En effet, l'analyse des spectres IR, montre essentiellement la disparition des bandes relatives aux vibrateurs NH et l'apparition d'une nouvelle absorption vers 1170 cm^{-1} attribuable au vibrateur $\text{P}=\text{O}$.

Sur les spectres de RMN du ^1H , on note en particulier la disparition des signaux attribuables aux protons NH et la présence des signaux

entre 7 et 8 ppm relatifs aux protons aromatiques du groupement introduit par le réactif phosphoré et aux protons du reste tosylé provenant du réactif de départ. De plus on relève sur ces spectres des dédoublements des protons du groupement lié à l'azote 4 du cycle.

En RMN du ^{13}C , nous relevons les signaux des divers types de carbones du composé synthétisé et en particulier ceux correspondant au groupement phényle. Nous remarquons le dédoublement des signaux relatifs aux carbones 5 et 9 avec des constantes de couplages $^2J_{\text{CP}}$ respectivement environ 14 et 6 Hz (voir partie expérimentale).

Le passage des N^1 -tosylamidrazones au 3-oxo-1,2,4,3-triazaphospholines **5** se traduit en RMN ^{31}P par l'apparition d'un pic vers 20 ppm confirmant ainsi la présence du phosphore dans la molécule.

PARTIE EXPERIMENTALE

Appareillage

- Les spectres de RMN du ^{31}P , ^1H , et ^{13}C ont été enregistrés en solution dans CDCl_3 sur spectrographe Bruker à 300 MHz. Les déplacements chimiques, exprimés en ppm sont comptés positivement à champ faible par rapport au T.M.S comme référence interne pour ^1H et ^{13}C et par rapport à H_3PO_4 à 85% pris comme référence externe pour le ^{31}P . La multiplicité des signaux est indiquée par des abréviations suivantes: s: singulet, d: doublet, t: triplet, q: quadruplet, m: multiplet et les constantes de couplage sont exprimées en Hz. Les spectres IR ont été réalisés dans KBr sur un spectromètre JASCO FT-IR-420 dont la précision est de $\pm 2\text{ cm}^{-1}$ dans le domaine $4000\text{--}400\text{ cm}^{-1}$.
- Les points de fusion ont été déterminés sur banc Koffler.
- La pureté des produits est vérifiée par chromatographie sur couche mince de gel de silice 60 F₂₅₄.
- Gel de silice 60 est utilisé pour chromatographie sur colonne.

Synthèse des N^1 -Tosylamidrazones **1**

Les N^1 -tosylamidrazones ont été synthétisées par action des amines primaires sur les N^1 -tosylhydrazonates selon un mode opératoire que nous avons décrit antérieurement.³

On porte à reflux de l'éthanol ou du toluène, un mélange de N^1 -tosylhydrazonate (0.005 mole) et d'amine primaire (0.005 mole). Le solvant est évaporé et le produit solide obtenu est recristallisé dans le méthanol.

Synthèse des 3-(Diméthylamino)-1,2,4,3-triazaphospholines **3**

On mélange 0.01 mole de *N*¹-tosylamidrazone **1** et 0.01 mole du tris(diméthylamino)phosphine **2** dans 30 mL de toluène anhydre. La solution est portée sous reflux de toluène pendant six heures (CCM, éluant étant chloroforme/méthanol 95/5). Après évaporation du solvant, on ajoute de l'éther jusqu'à précipitation du produit. Le produit ainsi obtenu est recristallisé dans l'éther.

3a: Rdt: 75%; F 184°C; IR: $\nu_{C=N}$: 1602 cm⁻¹, ν_{P-N} : 1167 cm⁻¹; RMN ³¹P: 93.4; RMN ¹H: (300 MHz, CDCl₃): 1.96 (s, 3H); 2.37 (s, 3H), 2.4 (s, 3H); 2.42 (s, 3H); 4.41 (m, 2H); 7.02–7.85 (m, 9H); RMN ¹³C (50 MHz, CDCl₃): C₅ 152.1 (d, ²J_{CP} = 15.8), C₆ 21.6; C₇ 36.5; C₈ 36.7; C₉ 13.0; C₁₁ 46.6 (d, ²J_{CP} = 7, 2); C_{arom} 126.7–143.3.

