



ELSEVIER

Available online at www.sciencedirect.com



C. R. Chimie 6 (2003) 445–450



Communication

Réactivité des N^1 -tosylhydrazone vis-à-vis du réactif de Lawesson, du cyanamide et des hydrazides : synthèse de thiadiazaphospholines et d'aminotriazoles tosylés

Mongi Ben Mosbah, Awatef Rekik, Mohamed Kossentini, Mansour Salem *

Laboratoire de chimie appliquée, « Hétérocycles, Corps gras et Polymères », faculté des sciences de Sfax, 3018 Sfax, Tunisie

Reçu le 17 mai 2002 ; accepté le 17 février 2003

Résumé

L'action du réactif de Lawesson, du cyanamide et des hydrazides sur les N^1 -tosylhydrazone conduit respectivement aux thiadiazaphospholines, C-aminotriazoles et des N-aminotriazoles tosylés avec de bons rendements. Les structures des composés obtenus ont été déterminées à partir de leurs données spectroscopiques IR et de RMN du proton et du carbone 13. *Pour citer cet article : M.B. Mosbah et al., C. R. Chimie 6 (2003).*

© 2003 Académie des sciences. Publié par Éditions scientifiques et médicales Elsevier SAS. Tous droits réservés.

Abstract

Reactivity of N^1 -tosylhydrazone towards Lawesson's reagent, cyanamide and hydrazides: synthesis of tosylated thiadiazaphospholines and aminotriazoles. The reaction of N^1 -tosylhydrazone with the Lawesson reagent, cyanamide and hydrazides leads respectively to tosylated thiadiazaphospholines, C-aminotriazoles and N-aminotriazoles in good yields. The structure of all obtained products was determined on the basis of their IR and NMR data. *To cite this article: M.B. Mosbah et al., C. R. Chimie 6 (2003).*

© 2003 Académie des sciences. Publié par Éditions scientifiques et médicales Elsevier SAS. Tous droits réservés.

Mots clés : N^1 -tosylhydrazone ; aminotriazole ; thiadiazaphospholine

Keywords: N^1 -tosylhydrazone; aminotriazole; thiadiazaphospholines

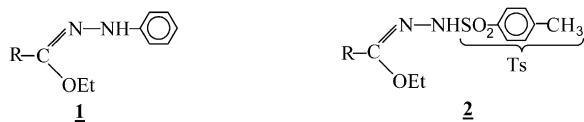
1. Introduction

Les hydrazone phényles **1** ont été utilisés avec succès dans la synthèse de nombreux hétérocycles comportant le motif $\text{>} \text{N}-\text{N}\text{<} \text{[1-3]}$. Leurs homologues **2**, dérivant de la tosylhydrazine, n'ont, à notre connais-

sance, fait l'objet que de peu de publications [4–7]. Pourtant, ces composés sont susceptibles de présenter une réactivité différente de celle des dérivés phényles. En effet, la présence du groupe tosyle sur l'azote terminal en abaisse la nucléophilie et le remet en concurrence avec l'azote central. Ils pourraient, de ce fait, présenter deux centres réactifs en 1,2 ou 1,3 et constituer d'excellents substrats pour la synthèse d'hétérocycles azotés et phosphorés.

* Auteur correspondant.

Adresse e-mail : mansour_salem@yahoo.fr (M. Salem).



Nous montrons dans le présent travail que la réactivité des N^1 -tosylhydrazonates vis-à-vis du réactif de Lawesson, du cyanamide et des hydrazides conduit systématiquement à la formation d'hétérocycles à cinq chaînons, respectivement aux thiadiazaphospholines **3**, aux *C*-aminotriazoles **4** et aux *N*-aminotriazoles tosylés **6**.

2. Résultats et discussion

2.1. Action du réactif de Lawesson sur les N^1 -tosylhydrazonates

Dans de nombreuses réactions de condensation, le 2,4-bis(4-méthoxyphényle)-2,4-dithioxo-1,3,2,4-dithiadiphosphétane ou réactif de Lawesson (LR) réagit sous forme de zwitterion [8] et se comporte comme un agent à deux sites réactifs, l'un électrophile et l'autre nucléophile [9–12].

