

SYNTHÈSE DES BIS-1,3,4-TRIAZINOALCANES ET DES BIS-1,3,4-TRIAZOLOALCANES À PARTIR DES BIS-AMIDRAZONES

Salwa HAMZAOU, Mohamed KOSENTINI*

Laboratoire de Chimie Appliquée : Hétérocycles, Corps Gras et Polymères
Faculté des Sciences de Sfax, Université de Sfax, 3018 Sfax, Tunisie.

(Reçu le 08 Juin 2012, accepté le 18 Septembre 2012)

RESUME : Une nouvelle série de bis-1,3,4-triazinoalcanes **2** et de bis-1,3,4-triazoloalcanes **3** a été synthétisée par condensation de dichlorure d'oxalyle et de disulfure de carbone sur les bis-amidrazones **1**. L'identification des structures de tous les produits préparés a été faite par spectroscopie IR et de RMN (^1H et ^{13}C).

Mots Clés : bis-1,3,4-triazinoalcanes, bis-1,3,4-triazoloalcanes, bis-amidrazones, dichlorure d'oxalyle, disulfure de carbone.

ABSTRACT: The reaction of bis-amidrazones **1** with oxalyl dichloride and carbone disulfide provides respectively a convenient access to the new bis-1,3,4-triazinoalcanes **2** and bis-1,3,4-triazoloalcanes **3**. The structure of all obtained products is confirmed by NMR (^1H , ^{13}C) and IR spectroscopy.

Key words: bis-1,3,4-triazinoalcanes, bis-1,3,4-triazoloalcanes, bis-amidrazones, oxalyle dichloride, carbone disulfide.

INTRODUCTION

Les molécules contenant des structures hétérocycliques présentent souvent des propriétés biologiques intéressantes [1-5]. Les dérivés triazoliques et triaziniques appartiennent à ces molécules et présentent d'importantes propriétés antifongiques, anti-inflammatoires et antimycobactériennes [6-8]. Des études plus récentes montrent l'intérêt que portent les chimistes pour la synthèse des composés bis-hétérocycliques vu la place importante qu'ils occupent aussi bien dans le domaine médical que pharmacologique [9-12]. Les bis-triazines et les bis-triazolethiones font partie de ces molécules et présentent d'intéressantes propriétés antioxydantes, anti-infectieuses et anti-tumorales [13-15]. Dans le cadre de nos travaux de recherche sur la synthèse des composés bis-hétérocycliques [16], nous nous sommes intéressés à la synthèse de nouveaux bis-triazinoalcanes et bis-triazoloalcanes par condensation des bis-amidrazones sur, respectivement, le dichlorure d'oxalyle et le disulfure de carbone.

RESULTAT ET DISCUSSION

1-Action de dichlorure d'oxalyle sur les bis-amidrazones

Les bis-amidrazones **1** [16] possèdent des centres nucléophiles dont ceux en position 1,4 et 1',4' sont les plus réactifs. En effet, elles sont facilement converties en bis-1,3,4-triazinoalcanes par condensation avec le dichlorure d'oxalyle (Figure 1).

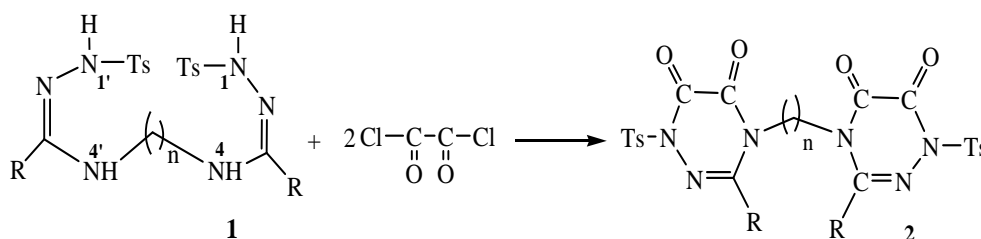


Figure -1

* Correspondant, email : med_kossentini@yahoo.fr

La condensation des bis-amidrazones **1** sur le dichlorure d'oxalyle dans le dichlorométhane en présence de quatre quantités équivalentes molaires de pyridine anhydre conduit exclusivement aux bis(2-alkyl-4-tosyl-1,3,4-triazin-5,6-dionyl)alkanes **2**. Le temps de réaction, suivi par chromatographie sur couche mince (C.C.M), est environ 48 heures. Le bilan réactionnel résulte de quatre attaques nucléophiles des motifs NH sur les groupes carbonyles (C=O) avec départ de quatre moles de chlorure d'hydrogène (Figure 2).

