

LaserJet ACTION D'AMINOAZOLES SUR LES 2-DIALKYLAMINOMÉTHYLPROPÈNENITRILES

F. YACCOUBI, M. L. EL EFRIT, H. ZANTOUR

Laboratoire de Synthèse Organique, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis, 1060 Tunis, Tunisie

(Soumis en avril 2002, accepté en juillet 2002)

RESUME: La condensation de la guanidine, de l'aminobenzimidazole et du 5-amino-1,2,4-triazole sur les 2-dialkylaminométhylpropènenitriles constitue une nouvelle voie de synthèse originale et régiospécifique pour l'accès à des dihydropyrimidines, à des dihydropyrimidobenzimidazoles et à des dihydrotriazolopyrimidines.

Mots clés: dihydropyrimidines, dihydropyrimidobenzimidazoles, dihydrotriazolopyrimidines.

ABSTRACT: The condensation of guanidine, aminobenzimidazole and 5-amino-1,2,4-triazole with 2-dialkylaminomethylpropenenitriles constitute a highly regiospecific reaction and an original route for synthesis of new dihydropyrimidines, dihydropyrimidobenzimidazoles and dihydrotriazolopyrimidines.

Key-words: dihydropyrimidines, dihydropyrimidobenzimidazoles, dihydrotriazolopyrimidines.

I- INTRODUCTION

Des travaux récents menés dans notre laboratoire ont montré que les 2-dialkylaminométhylpropènenitriles ont un comportement biélectrophile 1,3. De ce fait, ils constituent des précurseurs d'une large gamme d'hétérocycles tels que les pyrazolopyrimidines[1], les pyrimidopyridazines[1] et les benzothiazépines[2].

Poursuivant nos investigations dans cet axe de recherche, nous décrivons à présent l'action de quelques réactifs binucléophiles 1,3 sur ces même substrats.

II- RESULTATS ET DISCUSSION

La structure des 2-dialkylaminométhylpropènenitriles **1**, qui présentent deux sites électrophiles, en l'occurrence le carbone du motif $\text{CH}_2=$ et la fonction nitrile, permet d'envisager une double attaque nucléophile donnant accès à des composés hétérocycliques azotés mono ou polynucléaires.

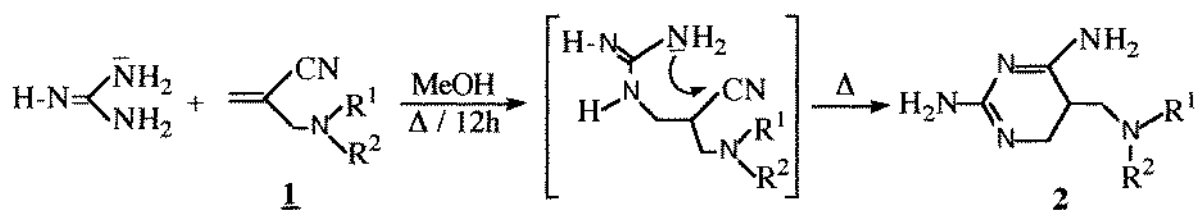
Nous avons choisis d'utiliser, comme réactifs binucléophiles, la guanidine, l'aminobenzimidazole et le 5-amino-1,2,4-triazole.

Ces réactions ont engendré une série de dérivés pyrimidiniques pouvant être doués d'activités biologiques intéressantes[3-5].

II-1- Action de la guanidine

L'action de la guanidine sur les acryliques **1**, réalisée à reflux de méthanol, conduit à une nouvelle série de 5-dialkylaminométhyl-2,4-diamino-6H-pyrimidines **2** avec de bons rendements. La première étape est une réaction d'addition sur la double liaison conduisant à un intermédiaire non isolable qui se cyclise en pyrimidine **2**. Dans tous les cas la réaction est régiosélective (Schéma 1).

Avant utilisation, la guanidine est d'abord libérée de son sel à l'aide d'une solution de méthanolate de sodium.



