

bei 120° getrocknet. 35 g dieses gereinigten Materials werden mit 7 g einer 50-proz. Silbernitratlösung versetzt, 5 Min. geschüttelt und dann 4 Std. bei 120° getrocknet. Länge der Säule: 50 cm, innerer Durchmesser: 18 mm. Zum Schutze gegen Licht wurde die Säule mit Aluminiumfolie umwickelt.

Chromatographie: A) Trennung substituierter und normaler gesättigter und ungesättigter Fettsäuren. Die obige Menge reicht für eine Säule. Das Einfüllen und Spülen geschah mit Chloroform. Um einen Konzentrationsgradienten zu erhalten, haben wir einen Kolben mit Magnetrührer, Tropftrichter und Verbindungsrohr der Säule vorgeschaltet. Der Kolben enthält zu Beginn 100 ml Chloroform; durch den Tropftrichter lässt man das zweite Lösungsmittel, in unserem Falle Chloroform: Äther 9:1 zufließen. Die Mengen sind aus Tabelle 1 ersichtlich. 100 mg Methylstergemisch lassen sich auf diese Weise noch gut auftrennen. Die Säulen regenerieren wir mit reinem Chloroform, so dass sie wiederholt verwendbar sind.

B) *Trennung von Stearol- und Linolensäuremethylester.* Die Füllung der Säule erfolgt wie unter A, aber mit Äthylenchlorid. Letzteres dient auch als Lösungsmittel für den Beginn der Elution; danach folgen Äthylenchlorid: Äther 9:1 und reiner Äther (Tab. 3).

C) Die *Dünnschichtchromatographie* führten wir nach STAHL durch⁷⁾. Laufmittel: Chloroform: Äther 9:1. Sichtbarmachung der Flecken: durch ultraviolettes Licht nach Besprühen der Platten mit einer 0,05-proz. Lösung von Rhodamin B in 50-proz. wässrigem Äthanol.

Wir danken dem SCHWEIZERISCHEN NATIONALFONDS für die finanzielle Unterstützung dieser Arbeit.

SUMMARY

Column chromatography on silicagel impregnated with 10% silver nitrate results in a good resolution of a complex mixture of fatty acid methyl esters. Examples are shown for separation of (a) saturated, unsaturated and monohydroxylated and (b) linolenic and stearolic esters.

Physiologisch-Chemisches Institut der Universität Basel

⁷⁾ E. STAHL, *Chemikerzeitg.* 82, 323 (1958).

331. Recherches sur la formation et la transformation des esters XLVIII¹⁾

Sur la préparation de monoesters phosphoniques d' amino-alcools et sur leur quaternisation

par **Emile Cherbuliez, A. Gabbai, M. Gowhari et J. Rabinowitz**

(15 VIII 63)

Les oxydes (anhydrides) phosphoniques réagissent facilement avec les alcools, pour donner exclusivement les monoesters phosphoniques correspondants²⁾. Avec les alcools sensibles à l'acidité libérée par cette réaction (alcools tertiaires, terpéniques, etc.), il faut travailler en présence de base tertiaire³⁾, quoique ceci diminue en soi la vitesse de l'alcoolyse de la fonction P–O–P⁴⁾.

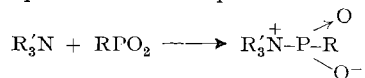
¹⁾ XLVII^e communication: *Helv.* 46, 2464 (1963).

²⁾ E. CHERBULIEZ, BR. BAEHLER, F. HUNKELER & J. RABINOWITZ, *Helv.* 44, 1812 (1961).

³⁾ E. CHERBULIEZ, G. WEBER, A. YAZGI & J. RABINOWITZ, *Helv.* 45, 2652 (1962).

⁴⁾ E. CHERBULIEZ, BR. BAEHLER & J. RABINOWITZ, *Helv.* 44, 1820 (1961).

Comme tous les anhydrides d'acides, les oxydes phosphoniques $(R-PO_2)_n$ donnent des composés d'addition avec les bases tertiaires. En effet, lorsqu'on mélange l'oxyde phénylphosphonique avec de la pyridine en excès, il se produit un échauffement; si on distille l'excès de pyridine (en absence d'humidité), on note qu'un éq.-g d'oxyde retient fortement 1 mole de pyridine. Le résidu est peu soluble ou insoluble dans les solvants organiques apolaires et son spectre IR. est différent de celui qui résulterait d'une superposition des spectres des 2 composants. Il s'est donc formé un composé d'addition, probablement bipolaire, selon l'équation:



Il en est de même avec la triéthylamine, mais l'échauffement initial est ici moindre que dans le cas de la pyridine.