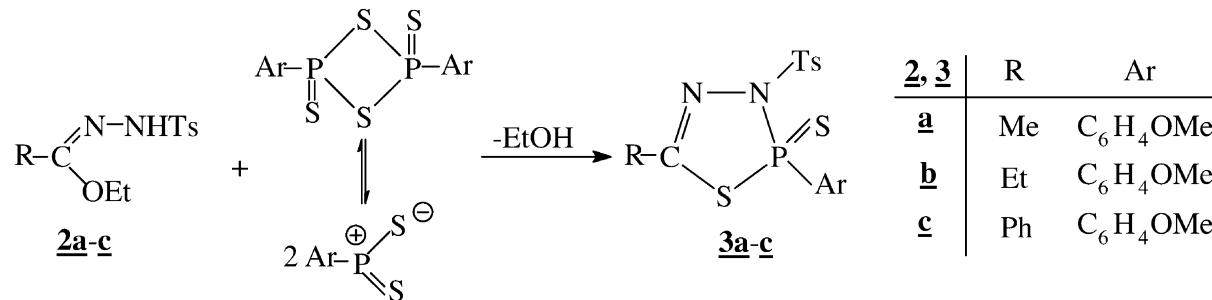


Fig. 1

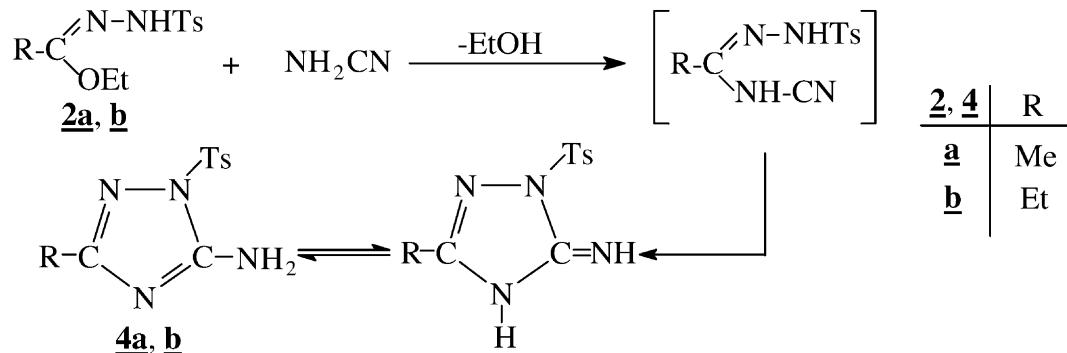


Fig. 2

La condensation mole à mole des N^1 -tosylhydrazonates **2a–c** et du réactif de Lawesson (LR) à reflux de toluène conduit aux thiadiazaphospholines **3a–c** correspondantes (Fig. 1). Les N^1 -tosylhydrazonates se comportent donc comme des réactifs bipolaires 1,3.

2.2. Action du cyanamide sur les N^1 -tosylhydrazonates

De la même manière, le cyanamide, qui présente deux centres réactifs – l'un nucléophile, l'autre électrophile en position 1,2 – réagit avec les N^1 -tosylhydrazonates pour conduire aux *C*-aminotriazoles tosylés **4** (Fig. 2).

Ces composés sont intéressants à cause des propriétés biologiques qu'ils sont susceptibles de présenter [13–18], d'une part, et en raison de leur possibilité d'utilisation ultérieure dans la synthèse de composés bishétérocycliques [19], d'autre part.

Cependant, le N^1 -tosylhydrazone, dans lequel R est un groupement phényle, est sans action sur le cyanamide, probablement en raison de la forte conjugai-

son de la liaison C=N avec le noyau aromatique, ce qui rend le carbone imidique peu électrophile. Une observation identique a, par ailleurs, été signalée par Chihoui et Baccar [1] lors de l'étude des propriétés chimiques des hydrazonates phénylés.

2.3. Action des hydrazides sur les N¹-tosylhydrazonates

Les N¹-tosylhydrazonates **2** réagissent avec les hydrazides au reflux du méthanol pour conduire directement à des composés cycliques identifiés à des N-aminotriazoles **6**. Notons qu'en réalisant la réaction à froid dans le chloroforme, on isole après quelques jours les mêmes produits. Il est intéressant de préciser qu'à froid, leurs homologues dérivant de la phénylhydrazine conduisent à des produits acycliques. Leur cyclisation en triazole n'est obtenue qu'après chauffage prolongé dans le xylène [2].