Les bis-1,3,4-triazinoalcanes **2a-f** sont obtenus avec des rendements qui atteignent (65%) et se présentent sous forme de solides blancs purifiés par chromatographie sur colonne de silice. Nous remarquons qu'un temps excessif n'a pas d'influence sur le rendement de la réaction.

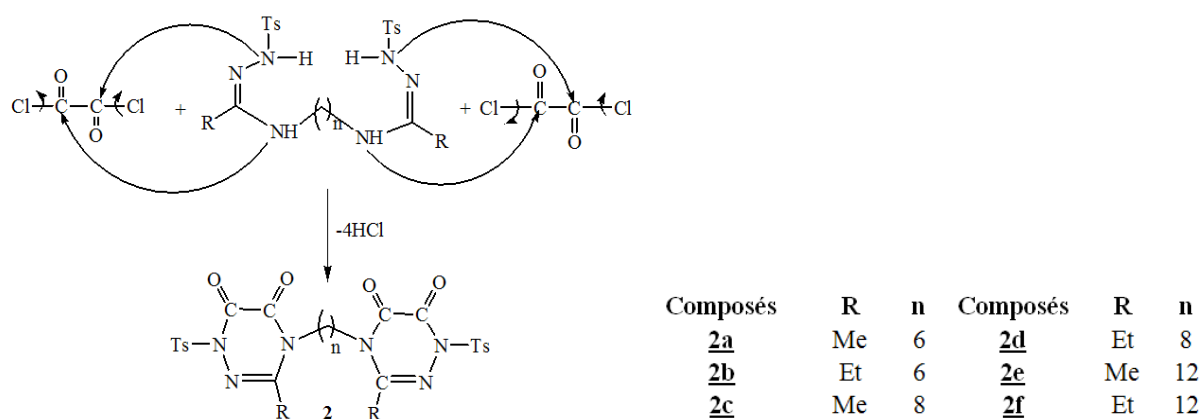


Figure 2 : Synthèse des bis-1,3,4-triazinoalcanes **2**

Les produits ainsi synthétisés sont identifiés par les techniques spectroscopiques usuelles. Les analyses des spectres IR, RMN (^1H , ^{13}C) sont en accord avec les structures proposées **2a-f**. Sur le spectre IR on note la disparition de toute bande relative au groupe NH dans l'intervalle $3000\text{-}3400\text{ cm}^{-1}$ du réactif de départ (bis-amidrazones) et l'appariation de nouvelles bandes caractéristiques des groupes carbonyle relatives aux vibrateurs (C=O) dans la région $1700\text{-}1750\text{ cm}^{-1}$ des produits **2**. Sur les spectres RMN du ^1H on note essentiellement la disparition de tous les signaux relatifs aux protons mobiles portés par les azotes du produit de départ. En RMN du ^{13}C , nous remarquons l'existence de deux nouveaux signaux compris entre 150 et 155 ppm relatifs aux deux fonctions carbonyles du cycle triazinique, et un glissement du signal du carbone du groupement C=N de 20 ppm par rapport aux bis-amidrazones **1**.

2- Action de disulfure de carbone sur les bis-amidrazones

Nous nous intéressons, dans cette partie, à la condensation des bis-amidrazones **1** avec le disulfure de carbone. Ce dernier agit en tant que réactif électrophile permettant la synthèse des nouveaux composés hétérocycliques azotés à cinq chaînons (Figure 3).

