



Erteilt gemäß § 17 Absatz 1
Patentgesetz der DDR
vom 27. 10. 1983
in Übereinstimmung mit den entsprechenden
Festlegungen im Einigungsvertrag

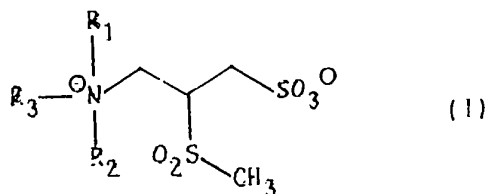
5(51) C 07 C 317/28

DEUTSCHES PATENTAMT

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	DD C 07 C / 336 090 7	(22)	21. 12. 89	(44)	26. 03. 92
(71)	Akademie der Wissenschaften, Otto-Nuschke-Straße 22/23, O - 1080 Berlin, DE				
(72)	Ballschuh, Detlef, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Ohme, Roland, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Seibt, Horst, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Gründemann, Egon, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem., DE				
(73)	Institut für Chemische Technologie, O - 1199 Berlin; Zentralinstitut für Organische Chemie, O - 1199 Berlin, DE				
(74)	Institut für Chemische Technologie, Rudower Chaussee 5, O - 1199 Berlin, DE				
(54)	Verfahren zur Herstellung von 2-Methylsulfonyl-3-sulfopropylammonium-betainen				

(55) sulfobetainsubstituierte Methylsulfone;
polyfunktionelle Tenside; Zwischenprodukte; reaktiver
Synthesebaustein; Hydrotrope; Allylammoniumsalze;
substituierte Sulfobetaine; Chloressigsäure;
Natriumhydrogensulfit; Peroxodisulfat als Katalysator;
Jodid als Katalysator
(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von
2-Methylsulfonyl-3-sulfopropylammonium-betainen
(sulfobetainsubstituierte Methylsulfone) der allgemeinen
Formel (I), welche als organische Zwischenprodukte einen
reaktiven Synthesebaustein mit Sulfobetaincharakter
darstellen oder als Hydrotrope sowie für weiterführende
Synthesen eingesetzt werden können. Bei langkettigem
Alkylrest R_3 werden polyfunktionelle Tenside erhalten.
Erfindungsgemäß werden molare Mengen von
Allylammoniumsalzen mit Chloressigsäure und der
doppeltmolaren Menge Natriumhydrogensulfit in
Gegenwart einer katalytischen Menge eines
Peroxodisulfats miteinander umgesetzt und die erhaltene
Reaktionslösung nach Zugabe einer katalytischen
Jodidmenge durch Erwärmen zu sulfobetain-substituierten
Methylsulfonen gemäß der allgemeinen Formel (I)
umgewandelt. Formel (I)



Patentansprüche:

1. Verfahren zur Herstellung von 2-Methylsulfonyl-3-sulfopropylammonium-betainen der allgemeinen Formel (I),



in welcher

R₁ und R₂ Wasserstoff oder Alkylreste mit 1 bis 3 Kohlenstoffatomen und R₃ Wasserstoff oder einen Alkylrest mit 1 bis 22 Kohlenstoffatomen oder einen Alkylrest, welcher am Kettenanfang die Gruppe -CH₂-CONH- enthalten kann, darstellen, **gekennzeichnet** dadurch, daß Allylammoniumsalze der allgemeinen Formel (II),



in der

R₁, R₂ und R₃ die obengenannten Bedeutungen haben, mit molaren Mengen Chloressigsäure und der doppelmolaren Menge eines Metallhydrogensulfits, vorzugsweise Natriumhydrogensulfit, in Gegenwart einer katalytischen Menge eines Peroxodisulfats im ersten Verfahrensschritt miteinander umgesetzt und im zweiten Verfahrensschritt die erhaltene Reaktionslösung nach Zugabe einer katalytischen Jodidmenge solange zum Sieden erhitzt wird bis der Sulfinat-Gehalt der reagierenden Lösung auf Null abgesunken ist.

