

Synthese von Salpetersäure (HNO₃)

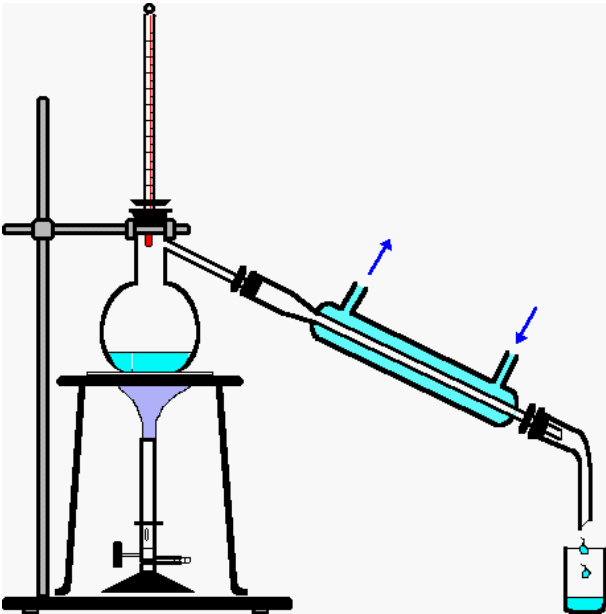
Konzentrierte Salpetersäure (Hoko-Säure) ist unerlässlich um bestimmte Sprengstoffe herstellen zu können. Sie ist dafür grundsätzlich immer am besten, aber sie ist auch ziemlich teuer, sowie extrem gefährlich. Weil für bestimmte Sprengstoffe eben auch die einfache mit 65% HNO₃ genügt (Nitroglycerin, Nitromannit, Nitrocellulose...) verwendet der Hobbychemiker sie daher meist nur dort, wo man nicht ohne sie auskommt und nimmt ggF. kleinere Ausbeuten mit der schwächeren Säure in Kauf.

Wer konzentrierte Salpetersäure ($\geq 95\%$ HNO₃) ohne Probleme irgendwo zu kaufen bekommt, der braucht nicht weiterlesen - sondern kauft sie dort am besten und darf mir gern per Email schreiben, wo er die her hat... ich habe keine bekommen können! Und wenn dann nur mit Angabe des Verwendungszwecks und allem PiPaPo... Apotheken erteilen einem da sogar so gut wie immer eine komplette Absage!

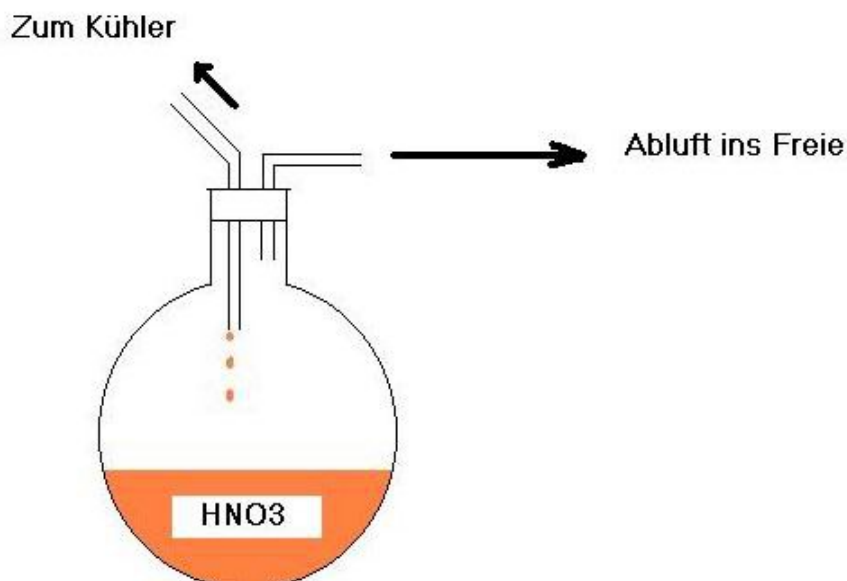
Da empfiehlt es sich doch eher, sich die HNO₃ selber herzustellen! Am besten sind Normschliffgeräte, denn Kork- und Gummistopfen werden ratzfatz von Salpetersäuredämpfen aufgelöst und verunreinigen dabei ausserdem die gute Säure. Ich benutze immer meine Normschliff-geräte, aber weil die nicht gerade billig sind, will ich hier für den kleinen Geldbeutel eine Möglichkeit präsentieren, wie man auch ohne auskommt - ist aber mehr als Notbehelf anzusehen!

