

In einen 20 l Vier-Halskolben A, der mit einem Rührer, einem Gaseinlaßrohr und einem Rückflußkühler versehen war, wurden 6,13l (8,46kg, 74,0mol) einer wäßrigen 35%-igen Natriumhydroxidlösung und 3,82l (3,86kg, 61,8mol) einer wäßrigen 51,2%-igen Hydrazinlösung eingebracht. Dann wurden in einen 20 l Vier-Halskolben B, der mit einem Rührer und einem Gasauslaßrohr versehen war, das mit dem Gaseinlaßrohr des Kolbens A verbunden war, 9,37kg (47,5mol) einer wäßrigen 35%-igen Natriumnitritlösung und 1,94l (1,54kg, 47,6mol) Methylalkohol mit einer Reinheit von 99% eingebracht, und zu dem erhaltenen Gemisch wurden 3,33l (4,66kg, 23,8mol) 50%-ige verdünnte Schwefelsäure bei 25°C unter Anwendung einer Meßpumpe unter Rühren zugegeben und die Temperatur auf 25°C gehalten, um Methylnitritgas zu erzeugen, das nach und nach über das Gasauslaßrohr in den Kolben A geleitet wurde. Der Kolben A wurde auf 30°C gehalten und das in dem Kolben B gebildete Gas durch das Gaseinlaßrohr unter heftigem Rühren eingeleitet, damit das Gas reagieren konnte. Die Zugabe der verdünnten Schwefelsäure nahm 8h in Anspruch. Die vollständige Reaktion in dem Kolben A wurde definiert als 1h nach vollständiger Zugabe der verdünnten Schwefelsäure in den Kolben B. Das Reaktionsgemisch in dem Kolben A befand sich im Zustand einer Aufschlammung, enthaltend Kristalle von ausgefallenem Natriumazid. Der Lösungsteil wurde von dem schlammförmigen Reaktionsgemisch extrahiert und der Methanolgehalt durch Gaschromatographie gemessen, um den Wassergehalt des wäßrigen Lösungsmittels in dem Lösungsteil zu berechnen, der 86,4 Gew.-% betrug.

Es wurden Messungen des Reaktionsverhältnisses von Hydrazin und der Selektivität der Natriumazidbildung durchgeführt durch Titration bzw. Flüssigkeitschromatographie, durch Sammeln eines Teils des aufschlammungsartigen Reaktionsgemisches nach Homogenisieren durch Rühren und Zugabe von entionisiertem Wasser, um das ausgefallene Natriumazid vollständig zu lösen. Das Reaktionsverhältnis von Hydrazin betrug 70% und die Selektivität der Natriumazidbildung 95%, bezogen auf die Menge an verbrauchtem Hydrazin. Anschließend wurde das erhaltene Reaktionsgemisch eingeeengt. Bei dieser Gelegenheit wurden 1,86l (1,52kg, 42,8mol) eines 90%-igen Methylalkohols als Anfangsdestillat gewonnen und dann wurde das Reaktionsgemisch weiter unter vermindertem Druck eingeeengt, bis die Menge der Lösung etwa 1/3 der ursprünglichen Menge war, wenn das Einengen abgebrochen wurde. Ausgefallene Natriumazidkristalle wurden durch Zentrifugieren abfiltriert, um 3,3kg Filtrat abzutrennen, enthaltend nicht umgesetzte Ausgangsmaterialien und 2,44kg (Reinheit: 95%) Kristalle, enthaltend Feuchtigkeit. Die Kristalle wurden in einem Vakuumtrockner, der auf 60°C gehalten wurde, getrocknet, um 2,32kg weiße Natriumazidkristalle mit einer Reinheit von 99,8% zu erhalten (35,6mol; Ausbeute, bezogen auf die Menge an verbrauchtem Hydrazin: 82,4%).

In einem vorgekühlten Enghals-Erlenmeyerkolben, der im Eisbad auf einen Magnetrührer steht werden 49g Isopropanol, 37g Natriumnitrit, 60ml Wasser und eine Rührfisch gegeben. Dazu tropft man langsam 50ml konz. Salzsäure und überwacht dabei die Temperatur, diese darf nicht mehr als 10°C betragen. Das Gemisch lässt man 10 Minuten rühren. In der Zwischenzeit kühlt man den Scheidetrichter im Eisfach vor. Im vorgekühlten Scheidetrichter trennt man die Phasen von einander. Die organische Phase wird dann mit 25ml kalten Wasser, 25ml gesättigter Natriumhydrogencarbonat-Lösung und wieder mit 25ml kalten Wasser gewaschen. Zum Schluss wird die organische Phase 30 Minuten über Calciumchlorid, im Eisbad, getrocknet und abfiltriert. Ausbeute: 41g. Praktische Ausbeute: 86% In ein 500ml Erlenmeyerkolben der auf ein Magnetheizrührer steht werden 77g Natriumhydroxid in 160ml Ethanol gelöst, dazu gibt man dann 52g Hydrazinsulfate. Das Reaktionsgemisch wird 2 Stunden unter Rückfluss gekocht. Zum Schluss kühlt man langsam auf 6°C ab. Zur Hydrazinhydrat-Lösung, die im Eisbad steht, gibt man dann 20g Isopropylnitrit (eigentlich 47,5g) und rührt das ganze 30 Minuten. Dann stellt man das Reaktionsgemisch für 24 Stunden ins Gefrierfach. Man saugt das ausgefallene Natriumazid ab und wäscht es 2 mal mit Eiskalten Isopropanol. Ausbeute: 13g. Praktische Ausbeute: 50%.