2. Verfahren nach Anspruch 1, **gekennzeichnet** dadurch, daß im ersten Verfahrensschritt 2 bis 5 Mol-% Peroxodisulfat, bezogen auf das eingesetzte Allylammoniumsalz, als Katalysator zugesetzt werden.
3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, **gekennzeichnet** dadurch, daß das Peroxodisulfat in zwei Portionen von jeweils 2 Mol-%, bezogen auf das eingesetzte Allylammoniumsalz, zugesetzt wird.
4. Verfahren nach Anspruch 1, **gekennzeichnet** dadurch, daß im zweiten Verfahrensschritt 7 bis 33 mmol Natrium-, Kalium- oder Ammoniumjodid/mol Allylammoniumsalz als Katalysator zugesetzt werden.
5. Verfahren nach Anspruch 1 und 4, **gekennzeichnet** dadurch, daß 20 mmol Natrium-, Kalium- oder Ammoniumjodid/mol Allylammoniumsalz zugesetzt wird.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von 2-Methylsulfonyl-3-sulfopropylammonium-betainen (Methylsulfonylsulfobetain) der allgemeinen Formel (I)



in welcher

R₁ und R₂ Wasserstoff oder Alkylreste mit 1 bis 3 Kohlenstoffatomen und R₃ Wasserstoff oder einen Alkylrest mit 1 bis 22 Kohlenstoffatomen oder einen Alkylrest, welcher am Kettenanfang die Gruppe -CH₂-CONH- enthalten kann, darstellen.

Die neuen Methylsulfon-sulfobetaine der Formel (I) stellen als organische Zwischenprodukte mit Sulfobetaincharakter einen reaktiven Baustein für weiterführende Synthesen dar. Ist der Substituent R_3 ein langkettiger Alkylrest, so können diese Verbindungen als polyfunktionelle Tenside Verwendung finden. Kurzkettige Vertreter können darüber hinaus als Hydrotrope verwendet werden.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

2-Methylsulfonyl-3-sulfopropylammonium-betaine der Formel (I) sowie Verfahren zu ihrer Herstellung sind bisher nicht bekannt geworden. Andere Dialkylsulfone sind seit langem bekannt z. B. K. Schank in „Methoden der organischen Chemie“, Houben-Weyl, Bd. E 11, S. 1145 ff. (1985) bzw. A. Schöberl und A. Wagner, ebenda, Bd. IX, S. 232 (1955). Solche Sulfone werden allgemein durch Umsetzung von Natriumalkylsulfonaten mit Alkylhalogeniden hergestellt. Nach 28stündigem Erhitzen der Komponenten in Propanol liegen bei den rein aliphatischen Sulfonen (P. Allen et al., J. org. Chem. 16, 767 (1951)) die Ausbeuten jedoch nicht höher als 27 bis 42%. Seit kurzem stehen neuartige sulfobetainsubstituierte Sulfinsäuren bzw. deren Salze als potentielle Ausgangsstoffe für die Synthese von neuen sulfobetainsubstituierten Methylsulfonen als technisch leicht zugängliche Verbindungen zur Verfügung.

Derartige Sulfobetainsulfinate werden durch radikalisch initiierte Sulfosulfinierung von Allylammoniumsalzen mit Hydrogensulfit nach DD 225991 A 1 bzw. EP 163318 A 3 gewonnen.

Jedoch schlugen nach dem Stand der Technik ausgeführte Versuche fehl, z. B. Natrium-2-sulfonato-3-sulfopropyl-ammonium-betain (Sulfobetainsulfonat) mit Methyljodid in Wasser/Alkohol auch nach langen Reaktionszeiten in befriedigenden Ausbeuten zu entsprechenden Methylsulfon-sulfobetain umzuwandeln. Die erhaltene Reaktionslösung, welche aus einer komplexen Mischung von Ausgangsprodukten, Folgeprodukten und auch dem Zielprodukt bestand, ließ sich aufgrund des polaren Charakters der Ausgangs- und Reaktionsprodukte nicht zum gewünschten Methylsulfon-sulfobetain aufarbeiten.