3b: Rdt: 83%, F: 114°C, IR: $\nu_{C=N}$: 1599 cm⁻¹, ν_{P-N} : 1162 cm⁻¹, RMN ³¹P: 86.6; RMN ¹H: (300 MHz, CDCl₃): 0.62 et 0.84 (2t, 3H, ³J_{HH} = 6.5); 1.14 (m, 3H); 1.54 (m, 2H); 1.96 (s, 3H); 2.32 (m, 9H); 3.40 (m, 1H); 7.20 (d, 2H, ³J_{HH} = 6.6); 7.74 (d, 2H, ³J_{HH} = 6.6); RMN ¹³C (50 MHz, CDCl₃): C₅ 152.8 (d, ²J_{CP} = 19.4); C₆ 22.2; C₇ 36.2; C₈ 36.4; C₉ 13.2; C₁₁ 54.5 (d, ²J_{CP} = 7.0); C₁₂ 31.5; C₁₃ 30.5; C₁₄ 11.6; C_{arom} 127.3–143.2.

3c: Rdt: 85%; F: 110°C; IR $\nu_{C=N}$: 1597 cm⁻¹, ν_{P-N} : 1160 cm⁻¹; RMN ³¹P: 91.6; RMN ¹H: (300 MHz, CDCl₃): 0.76 (d, 3H, ³J_{HH} = 6.6); 0.84 (d, 3H, ³J_{HH} = 6.6); 1.8 (m, 1H); 1.96 (s, 3H); 2.35 (s, 6H); 2.97 (m, 2H); 7.23 (d, 2H, ³J = 7.5); 7.78 (d, 2H, ³J = 7.5); RMN ¹³C (50 MHz, CDCl₃): C₅ 152.8 (d, ²J_{CP} = 10.5); C₆ 21.6; C₇ 36.6; C₈ 36.8; C₉ 19.9; C₁₁ 50.4 (d, ²J_{CP} = 15.5); C₁₂ 29.7; C₁₃ 13.0; C_{arom} 128.6–145.4.

3d: Rdt: 81%, F: 141°C, IR: $\nu_{C=N}$: 1597 cm⁻¹, ν_{P-N} : 1161 cm⁻¹; RMN ³¹P: 86.0; RMN ¹H: (300 MHz, CDCl₃): 1.05–1.74 (m, 10H); 1.98 (s, 3H); 2.28 (s, 3H); 2.30 (s, 3H); 2.34 (s, 3H); 3.23 (m, 1H); 7.21 (d, 2H, ³J_{HH} = 7.5); 7.75 (d, 2H, ³J_{HH} = 7.5); RMN ¹³C (50 MHz, CDCl₃): C₅ 152.1 (d, ²J_{CP} = 9.5); C₆ 21.6; C₇ 36.2; C₈ 36.4; C₉ 25.2; C₁₁ 55.1 (d, ²J_{CP} = 12.9); C₁₂ 34.8; C₁₃ 26.1; C₁₄ 13.0; C_{arom} 127.4–143.2.

3e: Rdt: 78%, F: 130°C, IR: $\nu_{C=N}$: 1601 cm⁻¹, ν_{P-N} : 1154 cm⁻¹; RMN ³¹P: 92.7; RMN ¹H: (300 MHz, CDCl₃): 2.11 (s, 3H); 2.21 (s, 6H); 2.35 (s, 3H); 4.41 (m, 2H); 6.06–7.77 (m, 7H); RMN ¹³C (50 MHz, CDCl₃): C₅ 156.7 (d, ²J_{CP} = 16.7); C₆ 21.5; C₇ 36.3; C₈ 36.7; C₉ 25.2; C₁₁ 40.2 (d, ²J_{CP} = 18.7); C_{arom} 106.8–143.2.

3f: Rdt: 70%, F: 102°C, IR: $\nu_{C=N}$: 1600 cm⁻¹, ν_{P-N} : 1162 cm⁻¹; RMN ³¹P: 94.0; RMN ¹H: (300 MHz, CDCl₃): 1.10 (t, 3H, ³J_{HH} = 7.2); 2.25 (q, 3H, ³J_{HH} = 7.2); 2.36 (s, 3H); 2.39 (s, 3H); 2.41 (s, 3H); 4.42 (m, 2H); 6.94–7.98 (m, 9H); RMN ¹³C (50 MHz, CDCl₃): C₅ 157.1 (d, ²J_{CP} = 9.5); C₆ 21.6; C₇ 36.5; C₈ 36.7; C₉ 20.3; C₁₀ 11.5; C₁₁ 46.1 (d, ²J_{CP} = 21.2); C_{arom} 126.7–143.2.