Den Vorteil, dass Aluminium nicht von HNO₃ aufgelöst wird - ebenso wie Teflon, nutze ich hier aus, um trotzdem mit Gummi- und Korkstopfen auszukommen. Um die Anschaffung von ein paar einfachen Laborgeräten aus Qualitätsglas kommt man natürlich dennoch nicht herum!

Man braucht in jedem Fall einen Rund- oder Erlenmeyerkolben, einen dazu passenden Stopfen mit Bohrung und einem Verbindungsrohr zum nachfolgenden Kühler (vorzugsweise Schlangenkühler, Dimrothkühler, Kugel- oder Liebigkühler geht aber auch) sowie ein Vorlagegefäss mit doppelt durchbohrtem Stopfen, in das die Säure tropfen soll. Ausreichend Stativmaterial ist sowieso unerlässlich. Als Heizquelle kann man einfach einen Bunsenbrenner oder Kartuschenbrenner benutzen, besser natürlich noch ein elektrisches Heiznest, passend zum gewählten Rundkolben, (aber wer sich sowas leisten kann, kann sich NS-Geräte schon lange leisten... ;) ein Spiritusbrenner langt jedenfalls definitiv nicht, ausser man verwendet Miniaturgeräte <100ml. Ein Spirituskocher könnte hingegen genügen.



Hier sieht man einmal den grundsätzlichen Aufbau einer solchen Destille, das Bild ist aber nur ein Beispiel - keine genaue Aufbauanleitung! Varianten bei der Wahl der Geräte sind möglich. Man könnte zum Beispiel auch statt des Destillierkolbens einen einfachen Rundkolben nehmen und über ein Glasrohr den Kühler anschliessen. Ein Thermometer muss nicht unbedingt sein, ist aber auf jeden Fall besser, weil man dann das Temperaturverhalten notieren und für eventuelle Wiederholungsdestillationen nutzen kann. Auf keinen Fall kann man einfach die Säure in einem Glas auffangen, wie unten links zu sehen, denn die giftigen und ätzenden Dämpfe wären in kurzer Zeit tödlich. Man muss dort ebenfalls wieder einen Kolben oder eine Weithalsflasche mit Stopfen und 2 Bohrungen an das Endrohr anschliessen (siehe rechtes Bild). In einer steckt das Endrohr und in der anderen ein Glasrohr an das ein Schlauch angeschlossen wird, der die Abgase ins Freie leitet. Die blauen Pfeile kennzeichnen den Fluss des Kühlwassers.



Man kann sich übrigens den Liebigkühler zur Not auch selber bauen, indem man durch ein etwa 3cm dickes Glasrohr, mit 2 Stopfen versehen, mittig ein dünnes Glasrohr führt. Dann kommt noch in jeden Korken eine weitere Bohrung, an die man dann die Kühlwasserzuleitung und -ableitung anschliesst -fertig! Diese Bilder dazu habe ich aus einem Buch gescannt:

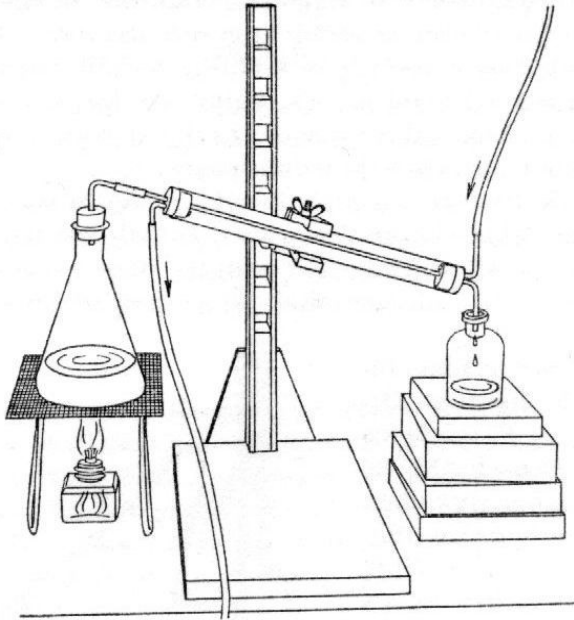


Abb. 86 Destillationsapparat mit Liebigischem Kühler.

