

BUJNO Synthesis Sp z o.o.

address: Dorodna 16, 03-195 Warsaw, Poland
tel.: +48 602 389 530
email: info@bujno.eu

Materiały:

2,6-dichloronitrosobenzen 105g

Azydek sodowy 39 g

DMSO 1L

Heptan 100ml

Octan etylu 200ml

(inne podstawowe do przerobu)

Rozpuścić całkowicie nitrosobenzen w 600ml DMSO w 4L zlewce w temp 70 deg C. Następnie dodawać rozwór azydku sodowego w 400ml DMSO mieszając energicznie mieszaninę reakcyjną mieszadłem magnetycznym lub mechanicznym. Podczas dodawania azydku wydziela się azot powodując spienienie, które ustaje po szybkim przereagowaniu porcji azydku. Reakcja jest nieznacznie egzotermiczna i stosując zewnętrzne chłodzenie w łaźni wodnej należy utrzymać temp reakcji w zakresie 80-85degC. Czas wkraplania 25 min. Po wkropleniu utrzymać temp roztworu przez 40min. Następnie do roztworu wkroplono 3.8L wody utrzymując energiczne mieszanie (5-10 min). Pierwotny roztwór można podzielić i przerabiać porcjami. Po ochłodzeniu roztworu do około 15degC odsączyć biały osad i przemyć wodą. Surowy osad chlorofurazanu rozpuszono w około 200ml 10% heptanu* w octanie etylu. Po odzieleniu wodnej fazy, fazę organiczną osuszyć (siarczan magnezu + 0.5g węgla aktywnego) i przesączyć przez Celit. Krystalizować frakcyjnie około 3 frakcje. Wydajność 83%. Temp. topnienia 83-85 degC. TLC : Rf=0,72, heptan*/octan=6/1. W razie konieczności przekrystalizować z heptanu*.

*Heptan można wymienić na heksan

Do użytku wewnętrznego bez prawa do powielania

Data wystawienia: 2017/11/24