3g: Rdt: 81%, F: 112°C; IR: $\nu_{\text{C=N}}$: 1591 cm^{-1} , $\nu_{\text{P-N}}$: 1157 cm^{-1} ; RMN ^{31}P : 87.4; RMN ^1H : (300 MHz, CDCl_3): 0.54 et 0.87 (2t, 3H, $^3J_{\text{HH}} = 7.2$); 1.04–1.20 (m, 5H); 1.55 (m, 2H); 2.25 (s, 3H); 2.34 (s, 6H); 3.39 (m, 1H); 7.20 (d, 2H, $^3J_{\text{HH}} = 7.2$); 7.75 (d, 2H, $^3J_{\text{HH}} = 7.2$); RMN ^{13}C (50 MHz, CDCl_3): C₅ 157.4 (d, $^2J_{\text{CP}} = 8.3$); C₆ 21.6; C₇ 36.2; C₈ 36.4; C₉ 20.5; C₁₀ 12.0; C₁₁ 53.0 (d, $^2J_{\text{CP}} = 15.6$); C₁₂ 30.2; C₁₃ 31.7; C₁₄ 11.7; C_{arom} 127.3–143.1.

3h: Rdt: 85%, F: 122°C; IR: $\nu_{\text{C=N}}$: 1590 cm^{-1} , $\nu_{\text{P-N}}$: 1159 cm^{-1} ; RMN ^{31}P : 87.1; RMN ^1H : (300 MHz, CDCl_3): 1.12 (t, 3H, $^3J_{\text{HH}} = 7.5$); 1.18–1.86 (m, 10H); 2.29 (s, 3H); 2.32 (s, 3H); 2.36 (s, 3H); 3.23 (m, 1H); 7.21 (d, 2H, $^3J_{\text{HH}} = 7.8$); 7.76 (d, 2H, $^3J_{\text{HH}} = 7.8$); RMN ^{13}C (50 MHz, CDCl_3): C₅ 156.6 (d, $^2J_{\text{CP}} = 9.2$); C₆ 21.6; C₇ 36.2; C₈ 36.4; C₉ 25.2; C₁₀ 20.4; C₁₁ 54.7 (d, $^2J_{\text{CP}} = 14.0$); C₁₂ 34.7; C₁₃ 26.3; C₁₄ 12.0; C_{arom} 127.4–143.1.

3i: Rdt: 84%, F: 118°C; IR: $\nu_{\text{C=N}}$: 1597 cm^{-1} , $\nu_{\text{P-N}}$: 1166 cm^{-1} ; RMN ^{31}P : 93.6; RMN ^1H : (300 MHz, CDCl_3): 1.15 (t, 3H, $^3J_{\text{HH}} = 7.2$); 2.31 (m, 11H); 4.38 (m, 2H); 6.01–7.77 (m, 7H); RMN ^{13}C (50 MHz, CDCl_3): C₅ 156.1 (d, $^2J_{\text{CP}} = 10.2$); C₆ 21.6; C₇ 36.3; C₈ 36.5; C₉ 20.11; C₁₀ 11.5; C₁₁ 39.6 (d, $^2J_{\text{CP}} = 22.8$); C_{arom} 107.8–143.2.

4-Synthèse des 3-Oxo-1,2,4,3-triazaphospholines 5

A 0.01 mole de la *N*¹-tosylamidrazone dissoute dans 20 mL de chloroforme anhydre, on ajoute goutte à goutte à température ordinaire et en agitant 0.01 mole de phénylphosphine dans 15 mL de chloroforme anhydre. Une fois l'addition terminée, le mélange est porté à reflux sous agitation magnétique jusqu'à disparition de la *N*¹-tosylamidrazone, vérifiée par chromatographie sur couche mince (l'éluant étant chloroforme/méthanol 95/5). On refroidit le mélange réactionnel. Le filtrat est ensuite concentré sous vide. Le résidu obtenu est chromatographié sur colonne de gel de silice en utilisant un mélange chloroforme/méthanol (90/10) comme éluant.