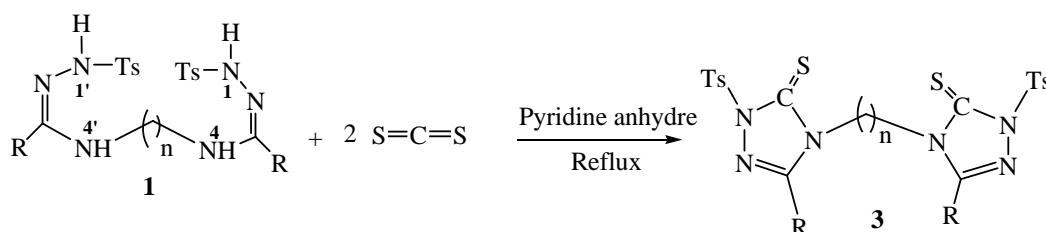


Figure 3-

Les bis-1,3,4-triazoloalcanes **3a-f** ainsi obtenus, sont purifiés par recristallisation dans l'éthanol absolu et ils sont décrits pour la première fois. Le mécanisme généralement admis pour cette réaction d'hétérocyclisation (Figure 4), est celui qui met en évidence l'attaque de quatre centres nucléophiles des bis-amidrazones **1** en position 1,4 et 1',4' sur le carbone des disulfures de carbone. Après déshydrosulfuration ($-H_2S$) on a pu aboutir aux bis (5-alkyl-3-tosyl-1,3,4-triazole-2-thionyl)alkanes **3**.

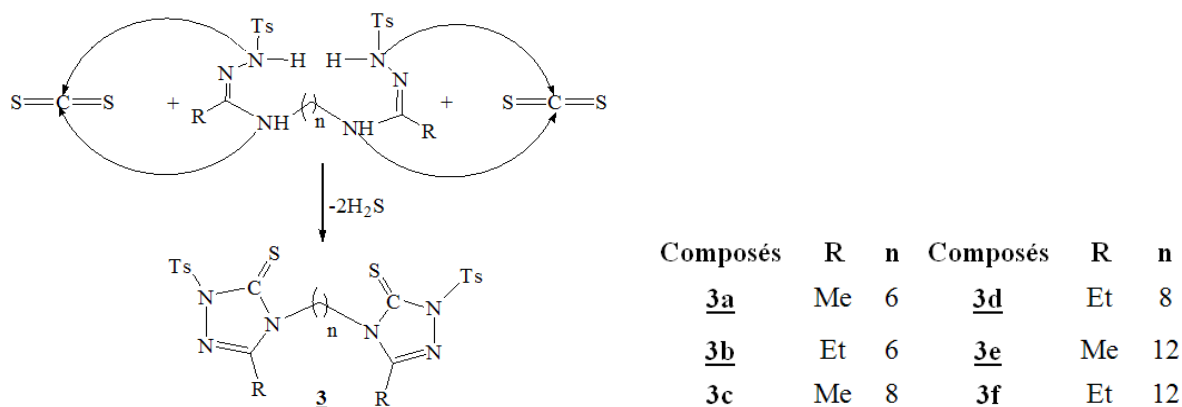


Figure 4 : Synthèse des bis-1,3,4-triazoloalcanes **3**

Ces nouveaux produits formés sont stables et sont facilement identifiables par les techniques spectroscopiques. Le passage des bis-amidrazones **1** aux bis-1,3,4-triazoloalcanes **3** se traduit sur les spectres IR par l'apparition des nouvelles bandes d'absorption relatives aux vibreurs C=S qui apparaissent vers 1180 cm^{-1} , et par une bande C=N qui apparaît vers 1590 cm^{-1} . En particulier, on remarque en RMN du proton l'absence des signaux de tous les pics relatifs aux protons portés par les azotes du réactif de départ. Les spectres RMN du ^{13}C de ces composés sont caractérisés, entre autre, par l'apparition d'un signal vers 169 ppm qui correspond au carbone de la fonction C=S. Quant au carbone du groupement C=N, il apparaît vers 160 ppm. Ces résultats sont en accord avec les structures proposées et sont conformes aux données de la littérature [17-18].