Somit existiert kein Verfahren, Sulfobetainsulfinate zu reinen sulfobetainsubstituierten Methylsulfonen umzusetzen. Ferner ist auch kein Syntheseverfahren bekannt geworden, welches Methylsulfon-sulfobetaine direkt aus den Ausgangsprodukten der Sulfobetainsulfinate, den Allylammoniumsalzen, zugänglich macht.

Ziel der Erfindung

Es ist das Ziel der Erfindung, ein einfaches Syntheseverfahren zur Herstellung von Methylsulfon-sulfobetainen aus leicht zugänglichen und technisch verfügbaren Ausgangsstoffen, wie Allylammoniumsalze und Hydrogensulfit zu finden, das es gestattet, das Verfahren ohne Bildung von Nebenprodukten bei gleichzeitig hoher Reinheit und Ausbeute des Zielproduktes zu führen.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Die Aufgabe der Erfindung besteht darin, ein einfaches Syntheseverfahren zu entwickeln, welches es ermöglicht, sulfobetainsubstituierte Methylsulfone wirtschaftlich zu synthetisieren.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß man Allylammoniumsalze der allgemeinen Formel (II),

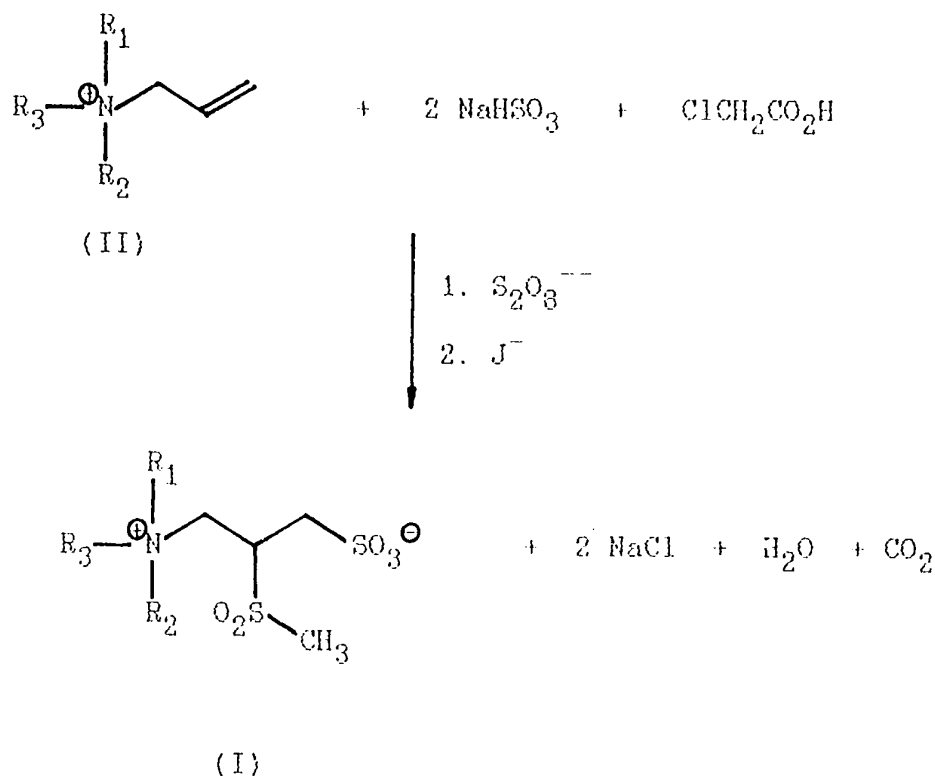


in der

R_1 , R_2 und R_3 die obengenannten Bedeutungen haben,

mit molaren Mengen Chloressigsäure und der doppeltmolaren Menge eines Metallhydrogensulfits, vorzugsweise Natriumhydrogensulfit, in Gegenwart einer katalytischen Menge eines Peroxodisulfats in einem ersten Verfahrensschritt miteinander umsetzt und im sich anschließenden zweiten Verfahrensschritt die erhaltene Reaktionslösung nach Zugabe einer katalytischen Menge eines im Reaktionsmedium löslichen Jodids solange zum Sieden erhitzt bis der Sulfinat-Gehalt der reagierenden Lösung auf praktisch Null abgesunken ist.