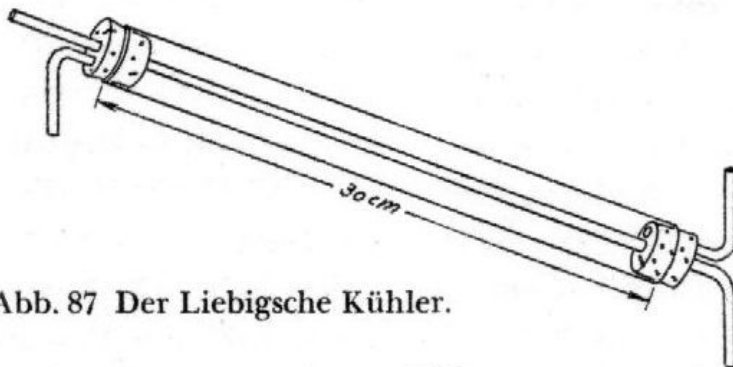


Abb. 87 Der Liebigische Kühler.

Da ich ja nun von einer Methode gesprochen hatte, die ohne Normschliff-Geräte auskommt, will ich das mal erläutern: man stellt sich eine Destille nach dem obigen Prinzip aus einfachen Glasgeräten zusammen und verwendet normale, gebogene Glasrohre als Verbinder - keine Schläuche! Nur für den Abluftschlauch kann man einen Schlauch verwenden, der dann aber auch mit der Zeit von innen angegriffen wird, jedoch zahlreiche Destillationen übersteht. Dazu braucht man noch die passenden Korkstopfen, mit den richtigen und benötigten Bohrungen, desweiteren Alufolie aus der Küche und eine Rolle Teflon-Dichtungsband, die es billig im Baumarkt bei den Rohren und Verschraubungen zu kaufen gibt.

Nun kommt der Trick: der Korkstopfen wird sorgfältig auf der Innenseite mit Alufolie umschlagen, so dass vom Korke nichts mehr zu sehen ist. Danach durchsticht man, von der Innenseite her, mit einem konischen Gegenstand, z.B. Bleistiftspitze, genau mittig die Alufolie in Richtung Aussenseite, so dass sich die Alufolie umkrepelt und sich wie ein Kragen ins Innere der Bohrung legt. Sodann wird das passende Glasrohr auf der richtigen Höhe mit Teflonband umwickelt und zwar nicht zu dünn. Es muss sich aber auch mit der umwickelten Stelle noch gerade so in die Bohrung schieben lassen. Dabei sollte ein Stück von der Teflonwicklung jedoch sichtbar bleiben. Die Folie wird aussen um den Korken möglichst glatt gestrichen, um störende Falten so gut wie möglich zu eliminieren. Danach wird auch die Dichtfläche der Aussenseite des Korkens stramm mit dem PTFE-Band umwickelt, und zwar ebenfalls nicht zu geizig, wenn einem die Gasdichtigkeit etwas wert ist! Der Stopfen ist nun weitgehend gegen Salpetersäure resistent gemacht und kann nun in das Glasgerät eingesetzt werden. So verfährt man mit allen notwendigen Verbindungen und Bohrungen, bis die ganze Destille so ausgestattet ist.

Die Stopfen muss man alle sehr gut festdrücken. Wenn man alles sorgfältig gemacht hat, treten keine nitrosen Gase aus der Apparatur aus und der Stopfen bleibt weitgehend verschont. Ein paar Dämpfe kommen aber manchmal doch bis zum Stopfen durch und er wird stellenweise gelblich, er lässt sich aber viele Male wieder verwenden und löst sich nicht auf, wodurch auch die HNO_3 nicht verunreinigt wird. Korkstopfen sind da etwas unempfindlicher als die aus Gummi, dafür sind die aus Gummi meistens etwas dichter.