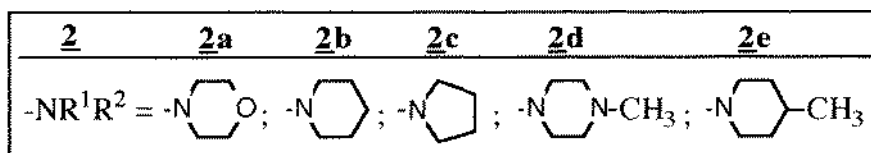


Schéma 1

Signalons que les composés du type 2 sont très recherchés en neurologie et peuvent éventuellement présenter une activité biologique. En effet, l'enchaînement guanidinique favorise la survie des neurones, leur croissance ainsi que la réparation du système nerveux central[6].

II-2- Action du 2-aminobenzimidazole

L'aminobenzimidazole a été largement exploité en synthèse hétérocyclique[7,8].

Théoriquement, sa réaction avec les 2-dialkylaminométhylpropènenitriles débute, soit par une attaque du motif NH_2 , soit par une attaque du groupement NH sur la double liaison activée de l'acrylique de départ pour conduire après cyclisation à deux pyrimidobenzimidazoles régioisomères 3 et 3'.

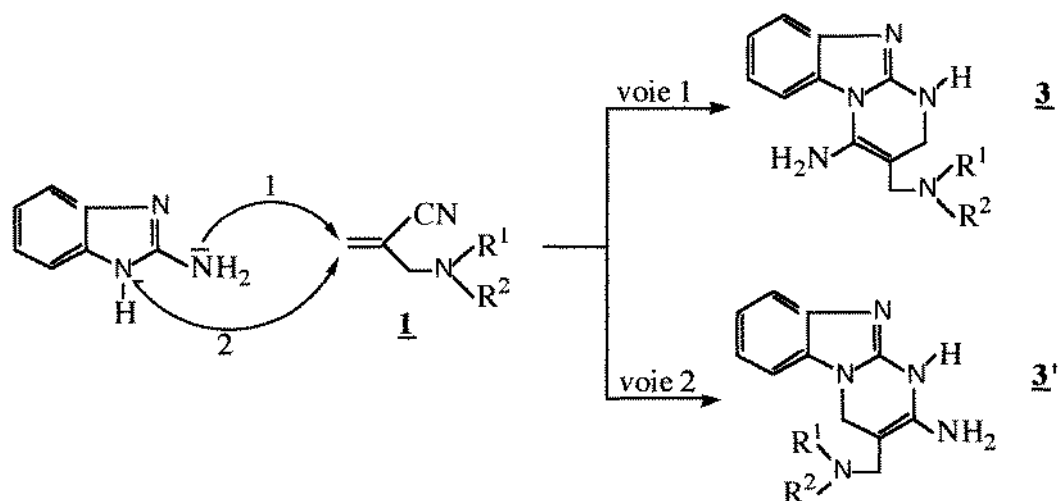
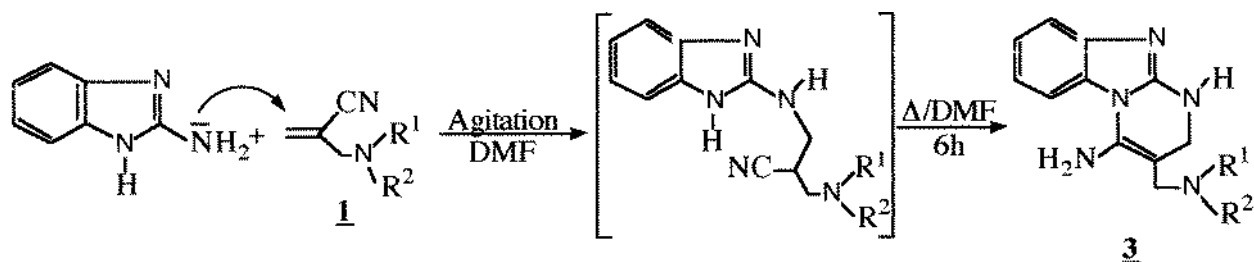


Schéma 2

Les résultats expérimentaux montrent qu'en présence d'un équivalent molaire d'aminobenzimidazole, les 2-dialkylaminométhylpropènenitriles fournissent sélectivement les pyrimido[1,2a]benzimidazoles 3 provenant d'une première attaque du motif NH_2 du benzimidazole sur la double liaison $\text{C}=\text{C}$ de l'acrylique 1, suivie d'une cyclisation intramoléculaire de l'intermédiaire réactionnel. La réaction est réalisée sous reflux de DMF et en présence d'une quantité catalytique d'acide acétique concentré (Schéma 3).