Ces composés d'addition sont toujours des agents phosphonylants.

Dans le cas de la réaction des oxydes phosphoniques avec les amino-alcools à fonction amino tertiaire, il y aura donc tout d'abord formation du composé d'addition et ensuite estérification du groupement $-OH$ par l'action de ce dernier. Nous avons effectivement pu obtenir ainsi le monoester phénylphosphonique de la diméthylcolamine⁴⁾ et de quelques autres amino-alcools que nous décrirons plus loin.

Les oxydes phosphoniques réagissent avec les amines primaires et secondaires pour donner des amides (monoamides) phosphoniques⁴⁾. Mais comme l'aminolyse des fonctions $P-O-P$ est plus lente que leur alcoololyse et que d'autre part, les amides phosphoniques (comme les amides phosphoriques) sont très labiles en milieu acide, l'on pourra finalement isoler les monoesters phénylphosphoniques aussi des aminoalcools à fonction amino primaire ou secondaire, en appliquant la procédure décrite qui entraîne automatiquement la scission des groupements amides phosphonique (catalysée probablement par l'ion alcalino-terreux). Nous avons déjà publié la préparation de l'acide aminoéthyl-phénylphosphonique⁴⁾; nous donnerons ici quelques nouveaux exemples.

Quant aux alcools à fonction ammonium quaternaire (sous forme de base ou de sel), ils réagissent comme prévu avec les oxydes phosphoniques, mais l'isolement des esters correspondants est très laborieux; voilà pourquoi nous avons préféré préparer ces dérivés par quaternisation des monoesters [dialcoyl (ou aryl)-aminoalcoyl]-phénylphosphoniques correspondants.

Partie expérimentale

1. *Monoesters phénylphosphoniques d'amino-alcools.* 0,5 à 2,0 éq.-g d'oxyde phénylphosphonique et 1 éq.-g d'amino-alcool (1 éq.-g = 1 mole/nbre fonctions $-OH$) sont chauffés 10 à 120 h, à 100–180°, la réaction étant le cas échéant terminée sous vide. Après refroidissement, on reprend la masse réactionnelle par H_2O , ajoute du carbonate de Ca d'abord et ensuite 2 éq. de $Ca(OH)_2$ par éq. d'oxyde phénylphosphonique mis en œuvre. On agite le tout soigneusement pendant 15 à 30 minutes, ajoute 1 vol. d'alcool et filtre (le précipité est composé généralement de phénylphosphonate de Ca et de chaux). Le filtrat est évaporé à sec sous vide. Le résidu, repris par de l'acétone ou de l'éther bouillants, laisse déposer un précipité d'aminoalcoyl-phénylphosphonate de Ca pur. Si tel n'est pas le cas, on le redissout dans le minimum d'eau, ajoute éventuellement un peu de chaux, agite, ajoute 1 vol. d'alcool, filtre et évapore le filtrat à sec sous vide. Le résidu repris par de l'acétone ou de l'éther, fournit le sel calcique du monoester à l'état pur. Rdt: 30–80%.

Les amino-alcools traités, les conditions de phosphonylation ainsi que les rendements obtenus figurent dans le Tableau IV. Les résultats analytiques sont consignés dans le Tableau I.

Dans le cas des colamine, méthylcolamine, diméthylcolamine, etc.; le rendement en monoester est doublé si on travaille avec 2 éq.-g d'oxyde par éq.-g d'alcool.

Quant aux dialcanolamines, elles conduisent, lorsqu'on travaille avec un excès d'oxyde phénylphosphonique, à un mélange de monoester et de diester diprimaire. Dans le cas de la diéthanolamine, on obtient, en utilisant le mode d'isolement décrit plus haut, un mélange de sels calciques du monoester et du diester diprimaire (ce mélange est difficilement séparable); dans le cas de la diisopropanolamine, on peut isoler facilement le diester diprimaire $\text{HN}[-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{CH}_3)-\text{OP}(\text{C}_6\text{H}_5)\text{O}(\text{OH})_2]$, car il est peu soluble dans l'eau. Ici, on reprend par conséquent le mélange réactionnel par H_2O , filtre le précipité de diester diprimaire formé, et traite le filtrat de la façon décrite plus haut, ce qui fournit le sel calcique du monoester (on obtient surtout le diester diprimaire).

