

## СИНТЕЗ ДИЭФИРДИСУЛЬФИМИДОВ НА ОСНОВЕ ИМИДОВ 4- И 5-МЕТОКСИКАРБОНИЛ-2-СУЛЬФОБЕНЗОЙНЫХ КИСЛОТ

© Т.А.Асланов, У.М.Мамедли, А.М.Гулиев, А.А.Эфендиев

Институт полимерных материалов НАН Азербайджана, Сумгайыт

Поступило в Редакцию 19 мая 2006 г.

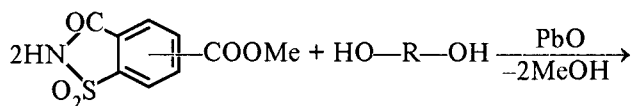
*Исследована перэтерификация имидов 4- и 5-метоксикарбонил 2-сульфобензойных кислот с гликолями.*

Известно, что эфиры тримеллитовой кислоты используются в качестве мономеров для термостойких полиэфиримидных полимеров [1]. В литературе описаны диэфирдиимиды, полученные перэтерификацией метилового эфира тримеллитимида гликолями [2]. Кроме того, известны также диэфирдисульфимиды, синтезированные на основе сахаринмонокарбонных кислот и ароматических диолов [3].

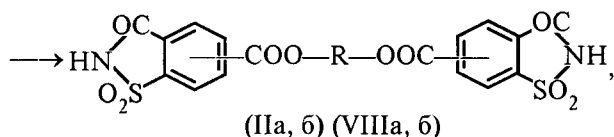
В данном сообщении описываются имид 4- и 5-метоксикарбонил-2-сульфобензойной кислоты (Ia, б) и ряд синтезированных на его основе диэфирдисульфимидов (IIa, б)–(VIIIa, б), содержащих в молекуле эфирные и имидные группы. Полученные соединения (IIa, б)–(VIIIa, б) представляют интерес в качестве потенциальных мономеров для получения полиэфир-сульфимидов.

Имид (Ia, б) синтезирован из имида 2-сульфо-1,4-бензолдикарбоновой кислоты и безводного метилового спирта в присутствии серной кислоты в качестве катализатора [4]. Выход соответствовал 76%, т.пл. 164–165°C. В ИК спектре соединения (Ia, б) присутствуют характерные полосы поглощения при 1720, 1300–1250 и 1120–1100 см<sup>-1</sup> для >C=O, >SO<sub>2</sub> и >NH сахаринового цикла соответственно.

Синтез диэфирдисульфимидов (IIa, б)–(VIIIa, б) осуществляли перэтерификацией эфира (Ia, б) с различными алифатическими гликолями по схеме

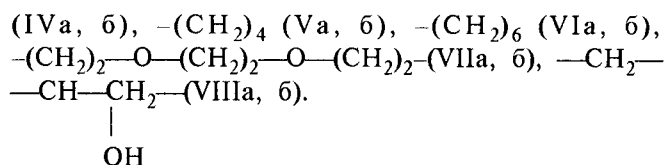


(Ia, б)



(IIa, б) (VIIIa, б)

где R – (CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub> (IIa, б), –(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub> (IIIa, б), –CH(Me)<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>



Синтез диэфирдисульфимидов (IIa, б)–(VIIIa, б) проводили в избытке гликоля, соотношение имид (Ia, б): гликоль=1:3. В качестве катализатора применяли оксид свинца(II), а смесь постепенно нагревали в интервале температур 80–170°C. Продолжительность процесса соответствовала 3–4 ч. Установлено, что с удлинением углеводородной цепи между гидроксильными группами гликоля реакция происходит при более низких температурах.

Состав диэфирдисульфимидов (IIa, б)–(VIIIa, б) определен данными элементного анализа (см. таблицу), структура их установлена рассмотрением ИК спектров. Показано, что в ИК спектрах указанных соединений присутствуют полосы поглощения в области 1760–1720 (C=O сахаринового цикла), 1370–1300 и 1200–1180 (SO<sub>2</sub>), 1300–1250 и 1120–1100 (C—O—C сложноэфирной группы), 3350–3310 см<sup>-1</sup> (N—H) [5].

### Экспериментальная часть

ИК спектры снимали на приборе Specord M-80 в жидких пленках в области 3700–700 см<sup>-1</sup> с использованием призм KBr. Температура кипения гликолей и растворителей соответствовала литературным данным [6].