CONCLUSION

Nos études indiquent que la condensation de dichlorure d'oxalyle et de disulfure de carbone sur les bis-amidrazones **1** permet de conduire à la formation de deux nouvelles familles de composés bis-hétérocycliques identifiées l'une aux bis-1,3,4-triazinoalcanes **2** et l'autre aux bis-1,3,4-triazoloalcanes **3**. Nous espérons que ces composés ainsi synthétisés pour la première fois, peuvent avoir des activités biologiques intéressantes.

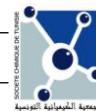
REMERCIEMENTS

Nous remercions vivement Monsieur Mansour Salem, Professeur émérite à la Faculté des Sciences de Sfax pour son aide et le Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique pour le financement des travaux.

PARTIE EXPERIMENTALE

1- Appareillage

Les spectres IR ont été enregistrés à l'aide d'un appareil PERKIN Elmer100. Les spectres RMN du ^1H et du ^{13}C ont été enregistrés dans CDCl_3 sur un appareil BRUCKER AC à transformée de fourrier ayant pour fréquence nominale 300 MHz. Les déplacements chimiques, exprimés en ppm sont comptés positivement à champ faible par rapport au TMS comme référence interne. Les constantes de couplages sont exprimées en Hz. Les multiplicités des signaux sont indiquées par des abréviations suivantes : s : singulet, d : doublet, t : triplet, q : quadruplet, m : multiplet.



Les points de fusion ont été déterminés avec incertitude de $\pm 2^\circ \text{C}$ à l'aide d'un BANC KOFLER. La pureté des produits est vérifiée par chromatographie sur couche mince de gel de silice et par chromatographie sur colonne.

Les bis-amidrazones **1** ont été préparés suivant un mode opératoire décrit dans la littérature [16].

2- Modes opératoires

2-1-Synthèse des bis(2-alkyl-4-tosyl-1,3,4-triazin-5,6-dionyl)alkanes **2 a-f**

On introduit dans un Erlenmeyer de 100 mL, muni d'une ampoule à brome et d'un agitateur magnétique (0,01) mole des bis-amidrazones tosylés **1** dissout dans 20 mL de chloroforme et (0,04) moles de pyridine anhydre. On ajoute goutte à goutte (0,02) moles de dichlorure d'oxalyle dissout dans 15 mL de chloroforme. Le mélange réactionnel est agité par la suite à la température ambiante pendant 48 heures, L'évolution de la réaction est suivie par chromatographie sur couche mince (C.C.M), (éluant : chloroforme/éthanol 95/5). En fin de réaction, les bis-1,3,4-triazinoalcanes **2a-f** sont isolées après trois fois extraction par addition de (3 x 20 mL) d'eau. On sèche les traces d'eaux par l'addition d'un desséchant puis en évapore le solvant. Le résidu obtenu est ensuite purifié par chromatographie sur colonne de silice, élué par un mélange (chloroforme / éthanol 80:20 v/v).

1,6-bis(2-méthyl-4-tosyl-1,3,4-triazin-5,6-dionyl)hexane **2a**

Rdt= 52%; PF= 198 °C; IR (cm^{-1}): $\nu_{\text{C=N}}$: 1627, $\nu_{\text{C=O}}$: 1722; RMN ^1H (300 MHz, CDCl_3): δ (ppm): 1,30 (m, 4H), 1,67 (m, 4H), 2,38 (s, 6H), 2,41 (s, 6H), 3,61 (t, 4H, J=7,8 Hz), 7,37 (d, 4H, J= 7,9 Hz), 7,89 (d, 4H, J= 7,9 Hz); RMN ^{13}C (75 MHz, CDCl_3): δ (ppm): (155,1, C=O), (153,7, C=O), (146,6, 2C=N), C_{arom} (128,1-143,8), (42,8, 2 $\underline{\text{CH}}_2\text{-N}$), (28,7, 2 $\underline{\text{CH}}_2$), (26,7, 2 $\underline{\text{CH}}_2$), (21,7, 2 $\underline{\text{CH}}_3$ (Ts)), (15,0, 2 $\underline{\text{CH}}_3$).