L'addition de ce catalyseur permet d'augmenter le rendement en pyrimidobenzimidazole et de réduire le temps de chauffage. Ceci peut être expliqué par la présence de l'effet inductomère créé au niveau de la fonction nitrile par le proton H^+ libéré par l'acide acétique dans le milieu. Cet effet a pour rôle d'augmenter considérablement la réactivité du nitrile et d'accélérer, par conséquent la réaction.

Le mécanisme réactionnel peut être représenté de la manière suivante:



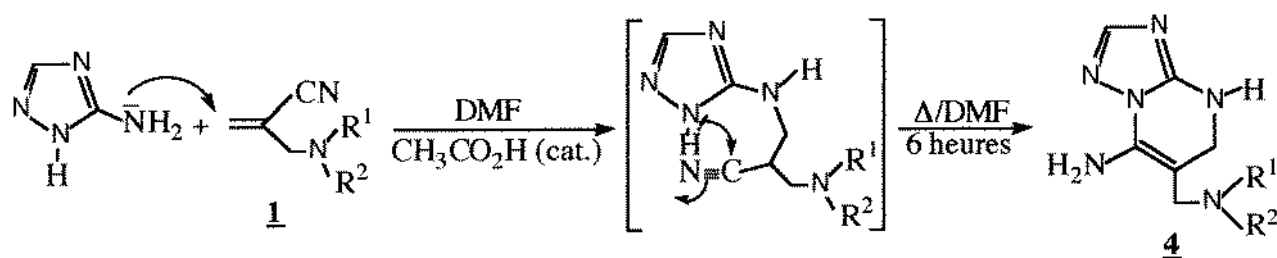
3	3a	3b	3c	3d	3e
-NR ¹ R ² = -N O; -N ; -N ; -N N-CH ₃ ; -N CH ₃					

Schéma 3

III-3- Action du 5-amino-1,2,4-triazole

Il nous a paru intéressant de poursuivre ce travail par l'étude du comportement des 2-dialkylaminométhylpropènenitriles vis-à-vis du 5-amino-1,2,4-triazole largement utilisé dans notre laboratoire[9,10].

Les résultats de cette étude montrent que dans les mêmes conditions opératoires que précédemment, la condensation d'un équivalent molaire de 2-dialkylaminométhylpropènenitrile avec un équivalent d'aminotriazole conduit sélectivement aux 7-amino-6-dialkylaminométhyl-4,5-dihydrotriazolo[1,5-a]pyrimidines **4** (Schéma 4).



4	4a	4b	4c	4d	4e
-NR ¹ R ² = -N O; -N ; -N ; -N N-CH ₃ ; -N CH ₃					

Schéma 4

III- ETUDE SPECTROSCOPIQUE

1- Spectroscopie Infrarouge

Les principales bandes caractéristiques observées en IR sont consignées dans la partie expérimentale.

On note en effet, la disparition de la bande d'absorption de la fonction nitrile et l'apparition d'une bande large vers 3340 cm^{-1} attribuable au motif NH_2 . La bande d'absorption relative au vibreur $\text{C}=\text{N}$ se situe, sur la plupart des spectres vers 1615 cm^{-1} . La bande de vibration de déformation du groupement NH_2 apparaît vers 1638 cm^{-1} .

2- Spectroscopie de RMN du ^1H

Les données relatives à la RMN du proton sont consignées dans la partie expérimentale.

L'examen des spectres de RMN du proton des diaminopyrimidines **2** révèle, entre autres, un

pic large vers 7,7 ppm correspondant aux protons mobiles des groupes $-NH_2$ échangeables par deutération et deux signaux vers 2,7 et 2,5 ppm relatifs aux protons des deux motifs $(N-CH_2-)$.

Les protons des groupements $-N(R^1)R^2$ gardent pratiquement leurs positions sur les spectres RMN du proton, avant et après, cyclisation.