Par rapport aux exemples précédents, la différence de comportement intervient particulièrement au niveau de la deuxième étape. La cyclisation intramoléculaire selon la voie **a** fait intervenir une attaque par l'azote du type amidine ($-\text{N}=\text{C}-\text{NH}-$), nettement plus réactif que celui du type sulfonamide ($-\text{NH}-\text{SO}_2-$), qui intervient dans la voie **b**. Par ailleurs, le cycle à cinq chaînons obtenu dans ce cas précis est aromatique, alors que celui à six ne l'est pas (Fig. 3).

L'évolution de la réaction selon la voie **a** est confirmée par l'étude des spectres de RMN du ¹H et du ¹³C

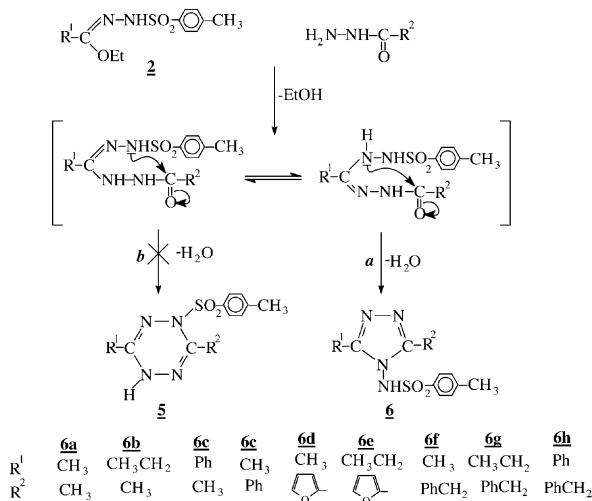


Fig. 3

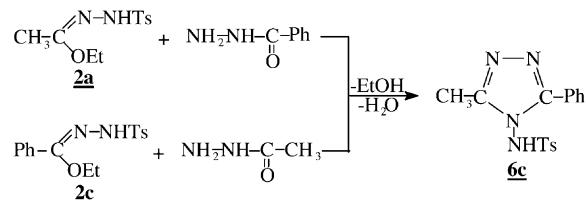


Fig. 4

des produits obtenus. En particulier, les spectres RMN du produit **6c** obtenu pour ($\text{R}^1=\text{CH}_3$, $\text{R}^2=\text{Ph}$) et ($\text{R}^1=\text{Ph}$, $\text{R}^2=\text{CH}_3$) sont identiques, ce qui confirme bien la formation de *N*-aminotriazole (Fig. 4).

En outre, les spectres du composé **6c** mettent en évidence la symétrie de la molécule.

3. Partie expérimentale

3.1. Appareillage

- RMN.** Les spectres de RMN du ¹H et ¹³C ont été enregistrés en solution dans le DMSO-*d*6 pour les composés **4** et **6** et dans le CDCl₃ pour les composés **3** sur spectrographe Bruker à 80, 200, 300 et 400 MHz. Les déplacements chimiques, exprimés en ppm, sont comptés positivement à champ faible par rapport au TMS comme référence interne.

Les multiplicités des signaux sont indiquées par des abréviations suivantes : s, singulet ; d, doublet ; t, triplet ; q, quadruplet ; m, multiplet ; dd : doublet dédoublé. Les constantes de couplage ³J sont exprimées en Hz.

- IR.** 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 4000–400 cm^{-1} .

- Point de fusion.** Les points de fusion ont été déterminés sur banc Kofler.

La pureté des produits est vérifiée par chromatographie sur couche mince de gel de silice.

Les N¹-tosylhydronates **2** ont été synthétisés par action des orthoesters sur la tosylhydrazine, selon un mode opératoire que nous avons décrit antérieurement [4].