1,6-bis(2-éthyl-4-tosyl-1,3,4-triazin-5,6-dionyl)hexane **2b**

Rdt = 55%; PF= 218 °C; IR (cm^{-1}): $\nu_{\text{C=N}}$: 1624, $\nu_{\text{C=O}}$: 1724; RMN ^1H (300 MHz, CDCl_3): δ (ppm): 1,15 (m, 8H), 1,62 (m, 4H), 2,39 (s, 6H), 2,74 (m, 4H), 3,52 (t, 4H, J= 7,9 Hz), 7,25 (d, 4H, J= 8,1 Hz), 8,06 (d, 4H, J= 8,1 Hz); RMN ^{13}C (75 MHz, CDCl_3): δ (ppm): (154,9, C=O), (150,8, C=O), (146,1, 2C=N), C_{arom} (125,4-143,3), (44,4, 2 $\underline{\text{CH}}_2\text{-N}$), (29,8, 2 $\underline{\text{CH}}_2$), (27,4, 2 $\underline{\text{CH}}_2$), (21,2, 2 $\underline{\text{CH}}_3$ (Ts)), (19,1, 2 $\underline{\text{CH}}_2\text{-CH}_3$), (13,6, 2 $\underline{\text{CH}}_3\text{-CH}_2$).

1,8-bis(2-méthyl-4-tosyl-1,3,4-triazin-5,6-dionyl)octane **2c**

Rdt= 58%; PF= 180 °C; IR (cm^{-1}): $\nu_{\text{C=N}}$: 1625, $\nu_{\text{C=O}}$: 1723; RMN ^1H (300 MHz, CDCl_3): δ (ppm): 1,36 (m, 4H), 1,60 (m, 8H), 2,41 (s, 6H), 2,45 (s, 6H), 3,76 (t, 4H, J= 7,6 Hz), 7,36 (d, 4H, J= 7,2 Hz), 8,04 (d, 4H, J= 7,2 Hz); RMN ^{13}C (75 MHz, CDCl_3): δ (ppm): (154,8, C=O), (150,5, C=O), (146,7, 2C=N), C_{arom} (128,2-141,3), (45,3, 2 $\underline{\text{CH}}_2\text{-N}$), (29,7, 2 $\underline{\text{CH}}_2$), (28,6, 2 $\underline{\text{CH}}_2$), (26,0, 2 $\underline{\text{CH}}_2$), (21,8, 2 $\underline{\text{CH}}_3$ (Ts)), (19,6, 2 $\underline{\text{CH}}_3$).

1,8-bis(2-éthyl-4-tosyl-1,3,4-triazin-5,6-dionyl)octane **2d**

Rdt= 50%; PF= 176 °C; IR (cm^{-1}): $\nu_{\text{C=N}}$: 1624, $\nu_{\text{C=O}}$: 1726; RMN ^1H (300 MHz, CDCl_3): δ (ppm): 1,25-1,30 (m, 14H), 1,57 (m, 4H), 2,43 (s, 6H), 2,72 (q, 4H, J= 7,20 Hz), 3,76 (t, 4H, J= 7,4 Hz), 7,40 (d, 4H, J=8,1 Hz), 8,01 (d, 4H, J= 8,1 Hz); RMN ^{13}C (75 MHz, CDCl_3): δ (ppm): (155,0, C=O), (150,5, C=O), (146,7, 2C=N), C_{arom} (125,2-144,4), (44,3, 2 $\underline{\text{CH}}_2\text{-N}$), (30,5, 2 $\underline{\text{CH}}_2$), (29,7, 2 $\underline{\text{CH}}_2$), (28,2, 2 $\underline{\text{CH}}_2$), (21,9, 2 $\underline{\text{CH}}_3$ (Ts)), (18,4, 2 $\underline{\text{CH}}_2\text{-CH}_3$), (10,5, 2 $\underline{\text{CH}}_3\text{-CH}_2$).