Die Gesamtreaktion, die radikalisch initiierte Sulfosulfinierung des Allylammoniumsalzes mit gekoppelter Carboxyalkylierung/Decarboxylierung des in situ gebildeten Sulfobetainsulfins veranschaulicht das folgende Schema:



Die Suifosulfinierung eines Allylammoniumsalzes verläuft nach DD 225991 A 1 nur dann mit maximaler Ausbeute an Sulfosulfinierungsprodukt (Sulfobetainsulfonat), wenn pH-Bedingungen um 2 eingehalten werden. Das Einstellen auf diesen pH-Wert wird durch Zugabe einer Mineralsäure zur Mischung aus Allylammoniumsalz und Hydrogensulfit erreicht. Entsprechende pH-Wert-Einstellungen sind bisher nicht mit Chloressigsäure vorgenommen worden. Es kann deshalb als ein überraschender Befund angesehen werden, daß der Zusatz von 1 mol Chloressigsäure zu einer Mischung aus 1 mol Allylammoniumsalz und 2 mol technischer Natriumhydrogensulfitlösung den optimalen Start-pH-Wert um 2 ergibt; also Bedingungen wie sie der obigen Zielstellung entsprechen. Die Reihenfolge des Zusammengebens der Reaktionsteilnehmer ist für den Reaktionsablauf ohne Bedeutung.

In Abhängigkeit von der Qualität der verwendeten Natriumhydrogensulfitlösung können geringe pH-Wert-Schwankungen auftreten. Sie sind dadurch zu korrigieren, daß entweder eine geringe Menge einer Mineralsäure oder einer Alkalilauge zugesetzt wird.

Bei Einsatz von z. B. Allylaminen als Ausgangsprodukte der Umsetzung sollten diese zweckmäßigerweise in der Chloressigsäure gelöst und nach Zugabe der Hydrogensulfitlösung der Start-pH-Wert mit einer Mineralsäure eingestellt werden. Da bei Allylaminen und einem Start-pH-Wert von 2,5 die Sulfosulfinierung bereits vollständig abläuft, ist weniger als die moläquivalente Menge an Mineralsäure für die Bildung des Allylammoniumsalzes notwendig.

Zur so vorbereiteten Startlösung, welche eine Temperatur zwischen 20 bis 30°C haben sollte, wird zur Durchführung des ersten Verfahrensschritts 2 bis 5 Mol-% Peroxodisulfat, bezogen auf das eingesetzte Allylammoniumsalz, hinzugesetzt, um die Sulfosulfinierungsreaktion auszulösen.

Es hat sich dabei als zweckmäßig erwiesen, das Peroxodisulfat in zwei Portionen hinzuzusetzen, um einen möglichst vollständigen Umsatz zu erreichen, wobei meistens Mengen von 2mal 2 Mol-%, bezogen auf das eingesetzte Allylammoniumsalz, völlig ausreichend sind. Als Peroxodisulfate sind Natrium-, Kalium- oder Ammoniumperoxodisulfat geeignet, welche entweder als Lösung oder pulverförmig eingesetzt werden können. Die anfänglich fahlgelbe Startlösung färbt sich nach der Peroxodisulfatzugabe rot bis blutrot, hellt sich aber kurz nach Durchlaufen des Temperaturmaximums deutlich auf.

Zur Einleitung des zweiten Verfahrensschrittes wird zur reagierenden Lösung eine katalytische Menge eines löslichen Jodids, z. B. Natrium-, Kalium- oder Ammoniumjodid, gegebenenfalls Jodessigsäure, hinzugefügt und solange unter Siedekühlung weiter erwärmt bis in der reagierenden Lösung bromatometrisch kein Sulfinat mehr nachgewiesen werden kann.