3.2. Synthèse des thiadiazaphospholines tosylés **3**

Un mélange de N¹-tosylhydronate (0,01 mol), de réactif de Lawesson (LR) (0,01 mol) et de 20 ml de

toluène est porté à reflux pendant 12 h. Le déroulement de la réaction est suivi par chromatographie sur couche mince (CCM) en utilisant un mélange chloroforme/méthanol (9,5:0,5) comme éluant. Après disparition complète du N^1 -tosylhydrazone et apparition d'une seule nouvelle tache, on refroidit le mélange réactionnel, puis on filtre l'excès de réactif de Lawesson. Le filtrat est concentré sous vide. On ajoute au résidu obtenu 30 ml d'éther, le précipité qui apparaît est filtré et recristallisé dans l'éther.

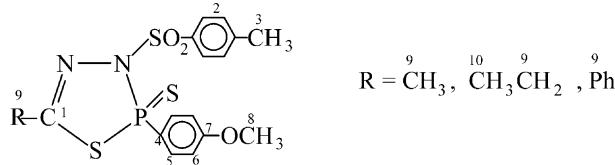
3.2.1. 5-Méthyl-2-p-méthoxyphényl-3-tosyl-thiadiazaphospholine 3a

Rdt : 90%, $P_f = 176\text{--}178^\circ\text{C}$, IR : $\nu_{\text{C}=\text{N}} = 1590\text{ cm}^{-1}$, $\nu_{\text{P}=\text{S}} = 1100\text{ cm}^{-1}$; RMN ^1H : (300 MHz, CDCl_3) : 2,27 (s, 3H); 2,42 (s, 3H); 3,88 (s, 3H); 7,04 (dd, 2H, $^3J_{\text{HH}} = 8,8$; $^4J_{\text{HP}} = 3,8$); 7,26 (d, 2H, $^3J_{\text{HH}} = 8,2$); 7,95 (d, 2H, $^3J_{\text{HH}} = 8,2$); 8,06 (dd, 2H, $^3J_{\text{HH}} = 8,8$; $^3J_{\text{HP}} = 16,2$).

3.2.2. 5-Éthyl-2-p-méthoxyphényl-3-tosyl-thiadiazaphospholine 3b

Rdt : 85%, $P_f = 126\text{--}130^\circ\text{C}$, IR : $\nu_{\text{C}=\text{N}} = 1590\text{ cm}^{-1}$, $\nu_{\text{P}=\text{S}} = 1103\text{ cm}^{-1}$; RMN ^1H : (300 MHz, CDCl_3) : 1,16 (t, 3H, $^3J_{\text{HH}} = 8,2$); 2,37 (s, 3H); 2,51 (q, 2H, $^3J_{\text{HH}} = 8,2$); 3,81 (s, 3H); 6,97 (dd, 2H, $^3J_{\text{HH}} = 8,8$, $^4J_{\text{HP}} = 3,8$); 7,26 (d, 2H, $^3J_{\text{HH}} = 8,2$); 7,95 (d, 2H, $^3J_{\text{HH}} = 8,2$); 8,02 (dd, 2H, $^3J_{\text{HH}} = 8,8$; $^3J_{\text{HP}} = 16,3$).

Tableau 1
RMN du ^{13}C (75 MHz) : déplacements chimiques des thiadiazaphospholines tosylées 3.



| Composé | 3a | 3b | 3c |
|-----------------|--|--|--|
| C ₁ | 146,6 (d ; $^2J_{\text{CP}} = 2,6$) | 152,3 (d ; $^2J_{\text{CP}} = 3,4$) | 145,1 (d ; $^2J_{\text{CP}} = 3,4$) |
| C ₂ | 124,1–146,5 | 123,8–145,2 | 125,7–134,9 |
| C ₃ | 21,6 (s) | 21,8 (s) | 21,6 (s) |
| C ₄ | 125,7 (d ; $^1J_{\text{CP}} = 115,4$) | 124,5 (d ; $^1J_{\text{CP}} = 114,9$) | 125,5 (d ; $^1J_{\text{CP}} = 115,1$) |
| C ₅ | 134,7 (d ; $^2J_{\text{CP}} = 13,3$) | 134,8 (d ; $^2J_{\text{CP}} = 16,3$) | 134,7 (d ; $^2J_{\text{CP}} = 16,3$) |
| C ₆ | 114,2 (d ; $^3J_{\text{CP}} = 18,6$) | 114,2 (d ; $^3J_{\text{CP}} = 17,8$) | 114,2 (d ; $^3J_{\text{CP}} = 17,9$) |
| C ₇ | 163,7 (d ; $^4J_{\text{CP}} = 2,6$) | 163,8 (d ; $^4J_{\text{CP}} = 3,4$) | 163,8 (d ; $^4J_{\text{CP}} = 3,4$) |
| C ₈ | 55,6 (s) | 55,7 (s) | 55,6 (s) |
| C ₉ | 20,2 (s) | 27,9 (s) | 125,7–134,9 |
| C ₁₀ | — | 11,7 (s) | — |