1,12-bis(2-méthyl-4-tosyl-1,3,4-triazin-5,6-dionyl)dodécane **2e**

Rdt= 60%; PF= 146 °C; IR (cm^{-1}): $\nu_{\text{C=N}}$: 1625, $\nu_{\text{C=O}}$: 1729; RMN ^1H (300 MHz, CDCl_3): δ (ppm): 1,28 (m, 16H), 1,61 (m, 4H), 2,41 (s, 6H), 2,44 (s, 6H), 3,75 (t, 4H, J=7,6 Hz), 7,35 (d, 4H, J= 7,8 Hz), 8,04 (d, 4H, J= 7,8 Hz); RMN ^{13}C (75 MHz, CDCl_3): δ (ppm): (154,8, C=O), (150,5, C=O), (146,7, 2C=N), C_{arom} (125,9-141,4), (45,5, 2 $\underline{\text{CH}}_2\text{-N}$), (29,7, 2 $\underline{\text{CH}}_2$), (29,3, 2 $\underline{\text{CH}}_2$), (29,2, 2 $\underline{\text{CH}}_2$), (28,9, 2 $\underline{\text{CH}}_2$), (28,1, 2 $\underline{\text{CH}}_2$), (21,8, 2 $\underline{\text{CH}}_3$ (Ts)), (19,6, 2 $\underline{\text{CH}}_3$).

1,12-bis(2-éthyl-4-tosyl-1,3,4-triazin-5,6-dionyl)dodécane **2f**

Rdt= 65%; PF= 150 °C; IR (cm^{-1}): $\nu_{\text{C=N}}$: 1628, $\nu_{\text{C=O}}$: 1727; RMN ^1H (300 MHz, CDCl_3): δ (ppm): 1,16-1,53 (m, 22H), 2,40 (m, 6H), 2,59 (m, 4H), 3,01 (m, 4H), 3,62 (t, 4H, J= 7,5 Hz), 7,31 (d, 4H, J= 7,2 Hz),

8,01 (d, 4H, J=7,2 Hz); RMN ^{13}C (75 MHz, CDCl_3): δ (ppm): (155,0, C=O), (150,6, C=O), (146,7, 2C=N), C_{arom} (128,2-144,5), (44,4, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-N}$), (29,6, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_2$), (29,3, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_2$), (29,2, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_2$), (28,1, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_2$), (26,7, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_2$), (21,8, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_3$ (Ts)), (18,2, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-CH}_3$), (10,5, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_3\text{-CH}_2$).

2-2 -Synthèse des bis (5-alkyl-3-tosyl-1,3,4-triazole-2-thionyl)alkanes **3a-f**

Un mélange de bis-amidrazone **1** (0,01 mole), de sulfure de carbone (0,02 mole) et de 20 mL de pyridine anhydre est porté à reflux sous agitation magnétique pendant 24 heures (Contrôlée par C.C.M). On refroidit le mélange réactionnel. Le filtrat est ensuite concentré sous vide. On ajoute au résidu obtenu 20 à 30 mL d'éther, le précipité formé est lavé plusieurs fois à l'éther puis recristallisé dans l'éthanol absolu.

1,6-bis(5-méthyl-3-tosyl-1,3,4-triazole-2-thionyl)hexane **3a**

Rdt= 50%; PF= 180 °C; IR (cm^{-1}): $\nu_{\text{C=N}}$: 1591, $\nu_{\text{C=S}}$: 1186; RMN ^1H (300 MHz, CDCl_3): δ (ppm): 1,35 (m, 4H), 1,82 (m, 4H), 2,36 (s, 6H), 2,44 (s, 6H), 3,82 (t, 4H, J= 7,2 Hz), 7,36 (d, 4H, J= 7,8 Hz), 8,10 (d, 4H, J= 7,8 Hz); RMN ^{13}C (75 MHz, CDCl_3): δ (ppm): (168,5, 2C=S), (149,1, 2C=N), C_{arom} (127,1-146,5), (44,3, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-N}$), (31,6, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_2$), (30,2, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_2$), (21,9, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_3$ (Ts)), (11,7, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_3$).