Sur les spectres des pyrimidobenzimidazoles **3** et des triazolopyrimidines **4**, on observe l'apparition d'un signal à 3,5 ppm environ correspondant aux deux protons allyliques du cycle pyrimidinique.

Les deux autres protons allyliques adjacents au groupement $-N(R^1)R^2$ résonnent aux environs de 3,16 ppm.

Les protons des groupements dialkylamino ont pratiquement les mêmes déplacements chimiques que leurs homologues des produits de départ.

3- Spectroscopie de RMN du ^{13}C

Les données des spectres de RMN du ^{13}C sont en accord avec les résultats relevés sur les spectres de RMN du proton et permettent de confirmer les structures proposées. On note en particulier sur les spectres de RMN du ^{13}C des composés **2**, **3** et **4** la disparition de tout signal caractéristique du groupement nitrile qui devait sortir vers 118 ppm et l'apparition de deux autres signaux vers les champs faibles attribuables aux deux carbones doublement liés du cycle pyrimidinique. Les signaux relatifs aux carbones des groupements aminés se retrouvent dans la région des champs forts.

Les carbones des cycles aromatiques introduits par les différents azoles résonnent entre 110 et 165 ppm conformément aux données de la littérature [11].

Les déplacements chimiques de tous les carbones des composés **2**, **3** et **4** sont rassemblés respectivement dans les tableaux I, II et III.

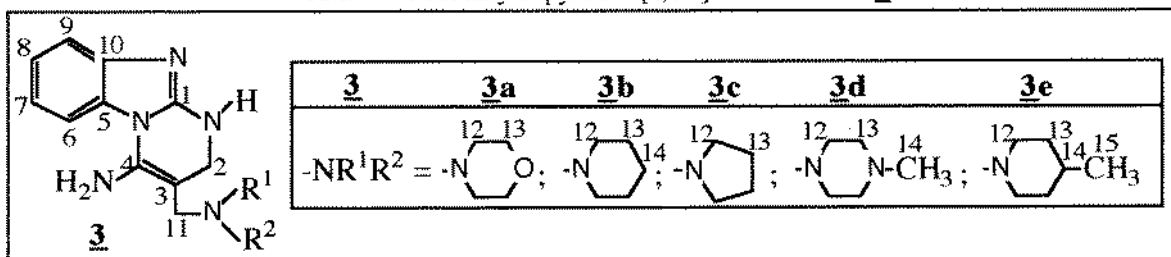
TABLEAU I
RMN ^{13}C des dihydropyrimidines **2**

2

2	2a	2b	2c	2d	2e
$-NR^1R^2 =$					
	2a	2b	2c	2d	2e
C_1	157,4	157,5	158,0	157,6	157,9
C_2	152,5	153,6	154,6	152,9	154,3
C_3	35,3	45,0	37,1	36,6	36,8
C_4	64,7	66,3	64,2	63,8	64,8
C_5	57,7	57,5	58,7	58,8	58,5
C_6	52,2	53,1	53,3	53,6	53,3
C_7	65,5	24,3	24,8	53,2	31,8
C_8	---	22,8	---	37,2	33,6
C_9	---	---	---	---	12,4

TABLEAU II

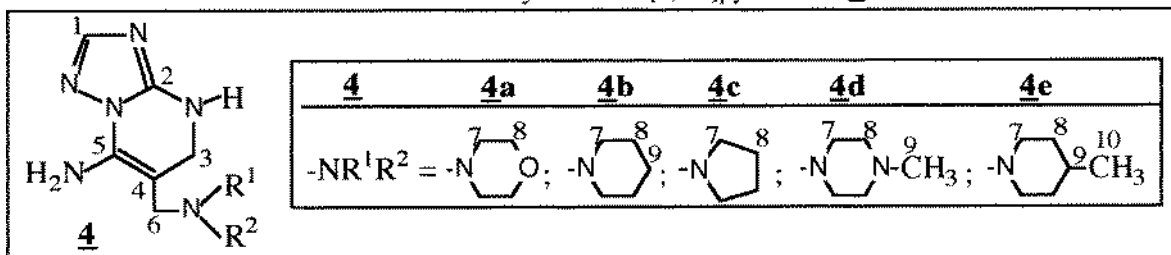
RMN ¹³C des dihydropyrimido[1,2-a]benzimidazoles 3