5a: Rdt: 79%; F: 178°C; IR: $\nu_{\text{C=N}}$: 1607 cm^{-1} , $\nu_{\text{P=O}}$: 1169 cm^{-1} ; RMN ^{31}P : 19.4; RMN ^1H : (300 MHz, CDCl_3): 0.95–1.24 (m, 4H); 1.45–1.75 (m, 5H); 2.01–2.11 (m, 2H); 2.11 (s, 3H); 2.39 (s, 3H); 3.31 (m, 1H); 7.25–7.87 (m, 9H); RMN ^{13}C (50 MHz, CDCl_3): C₅ 150.3 (d, $^2J_{\text{CP}} = 13.9$); C₆ 21.8; C₇ 24.8; C₉ 56.7 (d, $^2J_{\text{CP}} = 5.5$); C₁₀ 32.6; C₁₁ 25.8; C₁₂ 14.8; C_{arom} 128.5–144.6.

5b: Rdt: 85%, F: 198°C, IR $\nu_{\text{C=N}}$: 1611 cm^{-1} , $\nu_{\text{P=O}}$: 1171 cm^{-1} ; RMN ^{31}P : 20.3; RMN ^1H : (300 MHz, CDCl_3): 0.82 et 0.90 (2t, 3H, $^3J_{\text{HH}} = 7.2$); 1.05 et 1.33 (2d, 3H, $^3J_{\text{HH}} = 6.6$); 1.19–1.90 (m, 2H); 2.10 (s, 3H); 2.40 (s, 3H); 3.45 (m, 1H); 7.26–7.90 (m, 9H); RMN ^{13}C (50 MHz, CDCl_3): C₅ 150.3 (d, $^2J_{\text{CP}} = 14.2$); C₆ 21.8; C₇ 15.2; C₉ 54.4 (d, $^2J_{\text{CP}} = 9.0$); C₁₀ 29.3; C₁₁ 20.0; C₁₂ 11.52; C_{arom} 128.5–144.7.

5c: Rdt: 80%, F: 208°C, IR: $\nu_{\text{C=N}}$: 1609 cm^{-1} , $\nu_{\text{P=O}}$: 1169 cm^{-1} ; RMN ^{31}P : 21.3; RMN ^1H : (300 MHz, CDCl_3): 2.17 (s, 3H); 2.41 (s, 3H); 4.41

(m, 2H); 5.84–7.89 (m, 12H); RMN ^{13}C (50 MHz, CDCl_3): C_5 149.8 (d, $^2\text{J}_{\text{CP}} = 13.5$); C_6 21.8; C_7 14.1; C_9 38.4 (d, $^2\text{J}_{\text{CP}} = 7.2$); C_{arom} 109.6–144.8.

5d: Rdt: 88%, F: 144°C, IR: $\nu_{\text{C}=\text{N}}$: 1602 cm^{-1} , $\nu_{\text{P}=\text{O}}$: 1170 cm^{-1} ; RMN ^{31}P : 21.2; RMN ^1H : (300 MHz, CDCl_3): 0.66 (d, 3H, $^3\text{J}_{\text{HH}} = 6.6$); 0.72 (d, 3H, $^3\text{J}_{\text{HH}} = 6.3$); 1.59 (m, 1H); 2.03 (s, 3H); 2.36 (s, 3H); 2.80 (m, 1H); 3.16 (m, 1H); 7.23–7.86 (m, 9H); RMN ^{13}C (50 MHz, CDCl_3): C_5 151.0 (d, $^2\text{J}_{\text{CP}} = 14.3$); C_6 21.7; C_7 15.3; C_9 50.1 (d, $^2\text{J}_{\text{CP}} = 6.3$); C_{10} 28.6; C_{11} 14.5; C_{arom} 126.6–144.7.