1,6-bis(5-éthyl-3-tosyl-1,3,4-triazole-2-thionyl)hexane **3b**

Rdt= 58%; PF= 176 °C; IR (cm^{-1}): $\nu_{\text{C=N}}$: 1598, $\nu_{\text{C=S}}$: 1177; RMN ^1H (300 MHz, CDCl_3): δ (ppm): 0,83 (t, 6H, J= 6,9 Hz), 1,18 (m, 4H), 1,62 (m, 4H), 2,42 (s, 6H), 3,2 (m, 4H), 3,46 (t, 4H, J= 7,1 Hz), 7,30 (d, 4H, J= 7,5 Hz), 7,85 (d, 4H, J= 7,5 Hz); RMN ^{13}C (75 MHz, CDCl_3): δ (ppm): (168,5, 2C=S), (148,5, 2C=N), C_{arom} (126,4-144,2), (45,6, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{N}$), (30,2, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_2$), (28,7, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_2$), (21,7, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_3$ (Ts)), (20,9, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-CH}_3$), (13,1, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_3\text{-CH}_2$).

1,8-bis(5-méthyl-3-tosyl-1,3,4-triazole-2-thionyl)octane **3c**

Rdt= 56%; PF= 164 °C; IR (cm^{-1}): $\nu_{\text{C=N}}$: 1597, $\nu_{\text{C=S}}$: 1176; RMN ^1H (300 MHz, CDCl_3): δ (ppm): 0,81 (m, 8H), 1,57 (m, 4H), 2,29 (s, 6H), 2,37 (s, 6H), 3,72 (t, 4H, J= 7,2 Hz), 7,27 (d, 4H, J= 7,8 Hz), 8,04 (d, 4H, J= 7,8 Hz); RMN ^{13}C (75 MHz, CDCl_3): δ (ppm): (167,4, 2C=S), (148,1, 2C=N), C_{arom} (129,3-145,4), (43,5, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{N}$), (31,9, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_2$), (29,7, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_2$), (27,6, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_2$), (21,7, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_3$ (Ts)), (10,7, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_3$).

1,8-bis(5-éthyl-3-tosyl-1,3,4-triazole-2-thionyl)octane **3d**

Rdt= 53%; PF= 152 °C; IR (cm^{-1}): $\nu_{\text{C=N}}$: 1592, $\nu_{\text{C=S}}$: 1191; RMN ^1H (300 MHz, CDCl_3): δ (ppm): 1,10-1,47 (m, 16H), 1,85 (m, 4H), 2,35 (m, 4H), 2,45 (s, 6H), 3,34 (t, 4H, J= 7,5 Hz), 7,25 (d, 4H, J= 8,1 Hz), 7,89 (d, 4H, J= 8,1 Hz); RMN ^{13}C (75 MHz, CDCl_3): δ (ppm): (168,2, 2C=S), (149,1, 2C=N), C_{arom} (127,0-142,2), (41,7, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-N}$), (29,3, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_2$), (28,7, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_2$), (26,6, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_2$), (21,7, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_3$ (Ts)), (19,3, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_3\text{-CH}_2$), (11,2, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-CH}_3$).

1,12-bis(5-méthyl-3-tosyl-1,3,4-triazole-2-thionyl)dodécane **3e**

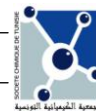
Rdt= 48%; PF= 126 °C; IR (cm^{-1}): $\nu_{\text{C=N}}$: 1591, $\nu_{\text{C=S}}$: 1170; RMN ^1H (300 MHz, CDCl_3): δ (ppm): 1,29 (m, 8H), 1,65 (m, 12H), 2,37 (s, 6H), 2,51 (s, 6H), 3,83 (t, 4H, J= 7,5 Hz), 7,36 (d, 4H, J= 7,8 Hz), 8,11 (d, 4H, J= 7,8 Hz); RMN ^{13}C (75 MHz, CDCl_3): δ (ppm): (168,5, 2C=S), (149,2, 2C=N), C_{arom} (129,3-145,8), (44,3, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-N}$), (29,4, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_2$), (28,9, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_2$), (28,2, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_2$), (27,5, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_2$), (26,6, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_2$), (21,8, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_3$ (Ts)), (12,4, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_3$).