Dans le cas des amino-2-méthyl-2-propanediol-1,3 et amino-2-éthyl-2-propanediol-1,3, il faut travailler avec un excès d'aminoalcool si on désire obtenir le monoester pur; autrement on obtient un mélange duquel on ne peut isoler le monoester (sel calcique) qu'au prix de nombreuses cristallisations.

Quant à la triisopropanolamine, elle est transformée en monoester lorsqu'on fait réagir un éq.-g d'oxyde phénylphosphonique par mole de triisopropanolamine; si on augmente la quantité d'oxyde, on obtient un mélange de monoester, de diester diprimaire et éventuellement de monoester d'une morpholine (cyclisation par élimination de H_2O entre 2 groupes $-\text{OH}$ de la triisopropanolamine et phosphorylation du 3^e groupe $-\text{OH}$), ce qui est analogue à ce qu'on observe dans la réaction de cet amino-alcool avec les acides polyphosphoriques⁵).

Par conséquent, la phosphorylation des amino-alcools par l'oxyde phénylphosphonique se fait facilement et l'isolement du monoester formé est simple. Dans le cas d'amino-alcools à plusieurs fonctions $-\text{OH}$, il faut travailler avec 1 éq.-g d'oxyde par mole d'aminoalcool, si on désire isoler un monoester pur. Notons toutefois déjà ici la possibilité d'obtenir un diester diprimaire phénylphosphonique de la diisopropanolamine, alors que tous nos essais en vue d'obtenir des diesters diprimaires phénylphosphoniques de diols simples par action de l'oxyde phénylphosphonique ont conduit aux monoesters hydroxy-alcoyl-phénylphosphoniques exclusivement⁶), quelle que fût la quantité d'oxyde utilisée.

2. *Monoesters phénylphosphoniques d'alcools à fonction ammonium quaternaire.* 1 mole de dialcoylamino-alcoyl-phénylphosphonate de Ca est dissoute ou mise en suspension dans de l'alcool anhydre. On ajoute un excès (1,5 à 2,0 moles) d'un halogénure d'alcoyle et chauffe à reflux de 10 à 72 h, selon la nature des restes déjà fixés à l'azote et du reste à introduire. En général tout passe en solution, si non on filtre et évapore la solution à sec sous vide. Le résidu, repris par de l'éther anhydre, fournit un précipité d'halogénure de (trialcoylammonium-alcoyl)-phénylphosphonate de Ca, qui est généralement pur.

Les monoesters à fonction amino tertiaire traités, les conditions de quaternisation ainsi que les rendements figurent dans le Tableau II. Les résultats analytiques sont consignés dans le Tableau III.

Dans le cas du diméthylamino-2-éthyl-1-phénylphosphonate de Ca et du diméthylamino-3-propyl-1-phénylphosphonate de Ca, la quaternisation de la fonction amino tertiaire par le bromure de dodécyle est relativement aisée; il suffit de chauffer une nuit à reflux et l'on isole alors les dérivés ammonium quaternaires avec des rendements presque quantitatifs.

Dans le cas du [(méthyl-benzyl-amino)-2-éthyl-1]-phénylphosphonate de Ca, la quaternisation se fait beaucoup plus lentement avec le bromure de dodécyle que dans les 2 exemples précédents; ceci est dû probablement à un effet stérique (présence du groupement benzyle sur la fonction amino tertiaire); le produit obtenu est toujours contaminé soit par un peu de bromure de Ca soit par un peu d'ester de départ; par contre, l'introduction d'un reste à faible poids moléculaire, tel que le groupement méthyle, est très facile; il suffit de chauffer pendant quelques heures le [(benzyl-méthyl-amino)-2-éthyl-1]-phénylphosphonate de Ca avec de l'iodure de méthyle en solution alcoolique, pour obtenir l'iodure de [(benzyl-diméthyl-ammonium)-2-éthyl-1]-phénylphosphonate de Ca pur.

⁵) E. CHERBULIEZ & J. RABINOWITZ, *Helv.* 41, 1168 (1958).

⁶) E. CHERBULIEZ, F. HUNKELER & J. RABINOWITZ, *Helv.* 44, 1824 (1961).