5e: Rdt: 91%, F: 154°C, IR: $\nu_{\text{C}=\text{N}}$: 1595 cm^{-1} , $\nu_{\text{P}=\text{O}}$: 1169 cm^{-1} ; RMN ^{31}P : 22.7; RMN ^1H : (300 MHz, CDCl_3): 0.68 (d, 3H, $^3\text{J}_{\text{HH}} = 6.6$); 0.73 (d, 3H, $^3\text{J}_{\text{HH}} = 6.3$); 1.17 (t, 3H, $^3\text{J}_{\text{HH}} = 7.2$); 1.64 (m, 1H); 2.35 (q, 2H, $^3\text{J}_{\text{HH}} = 6.9$); 2.4 (s, 3H); 2.82 (m, 1H); 3.16 (m, 1H); 7.25–7.89 (m, 9H); RMN ^{13}C (50 MHz, CDCl_3): C_5 154.4 (d, $^2\text{J}_{\text{CP}} = 13.3$); C_6 21.7; C_7 28.5; C_8 20.0; C_9 49.6 (d, $^2\text{J}_{\text{CP}} = 6.2$); C_{10} 21.3; C_{11} 10.0; C_{arom} 126.8–144.6.

5f: Rdt: 81%, F: 150°C, IR: $\nu_{\text{C}=\text{N}}$: 1604 cm^{-1} , $\nu_{\text{P}=\text{O}}$: 1172 cm^{-1} ; RMN ^{31}P : 20.2; RMN ^1H : (300 MHz, CDCl_3): 0.91–1.15 (m, 4H); 1.20 (t, 3H, $^3\text{J}_{\text{HH}} = 7.1$); 1.41–2.03 (m, 6H); 2.41 (m, 5H); 3.34 (m, 1H); 7.24–7.86 (m, 9H); RMN ^{13}C (50 MHz, CDCl_3): C_5 153.8 (d, $^2\text{J}_{\text{CP}} = 12.3$); C_6 21.7; C_7 32.6; C_8 24.8; C_9 56.2 (d, $^2\text{J}_{\text{CP}} = 5.5$); C_{10} 34.1; C_{11} 26.0; C_{12} 10.4; C_{arom} 128.4–144.4.

5g: Rdt: 83%, F: 174°C, IR: $\nu_{\text{C}=\text{N}}$: 1609 cm^{-1} , $\nu_{\text{P}=\text{O}}$: 1169 cm^{-1} ; RMN ^{31}P : 22.1; RMN ^1H : (300 MHz, CDCl_3): 1.20 (t, 3H, $^3\text{J}_{\text{HH}} = 7.5$); 2.41 (s, 3H); 2.51 (q, 2H); 4.41 (m, 2H); 5.87–7.88 (m, 12H); RMN ^{13}C (50 MHz, CDCl_3): C_5 153.7 (d, $^2\text{J}_{\text{CP}} = 13.4$); C_6 21.7; C_7 21.0; C_8 9.8; C_9 38.1 (d, $^2\text{J}_{\text{CP}} = 7.8$); C_{arom} 109.7–144.6.

REFERENCES

- [1] M. Kossentini, F. Chabchoub, Y. Le Bigot, et M. Salem, *J. Soc. Chim. Tunisie*, **4**, 1233 (2001).
- [2] F. Allouche, F. Chabchoub, S. Dahaoui, B. Ben Hassine, et M. Salem, *Phys. Chem. News*, **8**, 124 (2002).
- [3] M. Kossentini, M. Ben Mosbah, F. Chabchoub, Y. Le Bigot, and M. Salem, *Phys. Chem. News*, **5**, 115 (2002).
- [4] H. Chouaib, M. Ben Mosbah, M. Kossentini, et M. Salem, *Synth. Commun.*, **33**, 3861 (2003).
- [5] M. Ben Mosbah, H. Chouaib, M. Kossentini, et M. Salem, *Phosphorus, Sulfur and Silicon*, **178**, 1433 (2003).
- [6] M. Ben Mosbah, H. Chouaib, M. Kossentini, et M. Salem, *Phosphorus, Sulfur, and Silicon*, **179**, 2497 (2004).
- [7] Y. Charbonnel and J. Barrans, *C. R. Acad. Sc. Paris*, **272**, 1675 (1971).
- [8] R. Mathis, A. Chabane, Y. Charbonnel, and J. Barrans, *C. R. Acad. Sc. Paris*, **282**, 67 (1976).
- [9] M. Haddad, Th. N'Gando, M. M'Pondo, C. Malavaud, L. Lopez, et J. Barrans, *Phosphorus, Sulfur, and Silicon*, **20**, 333 (1984).