Bei einer Einsatzmenge von 7 bis 33 mmol Natrium-, Kalium- oder Ammoniumjodid/mol Allylammoniumsalz, vorzugsweise 20 mmol Natrium-, Kalium- oder Ammoniumjodid/mol Allylammoniumsalz, werden im Verlaufe von 2 bis 6 Stunden vollständige Umsätze erreicht. Während Mengen unter 7 mmol der o. g. Jodide keine katalytische Wirkung mehr erkennen lassen, beschleunigen größere Mengen als 20 mmol die Reaktion weiter; verfärben jedoch später die kristallinen Zielprodukte. Wird die Carboxyalkylierung/Decarboxylierung des Sulfosulfinierungsprodukte ohne Jodidzusatz ausgeführt, findet zwar in der Anfangsphase die gewünschte Umsetzung statt, sie verlangsamt sich aber mit fortschreitender Reaktionszeit derart, daß die Umsetzung auch nach langen Reaktionszeiten unvollständig bleibt.

Überraschend an diesem zweiten Verfahrensschritt ist ferner die Tatsache, daß sich das Sulfonsulfonierungsprodukt des Allylammoniumsalzes bei niedrigem pH-Wert in der Siedehitze carboxyalkylieren/decarboxylieren läßt, obwohl bekannt ist (W. Jęblich und W. Bunge in „Ullmanns Encyklopädie der technischen Chemie“, Bd. 22 [1982], S. 315), daß unter solchen Bedingungen – niedriger pH-Wert und hohe Temperaturen – Sulfinsäuren bevorzugt zu Thiosulfonsäure-S-ester und Sulfonsäuren disproportionieren.

Demgegenüber gelingt es in einer besonderen Ausführungsform des Verfahrens den zweiten Syntheseschritt auch separat auszuführen. Dazu kann man entweder zu molaren Mengen isolierter Sulfobetainsulfinsäure und Chloressigsäure ein Moläquivalent einer Base hinzufügen oder das Metallsalz der einen Säure mit der jeweils anderen Säure zur Umsetzung bringen.

Die so erhaltenen Reaktionsprodukte sind mit jenen, welche nach dem zweistufigen Syntheseverfahren gewonnen werden, identisch. Dieser Weg bietet keinen prinzipiellen Verfahrensvorteil, da die dafür notwendige Ausgangs-Sulfobetainsulfinate erst aus den Allylammoniumsalzen hergestellt werden müssen.

Zusammenfassend besteht der Vorteil der Erfindung in einer einfachen Synthese, welche ohne die Isolierung von Zwischenprodukten, die bisher unbekannten sulfobetainsubstituierten Methylsulfone der allgemeinen Formel (I) aus Allylammoniumsalzen direkt zugänglich macht. Als Ausgangsstoffe werden im technischen Maßstab verfügbare Zwischenprodukte genutzt, die mit einfachen Mitteln in kurzen Reaktionszeiten zur Umsetzung gebracht werden können. Die Erfindung soll durch die nachfolgenden Beispiele näher erläutert werden.

Ausführungsbeispiele

Beispiel 1

2-Methylsulfonyl-3-sulfopropyl-ammonium-betain

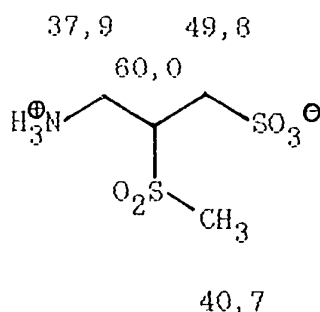
($R_1 = R_2 = R_3 = H$ in der allgemeinen Formel (I))