Tableau I. *Analyses des esters du Tableau IV*

Ester	(N ^o de réf.)	Formule brute	Analyses				P.M. calc. tr.			
			N _{calc.} %	N _{tr.} %	P _{calc.} %	P _{tr.} %		Ca _{calc.} %	Ca _{tr.} %	
H ₂ N-CH ₂ CH ₂ OPO(OCa _{0,5})(C ₆ H ₅)	(1)	C ₈ H ₁₁ O ₃ NPCa _{0,5}	6,4	6,3	14,1	13,6	9,1	8,9	220	226
HN(CH ₃)-CH ₂ CH ₂ OPO(OCa _{0,5})(C ₆ H ₅)	(2)	C ₉ H ₁₃ O ₃ NPCa _{0,5}	6,0	5,9	13,3	13,4	8,6	8,4	234	234
(CH ₃) ₂ N-CH ₂ CH ₂ OPO(OCa _{0,5})(C ₆ H ₅)	(3)	C ₁₀ H ₁₅ O ₃ NPCa _{0,5}	5,6	5,8	12,5	12,3	8,1	7,9	248	252
(C ₆ H ₅ CH ₂)(CH ₃)N-CH ₂ CH ₂ OPO(OCa _{0,5})(C ₆ H ₅)	(4)	C ₁₆ H ₁₉ O ₃ NPCa _{0,5}	4,3	4,2	9,6	9,2	6,2	6,4	324	327
H ₂ N-CH ₂ CH ₂ CH ₂ OPO(OCa _{0,5})(C ₆ H ₅)	(5)	C ₉ H ₁₃ O ₃ NPCa _{0,5}	6,0	5,6	13,3	12,8	8,6	8,0	234	241
H ₂ N-CH ₂ -CH(CH ₃)-OPO(OCa _{0,5})(C ₆ H ₅)	(6)	C ₉ H ₁₃ O ₃ NPCa _{0,5}	6,0	5,8	13,3	12,6	8,6	8,1	234	238
(CH ₃) ₂ N-CH ₂ CH ₂ CH ₂ OPO(OCa _{0,5})(C ₆ H ₅)	(7)	C ₁₁ H ₁₇ O ₃ NPCa _{0,5}	5,3	5,2	11,8	11,4	7,6	7,5	262	262
HN[-CH ₂ -CH(CH ₃)-OPO(OH)(C ₆ H ₅)] ₂	(8)	C ₁₈ H ₂₅ O ₆ NP ₂	3,4	3,4	15,0	15,2			413	427
HOCH ₂ -C(NH ₂)(CH ₃)-CH ₂ OPO(OCa _{0,5})(C ₆ H ₅)	(9)	C ₁₀ H ₁₅ O ₄ NPCa _{0,5}	5,3	5,4	11,7	11,6	7,4	7,2	264	270
HOCH ₂ -C(NH ₂)(C ₂ H ₅)-CH ₂ OPO(OCa _{0,5})(C ₆ H ₅)	(10)	C ₁₁ H ₁₇ O ₄ NPCa _{0,5}	5,0	4,8	11,1	10,7	7,2	7,3	278	274
(CH ₃ -CHOH-CH ₂) ₂ N-CH ₂ -CH(CH ₃)-OPO(OCa _{0,5})(C ₆ H ₅)	(11)	C ₁₅ H ₂₅ O ₃ NPCa _{0,5}	4,0	4,1	8,8	8,6	5,7	5,8	350	354

Tableau II
Quaternisation de monoesters dialcylaminoalcoyl-phénylphosphoniques par des halogénures d'alcyles (par chauffage à reflux dans C₂H₅OH anhydre)