3.2.3. 2-p-Méthoxyphényl-5-phényl-3-tosyl-thiadiazaphospholine 3c

Rdt : 70%, $P_f = 162\text{--}164^\circ\text{C}$, IR : $\nu_{\text{C}=\text{N}} = 1588\text{ cm}^{-1}$, $\nu_{\text{P}=\text{S}} = 1097\text{ cm}^{-1}$; RMN ^1H : (300 MHz, CDCl_3) : 2,44 (s, 3H); 3,91 (s, 3H); 7,05–8,22 (m, 8H); 6,97 (dd, 2H, $^3J_{\text{HH}} = 8,8$; $^4J_{\text{HP}} = 3,8$); 7,36–7,71 (m, 5H); 8,05 (d, 2H, $^3J_{\text{HH}} = 8,7$); 8,15 (dd, 2H, $^3J_{\text{HH}} = 8,8$; $^3J_{\text{HP}} = 16,3$).

Les résultats obtenus sont reportés dans le Tableau 1.

3.3. Synthèse des C-aminotriazoles tosylés 4

On chauffe pendant 20 h au reflux du méthanol un mélange de 0,01 mol de N^1 -tosylhydrazone 2 et de 0,01 mol de cyanamide. Après évaporation du solvant, le produit obtenu est recristallisé dans le méthanol.

3.3.1. 5-Amino-3-méthyl-1-tosyl-1,2,4-triazole 4a

Rdt : 80%; $P_f = 224\text{--}226^\circ\text{C}$; IR : $\nu_{\text{C}=\text{N}} = 1653\text{ cm}^{-1}$, $\nu_{\text{NH}} = 3306\text{--}3467\text{ cm}^{-1}$; RMN ^1H (400 MHz) : 2,01 (s, 3H); 2,25 (s, 3H); 7,20 (s, 2H); 7,45–7,85 (m, 4H).

3.3.2. 5-Amino-3-éthyl-1-tosyl-1,2,4-triazole 4b

Rdt : 70%; $P_f = 202\text{--}205^\circ\text{C}$; IR : $\nu_{\text{C}=\text{N}} = 1646\text{ cm}^{-1}$, $\nu_{\text{NH}} = 3363\text{--}3404\text{ cm}^{-1}$; RMN ^1H (80 MHz) : 0,85 (t, 3H, $^3J_{\text{HH}} = 7,4$); 1,85 (q, 2H, $^3J_{\text{HH}} = 7,4$); 2,37 (s, 3H); 7,07–7,73 (m, 8H); 9,90 (s, 2H).

Les résultats obtenus sont reportés dans le Tableau 2.

3.4. Synthèse des N-aminotriazoles 6

Un mélange de 0,01 mol de N^1 -tosylhydrazone 2 et de 0,01 mol d'hydrazide dans 50 ml de méthanol est porté à reflux pendant 24 h. Après évaporation du solvant, le solide obtenu est recristallisé dans le méthanol.

3.4.1. 3,5-Diméthyl-4-N-tosylamino-1,2,4-triazole 6a

Rdt : 85% ; $P_f = 248\text{--}251\text{ }^\circ\text{C}$; IR : $\nu_{\text{C}=\text{N}} : 1545\text{ cm}^{-1}$; $\nu_{\text{NH}} : 3444\text{ cm}^{-1}$; RMN ^1H (400 MHz) : 1,85 (s, 6H) ; 2,38 (s, 3H) ; 7,40–7,85 (m, 5H).