	<u>3a</u>	<u>3b</u>	<u>3c</u>	<u>3d</u>	<u>3e</u>
C ₁	155,5	155,2	156,2	154,3	155,3
C ₂	57,5	55,8	56,6	57,2	57,8
C ₃	138,0	138,0	138,2	138,1	138,0
C ₄	142,3	146,1	142,5	142,3	143,1
C ₅	133,4	135,2	132,1	133,3	132,6
C ₆	116,8	116,5	115,8	115,7	115,7
C ₇	120,3	121,8	122,6	122,4	122,3
C ₈	121,1	122,2	124,2	124,2	123,6
C ₉	111,8	111,4	112,1	111,5	112,4
C ₁₀	134,2	135,8	133,7	134,2	134,6
C ₁₁	56,4	53,5	53,8	56,8	56,3
C ₁₂	53,4	23,2	53,2	54,1	52,7
C ₁₃	66,2	23,4	21,6	55,2	23,1
C ₁₄	---	---	---	26,5	27,2
C ₁₅	---	---	---	---	15,6

TABLEAU III

RMN ¹³C des dihydrotriazolo[1,5-a]pyrimidines 4



	<u>4a</u>	<u>4b</u>	<u>4c</u>	<u>4d</u>	<u>4e</u>
C ₁	164,4	164,6	164,3	164,3	164,4
C ₂	167,8	165,5	167,3	166,4	168,1
C ₃	57,9	58,4	57,2	57,1	57,8
C ₄	143,9	144,1	143,8	143,7	143,9
C ₅	155,7	155,8	155,6	154,3	155,6
C ₆	56,6	57,2	56,4	56,4	54,0
C ₇	53,3	54,3	54,2	53,8	53,2
C ₈	66,4	37,2	43,7	52,7	30,4
C ₉	---	25,6	---	43,5	34,2
C ₁₀	---	---	---	---	22,0

IV- PARTIE EXPERIMENTALE

1- Appareillage

- Spectroscopie IR

Les spectres IR ont été réalisés (à des concentrations de l'ordre de 10^{-3} en solution) soit à l'état liquide en solution dans le chloroforme, soit à l'état solide en dispersion dans le KBr sur un spectromètre Perkin-Elmer Paragon 1000 PC dont la précision de mesure est de 4 cm^{-1} dans le domaine $4000 - 600\text{ cm}^{-1}$. Les nombres d'onde sont donnés en cm^{-1} .

- Spectroscopie de RMN

Les spectres de RMN du ^1H et du ^{13}C ont été enregistrés en solution dans le CDCl_3 et le $\text{DMSO-}d_6$ sur un spectrographe Bruker 300 MHz. Les déplacements chimiques sont donnés en ppm et comptés positivement vers les champs faibles par rapport au TMS pris comme référence interne. La multiplicité des signaux est indiquée par les abréviations suivantes: s: singulet, d: doublet, t: triplet, q: quadruplet, qp: quintuplet, dd: doublet dédoublé, m: multiplet.

- Points de fusion

Les points de fusion ont été déterminés par la méthode des capillaires avec un appareil Büchi. La pureté des produits ainsi que le déroulement des réactions ont été suivis par chromatographie sur couche mince.

2- Synthèse de 2-dialkylaminométhylpropènenitriles 1

Les substrats de départ 1 ont été préparés selon la méthode de la référence [12].

3- Synthèse des dihydropyrimidines 2

Le mode opératoire est général.

A une solution de 0,03 mole de guanidine dans 20 mL de méthanol initialement libérée de son sel à l'aide d'une solution de méthanolate de sodium (0,7g de sodium dans 25 mL de méthanol), on ajoute goutte à goutte et sous agitation 0,03 mole de 2-dialkylaminométhylpropènenitrile. A la fin de l'addition, on porte le mélange à reflux pendant 12 heures. Après refroidissement, on évapore le solvant. Le solide obtenu est filtré, lavé 3 fois avec 15 mL d'eau froide puis séché et recristallisé dans l'éthanol.