- a) In einem 2,5l-Sulfierkolben, der mit einem Rührer, Thermometer, Rückflußkühler sowie einem Kühlbad bzw. einer Heizquelle ausgerüstet ist, werden zu 1073 g (4,04 mol) 39%iger technischer Natriumhydrogensulfid-Lösung unter äußerer Kühlung 114,2 g (2 mol) Allylamin, 189 g (2 mol) Chloressigsäure hinzugefügt sowie 105 g (1,065 mol) 37%ige Salzsäure zur Einstellung des pH-Wertes 2,5 der homogenen Startlösung hinzugesetzt. Zur Initiierung der Umsetzung fügt man zur Lösung von 32°C zunächst nur 9,12 g (2 Mol-%) Ammoniumperoxodisulfat und 30 Sekunden später – die Reaktionstemperatur ist inzwischen auf 62°C gestiegen und die Reaktionslösung hat sich blutrot gefärbt – nochmals 2 Mol-% Ammoniumperoxodisulfat hinzu. Bereits nach einer weiteren Minute wird das Reaktionstemperaturmaximum von 76°C erreicht. Man fügt zur Reaktionslösung 2,25 g (15 mmol) Natriumjodid hinzu und erwärmt für 4,5 Sekunden zum Sieden. Schon während des Hochheizens entfärbt sich die rote Reaktionslösung und ist bei Erreichen der Siedetemperatur fahlgelb. Die Rotfärbung der Lösung wird durch Eisen-(III)-2-sulfinato-3-sulfopropyl-ammonium-betain hervorgerufen, welches aus dem Reaktionsprodukt 2-Sulfinato-3-sulfopropyl-ammonium-betain sowie dem in der verwendeten technischen Hydrogensulfid-Lösung vorhandenen Eisensalzspuren entsteht.

Schon während der laufenden Reaktion – etwa nach 3 Stunden – beginnt ein Teil des Reaktionsproduktes aus der Lösung zu kristallisieren. Nach beendeter Umsetzung läßt man zur vollständigen Kristallisation abkühlen und über Nacht stehen. Zur Aufarbeitung saugt man den Kristallbrei scharf ab, wäscht die Kristalle zweimal mit wenig kaltem Wasser nach und erhält nach dem Trocknen an der Luft 330 g (76% Ausbeute) eines weißen, lockeren Kristallpulvers. Zur Feinreinigung kann das Rohprodukt, das mit dem Zwischenprodukt 2-Sulfinsäure-3-sulfopropyl-ammonium-betain verunreinigt ist und in geringer Menge zusammen mit dem Zielprodukt während der Umsetzung auskristallisiert, noch aus Wasser umkristallisiert werden; 13 g Rohprodukt lösen sich in 100 g siedendem Wasser.

Man erhält ein reines, in farblosen derben Nadeln kristallisierendes 2-Methylsulfonyl-3-sulfopropyl-ammonium-betain, welches ab 285°C unter Zersetzung zu schmelzen beginnt. Das Methylsulfon-sulfobetain ist in Wasser bei Raumtemperatur schwer löslich, während das Natrium- bzw. Ammoniumsalz wesentlich leichter löslich ist.

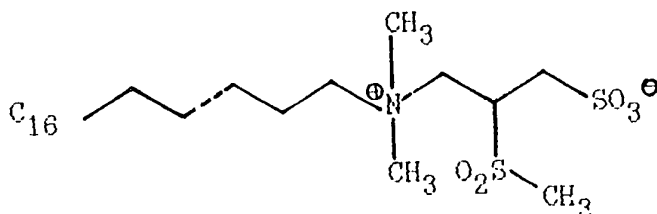
^{13}C -NMR-Spektrum (D_2O ; externer Standard TMS; $\delta = 0,0\text{ppm}$):