3.4.2. 3-Éthyl-5-méthyl-4-N-tosylamino-1,2,4-triazole 6b

Rdt : 80% ; $P_f = 202\text{--}205\text{ }^\circ\text{C}$; IR : $\nu_{\text{C}=\text{N}} : 1545\text{ cm}^{-1}$; $\nu_{\text{NH}} : 3442\text{ cm}^{-1}$; RMN ^1H (80 MHz) : 1,09 (t, 3H, $^3J_{\text{HH}} = 7,3$) ; 1,90 (s, 3H) ; 2,30 (q, 2H, $^3J_{\text{HH}} = 7,3$) ; 2,40 (s, 3H) ; 7,40–7,70 (m, 5H).

3.4.3. 5-Méthyl-3-phényl-4-N-tosylamino-1,2,4-triazole 6c

(Rdt : 60% pour $\text{R}^1 = \text{Ph}$ et $\text{R}^2 = \text{CH}_3$), (Rdt : 35% pour $\text{R}^1 = \text{CH}_3$ et $\text{R}^2 = \text{Ph}$) ; $P_f = 252\text{--}255\text{ }^\circ\text{C}$; IR : $\nu_{\text{C}=\text{N}} : 1542\text{ cm}^{-1}$; $\nu_{\text{NH}} : 3443\text{ cm}^{-1}$; RMN ^1H (200 MHz) : 2,22 (s, 3H) ; 2,26 (s, 3H) ; 7,03–7,50 (m, 5H).

3.4.4. 5-Furyl-3-méthyl-4-N-tosylamino-1,2,4-triazole 6d

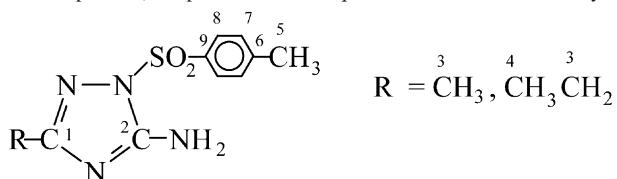
Rdt : 45% ; $P_f = 228\text{--}230\text{ }^\circ\text{C}$; IR : $\nu_{\text{C}=\text{N}} : 1546\text{ cm}^{-1}$; $\nu_{\text{NH}} : 3442\text{ cm}^{-1}$; RMN ^1H (200 MHz) : 1,90 (s, 3H) ; 2,25 (s, 3H) ; 6,40–7,60 (m, 8H).

3.4.5. 3-Éthyl-5-furyl-4-N-tosylamino-1,2,4-triazole 6e

Rdt : 35% ; $P_f = 240\text{--}245\text{ }^\circ\text{C}$; IR : $\nu_{\text{C}=\text{N}} : 1546\text{ cm}^{-1}$; $\nu_{\text{NH}} : 3442\text{ cm}^{-1}$; RMN ^1H (200 MHz) : 1,15 (t, 3H,

Tableau 2

RMN du ^{13}C (100 MHz pour 4a et 20 MHz pour 4b) : déplacements chimiques des C-aminotriazoles tosylés 4.



| Composé | C ₁ | C ₂ | C ₃ | C ₄ | C ₅ | C ₆ | C ₇ | C ₈ | C ₉ |
|---------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|
| 4a | 157,1 | 161,1 | 13,8 | — | 21,0 | 133,5 | 130,5 | 128,1 | 146,0 |
| 4b | 155,0 | 160,1 | 15,6 | 10,2 | 21,1 | 133,1 | 130,2 | 127,3 | 145,7 |

$^3J_{\text{HH}} = 7,5$; 1,85 (s, 3H) ; 2,32 (q, 2H, $^3J_{\text{HH}} = 7,5$) ; 6,40–7,60 (m, 8H).

3.4.6. 5-Benzyl-3-méthyl-4-N-tosylamino-1,2,4-triazole 6f

Rdt : 80% ; $P_f = 210\text{--}212\text{ }^\circ\text{C}$; IR : $\nu_{\text{C}=\text{N}} : 1531\text{ cm}^{-1}$; $\nu_{\text{NH}} : 3350\text{ cm}^{-1}$; RMN ^1H (200 MHz) : 1,70 (s, 3H) ; 2,31 (s, 3H) ; 3,70 (s, 2H) ; 7,00–7,62 (m, 10H).