1,12-bis(5-éthyl-3-tosyl-1,3,4-triazol-2-thionyl)dodécane **3f**

Rdt= 60%; PF= 130 °C; IR (cm^{-1}): $\nu_{\text{C=N}}$: 1592, $\nu_{\text{C=S}}$: 1178; RMN ^1H (300 MHz, CDCl_3): δ (ppm): 1,15 (m, 14H), 1,25 (m, 4H), 1,65 (m, 4H), 2,30 (s, 6H), 2,75 (m, 8H), 3,32 (t, 4H, J= 6,9 Hz), 7,42 (d, 4H, J= 7,5 Hz), 8,10 (d, 4H, J= 7,5 Hz); RMN ^{13}C (75 MHz, CDCl_3): δ (ppm): (168,5, 2C=S), (149,2, 2C=N), C_{arom} (128,7-145,8), (45,4, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-N}$), (30,2, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_2$), (29,7, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_2$), (29,2, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_2$), (26,7, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_2$), (23,2, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_2$), (21,9, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_3$ (Ts)), (19,4, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-CH}_3$), (11,2, 2 $\underline{\text{C}}\text{H}_3\text{-CH}_2$).

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] M. M. Ramla, A. M. Omar, M. A. M. El-Khamry et I. H. El-Diwan, *Bioorg. Med. Chem.*, **2006**, 14, 7324.
- [2] M.G.Mamol, V.Falagiani, D.Zampieri, L.Vio, E.Banfi, *Il Farmaco.*, **2000**, 55, 590.
- [3] M. F. El Shery, A. A. Abu-Hashem, E. M. El-Telbani, *Eur. J. Med. Chem.*, **2010**, 45, 1906.
- [4] L. Labanauskas, E. Udrenaite, P.Gaides, A. Brukstus, *Il Farmaco.*, **2004**, 59, 255.



- [5] D.Kim, B. N. Mantlo, R. S. L. Chang, S. D. Kivlighn, et W. J. Greenlee, *Bioorg. Med. Chem.*, **1994**, *4*, 41.
- [6] L.Marija, D.Vesna, G.Dora Molnar, K.Vlado, R.Katica Colanceska, *Heterocycl.Comm.*, **2001**, *7*, 577.
- [7] M. F. El Shery, A. A. Abu-Hashem, E. M. El-Telbani, *Eur. J. Med. Chem.*, **2010**, *45*, 1906.
- [8] Y. A. Al-Soud, N. A. Al-Masoudi, A. El-Rahma S. Ferwanah., *Bioorg. Med. Chem.*, **2003**, *11*, 1701.
- [9] G. Q. Hu, S. Q. Xie, W. L. Huang, *Chin. Chem. Lett.*, **2007**, *18*, 124.
- [10] B. Shivarama Holla, R. Gonsalves et S. Shenoy, *Eur. J. Med. Chem.*, **2000**, *35*, 267.
- [11] M. Al-Amin et M. Rabiul Islam, *Bangladesh J Pharmacol.*, **2006**, *1*, 21.
- [12] V. S. Palekar, A. J. Damle et S.R. Shukla, *Eur. J. Med. Chem.*, **2009**, *44*, 5112.
- [13] M.M. Ghorab, A.M.Sh. El-Sharief, Y. A. Ammar, Sh.I. Mohamed, *IL Farmaco*, **2000**, *55*, 354.
- [14] N. Demirbos, R.ugurluoglu et A.Demirbos, *Bioorg. Med. Chem Lett.*, **2002**, *10*, 3717.
- [15] A. A. El Tombary, K. A. Ismail, O. M. Aboulwafa, A. Mohsen M. E. Omar, M. Z. El-Azzouni et S. T. El-Mansouri, *Il Farmaco*, **1999**, *54*, 486.
- [16] S. Hamzaoui, Adel Ben Salem, Anis Ben Hsouna, Najla Chaari, Mohamed Trigui, Maxime Mourer et Mohamed Kossentini. *Med. J. Chem.*, **2012**, *5*, 246.
- [17] A. Senthilvelan, D. Thirumalai et V.T. Ramakrishnan, *Tetrahedron*, **2004**, *60*, 851.
- [18] M. B. Mosbah, Hanen Chouaib, Mohamed Kossentini, et Mansour Salem, *Phosphorus, sulfur, and silicon*, **2004**, *179*, 2479.