Man sollte aber immer sehr vorsichtig destillieren und Siedeverzügen vorbeugen, damit man keine böse Überraschung erlebt, denn so etwas wie Schliffklemmen sind bei dieser Methode nicht möglich und der Stopfen könnte herausgeschleudert werden. Auf sichere Befestigung im Stativ ist deshalb besonders zu achten! Die Bilder unten sollen das oben erklärte Prinzip noch anschaulicher machen. Welche Art von Stopfen jeder für seine Destille, mit den ihm zur Verfügung stehenden Mitteln, verwendet und wieviele Bohrungen er dabei berücksichtigen muss etc. - das muss sich jeder selbst überlegen.

Ist die Destille fertig aufgebaut, so muss man den Destillierkolben natürlich mit den richtigen Chemikalien füllen. Es gibt verschiedene Möglichkeiten, Hoko- HNO_3 herzustellen:

Schritt 1: Die einfachste ist eigentlich, sich 53%ige, technische HNO₃ zu kaufen, die sich nicht zum Nitrieren eignet, aber dafür leicht zu beschaffen ist. Man muss diese einmal alleine destillieren: Wenn man 500ml dieser Säure hat, destilliert man 250ml davon ab. Die 250ml die noch übrig sind, haben nun eine Konzentration von ca. 69%, was bereits zum Nitrieren einiger Stoffe genügt. Die 250ml der abdestillierten Säure sind sehr verdünnt und eignen sich höchstens noch um Salze der Salpetersäure daraus herzustellen.

Anstatt der 53% HNO₃ kann man natürlich auch gleich 65%ige Säure kaufen, sofern man einen Händler kennt, denn sie ist immer noch leichter zu beschaffen und billiger, als Hoko-HNO₃. Man spart sich somit Schritt 1 und verfährt damit weiter nach Schritt 2.

Schritt 2: Auch 69% HNO₃ ist noch lange keine Hoko-Säure! Um diese zu bekommen, muss man sie erneut destillieren, aber dieses Mal muss man sie 1:1 durch Verrühren oder Schütteln mit konz. Schwefelsäure mischen, die eine Konzentration von mindestens 96% haben muss. Selbst die konzentrierte Schwefelsäure ist sehr leicht zu beschaffen.

Das Vermischen der Säuren muss sorgfältig geschehen, damit es zu keinem Siedeverzug kommt. Es muss auch vorsichtig gemacht werden, denn es wird viel Wärme dabei frei. Eine Schutzbrille ist eigentlich bei jeder Arbeit mit Säuren erforderlich! Man destilliert solange, bis das Tropfen aufhört. Dann hat man bereits eine sehr starke HNO₃, aber noch immer keine wasserfreie. Weil man mit ihr aber fast alle Stoffe nitrieren kann, soll diese für uns genügen.

Schritt 3: Nachdem die HNO₃ abdestilliert wurde, tauscht man das Vorlagengefäß und es wird weiterhin sehr kräftig erhitzt, bis weisse Nebel in der zurückgebliebenen H₂SO₄ erscheinen. Es läuft dann wieder ein wenig Destillat nach. Es handelt sich dabei um Wasser, welches von der H₂SO₄ bei der Destillation zurückgehalten wurde, wodurch wir eine schön starke Säure erhalten haben. Das Wasser muss komplett herausgekocht werden, was man daran erkennt, wenn sich kein weiteres Destillat mehr sammelt und man nur noch dichte, weisse Nebel im Kolben hat. Das dauert zwar recht lange und kostet viel Energie, dafür können wir dann aber hinterher die Schwefelsäure erneut für den gleichen Zweck weiterbenutzen und müssen keine neue kaufen.

Wenn man nicht an 96% H_2SO_4 kommt, so kann man notfalls auch improvisieren, indem man Akkusäure für Autobatterien aufkonzentriert, die an jeder Tankstelle oder im Auto- und Motorradshop frei erhältlich ist. Möchte man so eine Säure verwenden, so verfährt man als erstes mit dieser gemäss Schritt 3, allerdings wird dann sehr viel Wasser abdestilliert werden müssen, bis die weissen Nebel schliesslich erscheinen (ca. 65%). Danach kann sie wie die käufliche, konzentrierte Schwefelsäure eingesetzt werden.