2a: Rdt = 83 % ; F = 189 °C ; IR: $\nu_{\text{NH}_2} = 3340$; $\delta_{\text{NH}_2} = 1662$; $\nu_{\text{C}=\text{N}} = 1616$. RMN ^1H : 7,77(2NH₂); 3,65(m, 4H, $-\text{CH}_2\text{-O-CH}_2-$); 3,50(m, 1H, $>\text{CH}-$); 2,64(d, 2H, J = 6,8Hz, N- CH_2-); 2,61(d, 2H, J = 6,8Hz, N- CH_2-); 2,51(m, 4H, $-\text{CH}_2\text{-N-CH}_2-$).

2b: Rdt = 85 % ; F = 190 °C ; IR: $\nu_{\text{NH}_2} = 3416$; $\delta_{\text{NH}_2} = 1666$; $\nu_{\text{C}=\text{N}} = 1613$. RMN ^1H : 7,47(2NH₂); 3,53(m, 1H, $>\text{CH}-$); 2,82(m, 2H, N- CH_2-); 2,51(d, 2H, J = 6,9Hz, N- CH_2-); 2,49(m, 4H, $-\text{CH}_2\text{-N-CH}_2-$); 1,47(m, 6H, $-\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2-$).

2c: Rdt = 87 % ; F = 163 °C ; IR: $\nu_{\text{NH}_2} = 3340$; $\delta_{\text{NH}_2} = 1662$; $\nu_{\text{C}=\text{N}} = 1616$. RMN ^1H : 7,44(NH₂); 3,42(m, 1H, $>\text{CH}-$); 2,70(m, 2H, N- CH_2-); 2,55(m, 2H, N- CH_2-); 2,43(m, 4H, $-\text{CH}_2\text{-N-CH}_2-$); 1,65(m, 4H, $-\text{CH}_2\text{-CH}_2-$).

2d: Rdt = 78 % ; F = 203 °C ; IR: $\nu_{\text{NH}_2} = 3339$; $\delta_{\text{NH}_2} = 1658$; $\nu_{\text{C}=\text{N}} = 1618$. RMN ^1H : 7,46(2NH₂); 3,62(m, 1H, $>\text{CH}-$); 2,69(m, 2H, N- CH_2-); 2,54(d, 2H, J = 6,5Hz, N- CH_2-); 2,30(m, 8H, 2($-\text{CH}_2\text{-N-CH}_2-$)); 2,11(s, 3H, CH_3-).

2e: Rdt = 80 % ; F = 192 °C ; IR: $\nu_{\text{NH}_2} = 3340$; $\delta_{\text{NH}_2} = 1660$; $\nu_{\text{C}=\text{N}} = 1615$. RMN ^1H : 7,48(2NH₂); 3,63(m, 1H, $>\text{CH}-$); 2,73(m, 2H, N- CH_2-); 2,52(m, 2H, N- CH_2-); 2,50(m, 4H, $-\text{CH}_2\text{-N-CH}_2-$); 2,14(m, 5H, $-\text{CH}_2\text{-CH-CH}_2-$); 0,87(d, 3H, J = 7,1Hz, $-\text{CH}_3$).

4- Synthèse des dihydropyrimido[1,2-b]benzimidazoles 3

Le mode opératoire est général.

A un mélange formé de 0,03 mole d'aminobenzimidazole, 0,03 mole de 2-

dialkylaminométhylpropènenitrile et 20 mL de diméthylformamide, on ajoute une quantité catalytique d'acide acétique. Le mélange réactionnel est porté à reflux et sous agitation pendant 6 heures. Après refroidissement, le solvant est évaporé et le résidu obtenu est filtré, lavé avec 20 mL d'eau froide puis séché et recristallisé dans l'éthanol.

3a: Rdt = 86 % ; F = 140 °C ; IR: ν_{NH} et ν_{NH_2} = 3150 - 3250; δ_{NH_2} = 1637; $\nu_{\text{C}=\text{N}}$ = 1617. RMN ^1H : 8,02(NH); 6,86 - 7,19(m, 4H, $\text{CH}_{\text{arom.}}$); 6,40(NH_2); 4,30(m, 4H, $-\text{CH}_2\text{-O-CH}_2-$); 3,74(m, 2H, N-CH_2-); 3,45(s, 2H, N-CH_2-); 2,39(m, 4H, $-\text{CH}_2\text{-N-CH}_2-$).