3.4.7. 5-Benzyl-3-éthyl-4-N-tosylamino-1,2,4-triazole 6g

Rdt : 70% ; $P_f = 170\text{--}175\text{ }^\circ\text{C}$; IR : $\nu_{\text{C}=\text{N}} : 1533\text{ cm}^{-1}$; $\nu_{\text{NH}} : 3342\text{ cm}^{-1}$; RMN ^1H (200 MHz) : 1,01 (t, 3H, $^3J_{\text{HH}} = 7,3$) ; 2,10 (q, 2H, $^3J_{\text{HH}} = 7,3$) ; 2,30 (s, 3H) ; 3,65 (s, 2H) ; 7,00–7,60 (m, 10H).

3.4.8. 5-Benzyl-3-phényl-4-N-tosylamino-1,2,4-triazole 6h

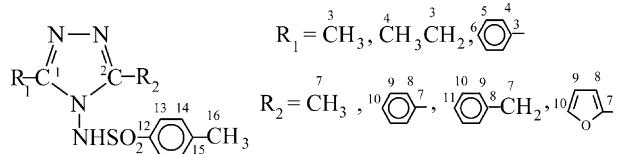
Rdt : 40% ; $P_f = 242\text{--}245\text{ }^\circ\text{C}$; IR : $\nu_{\text{C}=\text{N}} : 1537\text{ cm}^{-1}$; $\nu_{\text{NH}} : 3362\text{ cm}^{-1}$; RMN ^1H (200 MHz) : 2,25 (s, 3H) ; 3,96 (s, 2H) ; 7,00–7,51 (m, 15H).

Les résultats obtenus sont reportés dans le Tableau 3.

4. Conclusion

Nous avons montré dans ce travail que les N^1 -tosylhydrazone ont un comportement similaire à celui des N^1 -phénylhydrazone, en dépit de la présence du groupe tosyle. Ils constituent d'excellentes bases pour la synthèse de divers hétérocycles polyazotés à cinq chaînons, pouvant présenter des propriétés biologiques intéressantes, mises en évidence pour des composés de structure similaire [20–22]. Les résultats obtenus viennent compléter les travaux antérieurs réalisés dans notre laboratoire sur les hydrazone [1–3, 23–26].

Tableau 3

RMN du ^{13}C (100 MHz pour **6a**, 20 MHz pour **6b** et 50 MHz pour **6c–6h**) : déplacements chimiques des *N*-aminotriazoles tosylés **6**.

| Composé | 6a | 6b | 6c* | 6c** | 6d | 6e | 6f | 6g | 6h |
|-----------------|-----------|-----------|------------|-------------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| C ₁ | 151,1 | 151,0 | 152,1 | 161,2 | 145,3 | 146,1 | 151,8 | 154,3 | 153,3 |
| C ₂ | 151,1 | 155,4 | 161,2 | 152,1 | 152,0 | 154,0 | 154,4 | 156,1 | 156,1 |
| C ₃ | 9,3 | 16,9 | 10,1 | 129,9 | 9,2 | 16,9 | 9,9 | 17,6 | 126,4 |
| C ₄ | — | 9,2 | — | 129,6 | — | 10,4 | — | 11,3 | 129,8 |
| C ₅ | — | — | — | 128,3 | — | — | — | — | 128,3 |
| C ₆ | — | — | — | 125,9 | — | — | — | — | 127,6 |
| C ₇ | 9,3 | 10,5 | 129,9 | 10,1 | 144,3 | 144,1 | 30,3 | 30,2 | 30,6 |
| C ₈ | — | — | 129,6 | — | 111,3 | 111,2 | 130,3 | 130,3 | 130,6 |
| C ₉ | — | — | 128,3 | — | 111,6 | 111,7 | 129,6 | 129,6 | 130,3 |
| C ₁₀ | — | — | 125,9 | — | 127,2 | 127,0 | 129,2 | 129,2 | 129,0 |
| C ₁₁ | — | — | — | — | — | — | 127,5 | 127,5 | 127,9 |
| C ₁₂ | 144,5 | 144,4 | 145,5 | 145,5 | 144,7 | 144,7 | 145,7 | 145,5 | 145,2 |
| C ₁₃ | 127,5 | 127,4 | 127,6 | 127,6 | 129,8 | 129,7 | 128,4 | 128,3 | 129,3 |
| C ₁₄ | 130,2 | 130,1 | 129,9 | 129,9 | 134,7 | 135,0 | 131,2 | 131,1 | 130,6 |
| C ₁₅ | 135,8 | 136,0 | 130,0 | 130,0 | 139,8 | 139,6 | 136,5 | 136,5 | 136,6 |
| C ₁₆ | 21,1 | 21,0 | 21,2 | 21,2 | 20,9 | 21,1 | 21,9 | 21,9 | 21,8 |