Produit de départ R-OPO(OCa _{0,5})(C ₆ H ₅) R	Halogénure d'alcyle (g)	Durée de chauffe h	Ester obtenu R'-OPO(OCa _{0,5})(C ₆ H ₅) R'	Rdt %	Remarques
(CH ₃) ₂ N-CH ₂ CH ₂ -	(2,5) CH ₃ -(CH ₂) ₁₀ -CH ₂ Br	15	Br-CH ₃ -(CH ₂) ₁₀ -CH ₂ ⁺ N-(CH ₂) ₂ -CH ₂ -CH ₂ - (CH ₃) ₂	(5) 100	pur
(CH ₃) ₂ N-CH ₂ CH ₂ CH ₂ -	(3,0) CH ₃ -(CH ₂) ₁₀ -CH ₂ Br	16	Br-CH ₃ -(CH ₂) ₁₀ -CH ₂ ⁺ N-(CH ₂) ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ - (CH ₃) ₂	(5,2) 89	pur
(C ₆ H ₅ CH ₂)(CH ₃)N-CH ₂ CH ₂ -	(2,2) CH ₃ -(CH ₂) ₁₀ -CH ₂ Br	48	Br-CH ₃ -(CH ₂) ₁₀ -CH ₂ ⁺ N-(CH ₂) ₂ -CH ₂ -CH ₂ - H ₃ C-CH ₂ -C ₆ H ₅	(3,2) 80	contaminé par environ 10% de bromure de Ca et de 5% d'ester de dép.
(C ₆ H ₅ CH ₂)(CH ₃)N-CH ₂ CH ₂ -	(0,6) CH ₃ I	(2) 11	I- (C ₆ H ₅ CH ₂)(CH ₃) ₂ ⁺ N-CH ₂ -CH ₂ -	(0,8) 80	

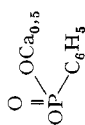


Tableau III. Analyses des produits du Tableau II: R' =

R'	Formule brute		(P.M.)		Analyses					
	Hal. calc. %	Hal. tr. %	N. calc. %	N. tr. %	P. calc. %	P. tr. %	Ca. calc. %	Ca. tr. %		
Br ⁺ (CH ₃) ₂ ⁺ N-CH ₂ CH ₂ - CH ₂ (CH ₂) ₁₀ CH ₃	C ₂₂ H ₄₀ O ₃ NBrPCa _{0,5}	(497)	16,1	15,8	2,8	2,7	6,2	5,9	4,0	4,1
Br ⁺ (CH ₃) ₂ ⁺ N-CH ₂ CH ₂ - CH ₂ (CH ₂) ₁₀ CH ₃	C ₂₃ H ₄₂ O ₃ NBrPCa _{0,5}	(511)	15,7	16,0	2,7	2,7	6,1	6,1	3,9	4,0
Br ⁺ (C ₆ H ₅ CH ₂)(CH ₃) ⁺ N-CH ₂ CH ₂ - CH ₂ (CH ₂) ₁₀ CH ₃	C ₂₈ H ₄₄ O ₃ NBrPCa _{0,5}	(573)	13,9	14,3	2,4	2,2	5,4	5,7	3,5	4,0
I ⁺ (C ₆ H ₅ CH ₂)(CH ₃) ₂ ⁺ N-CH ₂ CH ₂ - CH ₂ (CH ₂) ₁₀ CH ₃	C ₁₇ H ₂₂ O ₃ NIPCa _{0,5}	(466)	27,3	25,2	3,0	2,9	6,7	6,7	4,3	4,2

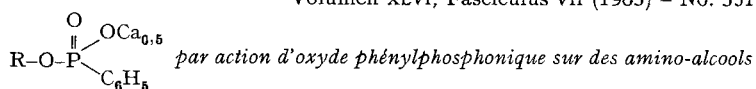
Tableau IV. Préparation de monoesters aminoalcoyl-phénylphosphoniques

Amino-alcool	g	(éq.-g)	Oxyde phényl-phosphonique		Température de réaction °C	Durée de chauffe h
			g	(éq.-g)		
H ₂ N-CH ₂ CH ₂ OH	1,22	(0,02)	5,6	(0,04)	160	15
	1,22	(0,02)	1,4	(0,01)	160	15
(CH ₃)NH-CH ₂ CH ₂ OH	0,75	(0,01)	2,8	(0,02)	120	20
(CH ₃) ₂ N-CH ₂ CH ₂ OH	1,78	(0,02)	2,8	(0,02)	112	4
	0,89	(0,01)	2,8	(0,02)	125	5
(C ₆ H ₅ CH ₂)(CH ₃)N-CH ₂ CH ₂ OH	8,4	(0,06)	10,8	(0,06)	110	14
H ₂ N-CH ₂ CH ₂ CH ₂ OH	1,5	(0,02)	2,8	(0,02)	130	17
	1,5	(0,02)	5,6	(0,04)	130	17
H ₂ N-CH ₂ CHOHCH ₃	3,0	(0,04)	5,6	(0,04)	100	64
(CH ₃) ₂ N-CH ₂ CH ₂ CH ₂ OH	12,6	(0,12)	7,9	(0,057)	100	12
HN $\begin{cases} \text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH} \\ \text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH} \end{cases}$	1,05	(0,02)	2,8	(0,02)	130	14
	1,05	(0,02)	4,2	(0,03)	130	14
HN $\begin{cases} \text{CH}_2\text{-CHOH-CH}_3 \\ \text{CH}_2\text{-CHOH-CH}_3 \end{cases}$	2,66	(0,04)	5,6	(0,04)	130	15
HOCH ₂ -C(NH ₂)(CH ₃)-CH ₂ OH	8,0	(0,15)	5,0	(0,36)	130	18
HOCH ₂ -C(NH ₂)(C ₆ H ₅)-CH ₂ OH	8,0	(0,13)	5,0	(0,36)	130	18
N(CH ₂ -CHOH-CH ₃) ₃	6,0	(0,087)	4,2	(0,03)	120	12
C ₆ H ₅ CH ₂ -N(CH ₂ CH ₂ OH) ₂	4,0	(0,04)	5,6	(0,04)	120	12