- b) 11,68 g (50 mmol) 87%iges kristallines 2-Sulfinsäure-3-sulfopropyl-ammonium-betain-hydrat (hergestellt aus Allylaminhydrochlorid und Natriumhydrogensulfid; vgl. DD 225 991 Beispiel 14), 6,06 g (50 mmol) 33%ige Natronlauge, 5,9 g (50 mmol) 80%ige Chloressigsäure, 225 mg (1,5 mmol) Natriumjodid und 10 g Wasser werden miteinander vermischt und 3 Stunden zum Sieden erwärmt. Schon nach ca. 1 Stunde beginnt das Zielprodukt aus der reagierenden Lösung zu kristallisieren. Zur vollständigen Kristallisation läßt man nach der Umsetzung stehen und isoliert die Kristalle durch Absaugen von der Reaktionslösung sowie Nachwaschen mit Wasser und Trocknen an der Luft. Man erhält auf diese Weise 6,7 g des Zielproduktes. Der Schmelzpunkt sowie das ^{13}C -NMR-Spektrum des erhaltenen kristallinen Methylsulfon-sulfobetains sind mit dem nach Beispiel 1 a) völlig identisch.

Beispiel 2

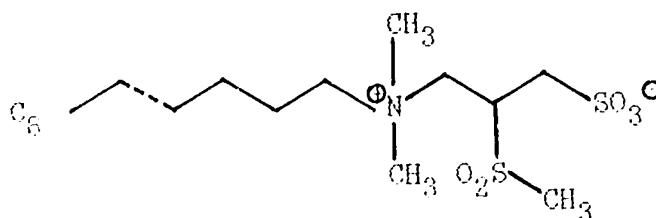
N-Hexadecyl-N,N-dimethyl-2-methylsulfonyl-3-sulfopropylammoniumbetain ($R_1 = R_2 = \text{CH}_3$; $R_3 = \text{C}_{16}\text{H}_{33}$ in der allgemeinen Formel (I))



Zunächst wird aus 17 g (0,2 mol) Dimethylallylamin und 61 g (0,2 mol) Hexadecylbromid in 30 g siedendem Isopropanol das Ausgangsprodukt Hexadecyl-dimethyl-allylammoniumbromid hergestellt. Zum so erhaltenen, vom Isopropanol abgetrennten Ausgangsprodukt fügt man 107,8 g (0,404 mol) 39%ige Natriumhydrogensulfidlösung sowie 18,9 g (0,2 mol) Chloressigsäure, setzt die resultierende Startlösung vom pH-Wert 2,03 nach Beispiel 1a weiter mit 2mal 2 Mol-% Ammoniumperoxodisulfat um. Dabei steigt die Temperatur der reagierenden Mischung von 22 auf 38°C an. Nach Zusatz von 0,3 g (2 mmol) Natriumjodid wird das Reaktionsgemisch für 4 Stunden, zum Sieden erhitzt. Man erhält eine hochviskose, stark schäumende Lösung des tensidischen Methylsulfon-sulfobetains.

Beispiel 3

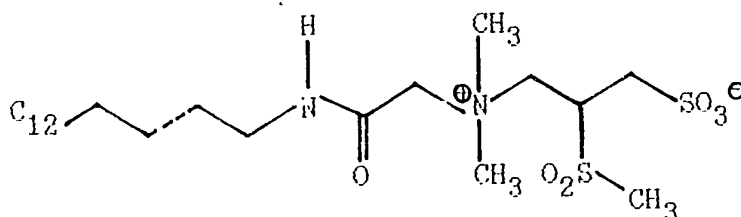
N-Octyl-N,N-dimethyl-2-methylsulfonyl-3-sulfopropylammoniumbetain ($R_1 = R_2 = \text{CH}_3$; $R_3 = \text{C}_8\text{H}_{17}$ in der allgemeinen Formel (I))



Man stellt zunächst aus 17 g (0,2 mol) Dimethylallylamin und 36,8 g (0,2 mol) Octylbromid das Ausgangsprodukt Octyl-dimethylallylammoniumbromid her – vgl. Beispiel 2 – und setzt wie dort beschrieben mit 0,404 mol Natriumhydrogensulfid, 0,2 mol Chloressigsäure und 2mal 2 Mol-% Ammoniumperoxodisulfat als Initiator um. Die reagierende Mischung erwärmt sich dabei von 20 auf maximal 42°C. Nach Zusatz von 2 mmol Natriumjodid und vierstündigem Erhitzen zum Sieden wird das Methylsulfon-sulfobetain als klar lösliche, homogene, dünnflüssige, wäßrige Lösung (40%ig), die kaum schäumt, erhalten.