3b: Rdt = 83 % ; F = 152 °C ; IR: ν_{NH} et ν_{NH_2} = 3167 - 3235; δ_{NH_2} = 1638; $\nu_{\text{C}=\text{N}}$ = 1618. RMN ^1H : 8,12(NH); 6,95 - 7,45(m, 4H, $\text{CH}_{\text{arom.}}$); 6,34(NH_2); 3,67(m, 2H, N-CH_2-); 3,52(s, 2H, N-CH_2-); 2,51(m, 4H, $-\text{CH}_2\text{-N-CH}_2-$); 1,46(m, 6H, $-(\text{CH}_2)_3-$).

3c: Rdt = 83 % ; F = 152 °C ; IR: ν_{NH} et ν_{NH_2} = 3162 - 3283; δ_{NH_2} = 1638; $\nu_{\text{C}=\text{N}}$ = 1618. RMN ^1H : 8,03(NH); 6,90 - 7,21(m, 4H, $\text{CH}_{\text{arom.}}$); 6,25(NH_2); 3,68(m, 2H, N-CH_2-); 3,34(s, 2H, N-CH_2-); 2,50(m, 4H, $-\text{CH}_2\text{-N-CH}_2-$); 1,38(m, 4H, $-\text{CH}_2\text{-CH}_2-$).

3d: Rdt = 79 % ; F = 146 °C ; IR: ν_{NH} et ν_{NH_2} = 3160 - 3253; δ_{NH_2} = 1637; $\nu_{\text{C}=\text{N}}$ = 1619. RMN ^1H : 7,83(NH); 6,92 - 7,20(m, 4H, $\text{CH}_{\text{arom.}}$); 6,18(NH_2); 3,63(m, 2H, N-CH_2-); 3,42(s, 2H, N-CH_2-); 2,48(m, 8H, $-\text{CH}_2\text{-N-CH}_2-$); 1,87(s, 3H, $-\text{CH}_3$).

3e: Rdt = 82 % ; F = 162 °C ; IR: ν_{NH} et ν_{NH_2} = 3168 - 3256; δ_{NH_2} = 1638; $\nu_{\text{C}=\text{N}}$ = 1618. RMN ^1H : 8,08(NH); 6,82 - 7,35(m, 4H, $\text{CH}_{\text{arom.}}$); 6,32(NH_2); 3,62(m, 2H, N-CH_2-); 3,32(s, 2H, N-CH_2-); 2,51(m, 4H, $-\text{CH}_2\text{-N-CH}_2-$); 1,12 - 1,52(m, 5H, $-\text{CH}_2\text{-CH-CH}_2-$); 0,87(d, 3H, J = 6,9Hz, $-\text{CH}_3$).

5- Synthèse des dihydrotriazolo[1,5-a]pyrimidines **4**

Le mode opératoire est général.

A un mélange formé de 0,03 mole de 5-amino-1,2,4-triazole, 0,03 mole de 2-dialkylaminométhylpropènenitrile et 20 mL de diméthylformamide, on ajoute une quantité catalytique d'acide acétique. Le mélange réactionnel est porté à reflux et sous agitation pendant 6 heures. Après refroidissement, le solvant est évaporé et le résidu obtenu est filtré, lavé avec 20 mL d'eau froide puis séché et recristallisé dans l'éthanol.

4a: Rdt = 72 % ; F = 112 °C ; IR: ν_{NH} et ν_{NH_2} = 3215 - 3332; δ_{NH_2} = 1615; $\nu_{\text{C}=\text{N}}$ = 11560. RMN ^1H : 8,22(NH); 7,62(m, 1H, $\text{CH}_{\text{arom.}}$); 6,49(NH_2); 3,90(m, 4H, $-\text{CH}_2\text{-O-CH}_2-$); 3,59(s, 2H, N-CH_2-); 3,22(s, 2H, N-CH_2-); 2,45(m, 4H, $-\text{CH}_2\text{-N-CH}_2-$).