Диэфирдисульфимид 2-сульфо-1,4-бензолдикарбоновой кислоты (IIa). Смесь 24.1 г (0.1 моль) метилового эфира имида (Ia) и 1.2 г PbO в 31 г (0.5 моль) 1,2-этандиола нагревали при перемешивании до 170–175°C в течение 3–4 ч. Реакционную массу растворяли в ацетоне и выделяли дистиллированной водой. Полученный серовато-белый кристаллический продукт высушивали при комнатной температуре и доводили до постоянной массы в вакууме, т.пл. 208–210°C.

Аналогично синтезировали соединения (IIб)–(VIIIб).

## Характеристика диэфирдисульфимидов (IIa,б) (VIII а,б)

Соединение	Выход, %	$T_{пл}$ , °C	Брутто-формула	Найдено, % Вычислено, %				M
				C	H	N	S	
(IIa)	85	208–210	$C_{18}H_{12}O_{10}N_2S_2$	44.40	2.45	5.73	12.95	475
(IIб)	83	190–192		45.04	2.50	5.83	13.36	
(IIIa)	84	195–196	$C_{19}H_{14}O_{10}N_2S_2$	44.38	2.46	5.71	12.92	491
(IIIб)	83	179–181		45.05	2.50	5.83	13.36	
(IVa)	82	180–182	$C_{19}H_{14}O_{10}N_2S_2$	45.51	2.88	5.58	13.03	489
(IVб)	81	164–166		46.15	2.83	5.66	12.95	
(Va)	84	188–190	$C_{20}H_{16}O_{10}N_2S_2$	44.45	2.89	5.71	12.05	506
(Vб)	82	175–177		46.15	2.83	5.66	12.95	
(VIa)	86	178–180	$C_{22}H_{16}O_{10}N_2S_2$	44.43	2.90	5.73	12.03	539
(VIб)	83	161–163		46.15	2.83	5.66	12.95	
(VIIa)	85	165–167	$C_{20}H_{16}O_{10}N_2S_2$	45.80	3.03	5.15	13.31	526
(VIIб)	84	149–151		47.30	3.15	5.51	12.62	
(VIIIa)	88	158–160	$C_{19}H_{14}O_{10}N_2S_2$	45.75	3.02	5.13	13.32	508
(VIIIб)	84	149–151		47.305	3.15	5.51	12.62	
			$C_{22}H_{16}O_{10}N_2S_2$	48.11	3.66	5.16	11.98	526
				49.30	3.73	5.33	12.96	
			$C_{20}H_{16}O_{10}N_2S_2$	48.12	3.65	5.15	12.99	508
				49.30	3.73	5.22	11.96	
			$C_{20}H_{16}O_{10}N_2S_2$	44.50	2.95	5.10	11.15	508
				45.84	3.05	5.34	12.24	
			$C_{19}H_{14}O_{10}N_2S_2$	44.48	2.94	5.11	11.13	508
				45.84	3.05	5.34	12.24	
			$C_{19}H_{14}O_{10}N_2S_2$	43.80	2.50	5.16	12.05	508
				44.74	2.74	5.49	12.57	
			$C_{19}H_{14}O_{10}N_2S_2$	43.81	2.50	5.15	12.06	508
				44.74	2.74	5.49	12.57	

## Выводы

С высоким выходом (76–88%) получены диэфирдисульфимиды на основе имида 4- и 5-метоксикарбо-

нил-2-сульфобензойной кислоты, представляющие интерес в качестве мономеров для получения полиэфиримидов.

**Список литературы**

- [1] Суворов Б.В., Жубанов Б.А., Машкевич С.А. Тримеллитовая кислота и полимеры на ее основе. Алма-Ата: Наука, 1975. 288 с.
- [2] Babe S.G. de Abajo J., Fontan J. // *Angew. Makromol. Chem.* 1972. V. 21. P. 65–77.
- [3] Асланов Т.А., Мамедли У.М., Гулиев А.М. // *ЖПХ*. 2005. Т. 78. № 3. С. 444–446.
- [4] Тагиев Б.А., Асланов Т.А. // *Азерб. хим. журн.* 1997. № 1–4. С. 62–66.
- [5] Казичина Л.А., Куплетская Н.Б. Применение УФ-, ИК-, ЯМР- и масс-спектропии в органической химии. М.: Изд-во МГУ, 1979. 236 с.
- [6] Гордон А., Форд Р. *Спутник химика*. М.: Мир, 1976. 546 с.
-