Beispiel 4

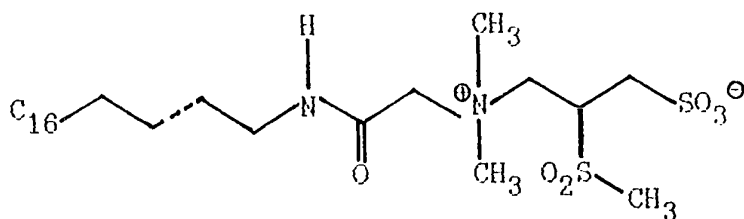
N-Dodecylaminocarbonylmethyl-N,N-dimethyl-2-methylsulfonyl-3-sulfopropylammoniumbetain ($R_1 = R_2 = \text{CH}_3$; $R_3 = \text{CH}_2\text{-CONH-C}_{12}\text{H}_{25}$ in der allgemeinen Formel (I))



Die Synthese des Ausgangsproduktes, N-Dodecylaminocarbonylmethyl-N,N-dimethyl-allylammoniumchlorid, erfolgt in Analogie zu DD 225991 Beispiel 27. Danach werden 17 g (0,2 mol) Dimethylallylamin mit 21,7 g (0,2 mol) Chloressigsäuremethylester in 30 g Isopropanol durch kurzes Erhitzen quaternisiert und das Zwischenprodukt nach Zugabe von 37 g (0,2 mol) Dodecylamin durch Weitererwärmen in das Ausgangsprodukt umgewandelt. Zur so erhaltenen isopropanolischen Lösung des Ausgangsproduktes fügt man 107,8 g (0,404 mol) 38%ige Natriumhydrogensulfidlösung hinzu und setzt die resultierende Startlösung vom pH-Wert 2,05 nach Beispiel 1a weiter mit 2mal 2 Mol-% Ammoniumperoxodisulfat um. Dabei steigt die Temperatur der reagierenden Lösung von 21 auf 48°C an. Nach Zusatz von 2 mmol Natriumjodid wird für mehrere Stunden zum Sieden erhitzt und gleichzeitig durch Abdestillation von Isopropanol und Wasser weiter aufkonzentriert. Man erhält eine ca. 50%ige viskose, beim Verdünnen mit Wasser stark schäumende Lösung, aus welcher beim Abkühlen das Methylsulfonsulfobetain allmählich zu kristallisieren beginnt.

Beispiel 5

N-Hexadecylaminocarbonylmethyl-N,N-dimethyl-2-methylsulfonyl-3-sulfopropylammonium-betain ($R_1 = R_2 = \text{CH}_3$;
 $R_3 = \text{CH}_2\text{-CONH-C}_{16}\text{H}_{33}$ in der allgemeinen Formel (I))



Man verfährt nach Beispiel 4 und setzt zur Synthese des Ausgangsproduktes anstelle von Dodecylamin 48,2 g (0,2 mol) Hexadecylamin ein. Die isopropanolische Lösung von 0,2 mol N-Hexadecylaminocarbonylmethyl-N,N-dimethylallylammoniumchlorid wird mit 0,404 mol 39%ige Natriumhydrogensulfidlösung sowie 0,2 mol Chloressigsäure und 30 g Wasser gemischt und auf 30°C erwärmt, damit das Ausgangsprodukt nicht wieder auskristallisiert. Die jetzt homogene Startlösung wird dann mit 2mal 2 Mol-% Ammoniumperoxodisulfat umgesetzt, wobei die Temperatur der reagierenden Mischung auf maximal 56°C ansteigt. Nach Zusatz von 2 mmol Natriumjodid wird für mehrere Stunden zum Sieden erhitzt und gleichzeitig das Isopropanol abdestilliert. Man erhält eine ca. 26%ige hochviskose, stark schäumende Lösung des tensidischen Methylsulton-sulfobetains.