4b: Rdt = 83 % ; F = 123 °C ; IR: ν_{NH} et ν_{NH_2} = 3220 - 3310; δ_{NH_2} = 1638; $\nu_{\text{C}=\text{N}}$ = 1618. RMN ^1H : 8,16(NH); 7,59(m, 1H, $\text{CH}_{\text{arom.}}$); 6,45(NH_2); 3,40(s, 2H, N-CH_2-); 3,23(s, 2H, N-CH_2-); 2,56(m, 4H, $-\text{CH}_2\text{-N-CH}_2-$); 1,48(m, 6H, $-(\text{CH}_2)_3-$).

4c: Rdt = 72 % ; F = 120 °C ; IR: ν_{NH} et ν_{NH_2} = 3215 - 3340; δ_{NH_2} = 1623; $\nu_{\text{C}=\text{N}}$ = 1601. RMN ^1H : 8,21(NH); 7,58(m, 1H, $\text{CH}_{\text{arom.}}$); 6,42(NH_2); 3,48(s, 2H, N-CH_2-); 3,16(s, 2H, N-CH_2-); 2,48(m, 4H, $-\text{CH}_2\text{-N-CH}_2-$); 1,68(m, 4H, $-\text{CH}_2\text{-CH}_2-$).

4d: Rdt = 74 % ; F = 132 °C ; IR: ν_{NH} et ν_{NH_2} = 3270 - 3350; δ_{NH_2} = 1615; $\nu_{\text{C}=\text{N}}$ = 1555. RMN ^1H : 8,18(NH); 7,61(m, 1H, $\text{CH}_{\text{arom.}}$); 6,53(NH_2); 3,51(s, 2H, N-CH_2-); 3,24(s, 2H, N-CH_2-); 2,52(m, 8H, $-\text{CH}_2\text{-N-CH}_2-$); 2,16(s, 3H, $-\text{CH}_3$).

4e: Rdt = 68 % ; F = 118 °C ; IR: ν_{NH} et ν_{NH_2} = 3260 - 3350; δ_{NH_2} = 1616; $\nu_{\text{C}=\text{N}}$ = 1556. RMN ^1H : 8,22(NH); 7,63(m, 1H, $\text{CH}_{\text{arom.}}$); 6,46(NH_2); 3,66(s, 2H, N-CH_2-); 3,42(s, 2H, N-CH_2-); 2,50(m, 4H, $-\text{CH}_2\text{-N-CH}_2-$); 1,56(m, 5H, $-\text{CH}_2\text{-CH-CH}_2-$); 0,87(d, 3H, $-\text{CH}_3$).

BIBLIOGRAPHIE

- [1] F. Yaccoubi, M. L. El Efrif et H. Zantour, *J. Soc. Chim. Tunisie* **2000**, 4(7), 639.
- [2] F. Yaccoubi, M. L. El Efrif et H. Zantour, *Phosphorus, Sulfur and Silicon* . Accepté le 24 Avril **2000** (sous presse).
- [3] W. Ried et S. Aboul-Fetouh, *Tetrahedron* **1988**, 44, 7155.
- [4] S. A. Petrich, Z. Qian, L. M. Santiago, J. T. Gupton et J. A. Sikorski, *Tetrahedron* **1994**, 50, 12113.
- [5] E. I. Al-Afaleq, *Synth. commun.* **2000**, 30(11), 1985.
- [6] C. Guillou, *ICSN, Gif-sur-yvette- Actualité Chimique*, mai **2000**, p. 16.
- [7] A. M. Sinonou et U. A. Anisimoua, *Khim. Geterotsiki Soedin* **1979**, p. 867.
- [8] A. Rosto et S. Sharma, *Synthesis* **1982**, p. 861.
- [9] M. T. Kaddachi, B. Hajjem et B. Baccar, *J. Soc. Chim. Tunisie* **1988**, 2(7), 17.
- [10] A. Harizi, B. Hajjem, H. Zantour et B. Baccar, *J. Soc. Chim. Tunisie* **1995**, 3(10), 683.
- [11] E. Pretsch, T. Clerc, J. Seibl and W. Simon, *Tables of Spectral Data for Structure and Determination of Organic Compounds: ¹³C NMR, ¹H NMR, IR, MS UV/VIS*. Springer Verlag, Berlin **1972**.
- [12] F. Yaccoubi, M. L. El Efrif et H. Zantour, *J. Soc. Chim. Tunisie* **2000**, 4(7), 631.