Les auteurs remercient sincèrement la CIBA SOCIÉTÉ ANONYME à Bâle de l'aide qu'elle a bien voulu leur accorder pour ce travail.

SUMMARY

Amino alcohols containing a primary, a secondary or a tertiary amino group, yield with phenylphosphonic oxide the corresponding aminoalkyl phenylphosphonic monoesters.



Monoester obtenu

$\text{R-O-P} \begin{array}{l} \text{O} \\ \parallel \\ \text{OCa}_{0,5} \\ \text{C}_6\text{H}_5 \end{array}$ R	(N ^o de réf.)	(g)	Rdt %	Remarques
$\text{H}_2\text{N-CH}_2\text{CH}_2\text{-}$	(1)	(3,5) (0,9)	88 40	Rdt par rapport à l'alcool (excès d'oxyde) Rdt par rapport à l'oxyde (excès d'alcool)
$(\text{CH}_3)\text{NH-CH}_2\text{CH}_2\text{-}$	(2)	(1,5)	65	Rdt par rapport à l'alcool
$(\text{CH}_3)_2\text{N-CH}_2\text{CH}_2\text{-}$	(3)	(1,5) (1,52)	30 65	Rdt par rapport à l'alcool
$(\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_2)(\text{CH}_3)\text{N-CH}_2\text{CH}_2\text{-}$	(4)	(5,4)	28	
$\text{H}_2\text{N-CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-}$	(5)	(2,55) (3,75)	55 80	
$\text{H}_2\text{N-CH}_2\text{-CH}(\text{CH}_3)\text{-}$	(6)	(3,2)	34	
$(\text{CH}_3)_2\text{N-CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-}$	(7)	(5,0)	34	
Mélange		(1,55)		Mélange des sels calciques du monoester et du diester diprimaire
Mélange		(2,5)		
<i>diester:</i> $\text{HN[-CH}_2\text{-CH}(\text{CH}_3)\text{-OPO(OH)(C}_6\text{H}_5\text{)]}_2$	(8)			1,72 g d'ester diprimaire libre; 2,1 g de sels calciques surtout de l'ester diprimaire, que l'on peut séparer du mélange
$\text{HOCH}_2\text{-C}(\text{CH}_3)(\text{NH}_2)\text{-CH}_2\text{-}$	(9)	(4,3)	46	Avec un excès d'oxyde plus grand, on obtient un mélange de monoester et de diester (sels de Ca)
$\text{HOCH}_2\text{-C}(\text{C}_2\text{H}_5)(\text{NH}_2)\text{-CH}_2\text{-}$	(10)	(2,1)	22 $\frac{1}{2}$	Avec un excès d'oxyde plus grand, on obtient un mélange de monoester et de diester (sels de Ca)
$(\text{CH}_3\text{-CHOHCH}_2)_2\text{N-CH}_2\text{-CH}(\text{CH}_3)\text{-}$	(11)	(1,8)	17	Avec un excès d'oxyde plus grand, on obtient un mélange de monoester et de diester (sels de Ca)
Mélange		(3,6)		Mélange de sels calciques du monoester (env. 60%) et du diester diprimaire (env. 40%)

N,N-Dialkylaminoalkyl phenylphosphonic monoesters, treated with an alkyl halogenid in anhydrous alcohol, are quaternized to the corresponding trialkylammonium-alkyl phenylphosphonic monoesters.

Laboratoires de chimie organique et pharmaceutique
de l'Université de Genève