6c* : R¹ = Ph, R² = CH₃**6c**** : R¹ = CH₃, R² = Ph

Références

- [1] M. Chihoui, B. Baccar, C. R. Acad. Sci. Paris, Ser. C 287 (1978) 121.
- [2] M. Chihoui, B. Baccar, R. Mathis, C. R. Acad. Sci. Paris, Ser. II 293 (1981) 573.
- [3] F. Chabchoub, M. Trabelsi, M. Salem, J. Soc. Chim. Tunis. 3 (1998) 171.
- [4] M. Kossentini, M. Ben Mosbah, F. Chabchoub, Y. Le Bigot, M. Salem, Phys. & Chem. News 5 (2001) 151.
- [5] R. Anschutz, Leibigs Ann. 18 (1889) 264.
- [6] M. Regitz, G. Diazoalkane, Thieme Verlag, Stuttgart, Allemagne, 1977.
- [7] P.G. Williard, L.A. Grab, J.P. Springer, Tetrahedron Lett. 22 (1981) 2731.
- [8] U. Pedersen, B. Yde, T. Andersen, M. Thorsen, K. Clausen, S.O. Lawesson, Phosphorus, Sulfur and Silicon 18 (1963) 381.
- [9] M. Boukraa, M.L. Elefrit, H. Zantour, Phosphorus, Sulfur and Silicon 157 (1999) 145.
- [10] A.A. El Barbary, S.O. Lawesson, Tetrahedron 37 (1981) 2641.
- [11] R. Shabana, J.B. Rasmussen, S.O. Lawesson, Bull. Soc. Chim. Belg. 90 (1981) 103.
- [12] S. Deng, D. Liu, Synthesis 16 (2001) 2445.
- [13] C. Ainsworth, J. Am. Chem. Soc. 78 (1956) 1973.
- [14] F.G. D'alelio, US patent No. 2 374 335, 1945 ; Chem. Abstr. 40 (1946) 1285j.
- [15] W.A. Meyers, Weed Control Conf. 202 (1956) ; Chem. Abstr. 50 (1956) 10328i.
- [16] P. Duffin, E. Parkes, J.B. Polya, Aust. J. Exp. Biol. Med. Sci. 30 (1952) 437.
- [17] W.W. Allen, US patent No. 2 670 282 (23 February 1954) ; Chem. Abstr. 48 (1954) 6642d.
- [18] L.F. Hartman, A. Portela, A.F. Cardeza, Chem. Abstr. 49 (1955) 2612d ; Rev. Soc. Argent. Biol. 30 (1954) 87.
- [19] F. Chabchoub, M. Kossentini, M. Salem, J. Soc. Chim. Tunis. 4 (2000) 621.
- [20] A.A. Ikizler, A. Ikizler, M. Serdar, N. Yildirim, Acta. Pol. Pharm. 54 (1997) 5363.
- [21] L.N. He, R.Y. Chen, Phosphorus, Sulfur, Silicon, Relat. Elem. 129 (1997) 111.
- [22] L.N. He, R.X. Zhuo, R.Y. Chen, K. Li, Y.J. Zhang, J. Heteroatom. Chem. 10 (1999).
- [23] M. Chihoui, B. Baccar, C. R. Acad. Sci. Paris, Ser. C 287 (1978) 69.
- [24] M. Chihoui, A. Bel Hadj Amor, B. Baccar, J. Soc. Chim. Tunis. 3 (1986) 15.
- [25] F. Chabchoub, M. Kossentini, M. Salem, J. Soc. Chim. Tunis. 7 (2000) 621.
- [26] F. Zribi, F. Chabchoub, M. Kossentini, M. Trabelsi, Y. Le Bigot, M. Salem, J. Soc. Chim. Tunis. 4 (2001) 971.