Hat man nur H_2SO_4 zur Verfügung und besitzt nur Ammoniumnitrat oder Kaliumnitrat, jedoch gar keine Salpetersäure, kann man auch daraus HNO_3 gewinnen. Man wiegt dafür 202g KNO_3 ab und gibt sie in den Kolben. Wenn die ganze Apparatur bereit steht (erst dann!) gibt man 120 ml von der käuflichen H_2SO_4 96% dazu, technische Reinheit genügt. Man erhitzt solange weiter, bis keine Säure mehr abdestilliert wird und erhält ca. 80% ige HNO_3 , die man mit dem Verfahren nach Schritt 2 wiederum zu Hoko- HNO_3 umwandeln kann.

Hat man kein Kaliumnitrat, kann man sogar mit höherer Ausbeute auch das selber hergestellte Ammoniumnitrat für die Destillation benutzen. Man sollte aber das AN vorher wirklich sehr gut trocknen und dann gleich dafür benutzen. Dennoch wird die HNO_3 schwächer werden als mit KNO_3 , was sich schon am schwächeren Rauchen der Säure erkennen lässt. Man verfährt genau wie eben, hält sich jedoch an folgende Mengenverhältnisse:

160g AN + 98g H_2SO_4 (= 57ml 96% H_2SO_4)

Auch diese Säure sollte man durch wiederholte Destillation gemäss Schritt 2 weiter aufkonzentrieren, damit man auch wirklich was damit anfangen kann.

Wichtig: Hinterher sollte die Salzschnmelze noch vor dem Erstarren aus dem Kolben gegossen werden, denn sie kann beim Erstarren durch Spannungen den Kolben zerstören und lässt sich ausserdem auch nur sehr mühsam wieder herauspülen. Man fasst dafür den heissen Kolben mit einem dicken Tuch an und giesst die Schmelze z.B. in eine Blechdose, solange sie noch giessbar ist. Natürlich möchte man gerne wissen, wie stark die hergestellte Salpetersäure denn nun ist. Es gibt 2 Möglichkeiten:

- 1) Man kann mittels einer Bürette und einer exakt hergestellten Natriumhydroxidlösung (z.B. 1 molare Natronlauge) und etwas von der Salpetersäure den Neutralisationspunkt über einen Indikator oder ein pH-meter ermitteln, dann kann man leicht errechnen, wie hoch der HNO_3 Anteil in der Säure ist, dies führt hier aber zu weit.

- 2) Einfacher, aber ungenauer ist es, einen 100 ml Messkolben auf eine Waage zu stellen, die Waage auf Null zu setzen und den Kolben genau bei 20°C bis zur Eichmarke mit der HNO₃ zu füllen. Man teilt die Grammzahl durch 100 und hat - voilà - die Dichte! Wenn man eine HNO₃ mit Dichte 1,50 schafft, ist man bereits verdammt gut.

Aus dieser Tabelle kann man dann ablesen, wie stark die HNO₃ wirklich geworden ist:

HNO₃ – Dichte / Prozent

w[%]	d[g/ml]	w[%]	d[g/ml]	w[%]	d[g/ml]
1	1.0036	42	1.2591	84	1.4655
2	1.0091	44	1.2719	85	1.4689
4	1.0201	46	1.2847	86	1.4716
6	1.0312	48	1.2975	87	1.4745
8	1.0427	50	1.3100	88	1.4773
10	1.0543	52	1.3219	89	1.4796
12	1.0661	54	1.3336	90	1.4826
14	1.0781	56	1.3449	91	1.4842
16	1.0903	58	1.3560	92	1.4873
18	1.1026	60	1.3667	93	1.4886
20	1.1150	62	1.3769	94	1.4912
22	1.1276	64	1.3866	95	1.4932
24	1.1404	66	1.3959	96	1.4952
26	1.1534	68	1.4048	96.5	1.4972
28	1.1666	70	1.4134	97	1.4988

30	1.1800	72	1.4218	97.5	1.5005
32	1.1934	74	1.4298	98	1.5008
34	1.2071	76	1.4375	98.5	1.5044
36	1.2205	78	1.4450	99	1.5066
38	1.2335	80	1.4521	99.5	1.5091
40	1.2463	82	1.4589	100	1.5129

Noch etwas Grundsätzliches: Salpetersäure ist giftig und verursacht schwere Verätzungen! Bei Kontakt mit den Augen besteht akute Erblindungsgefahr! Obwohl ich mir Mühe gegeben habe, diese Anleitung anfängergerecht zu schreiben: Salpetersäure herzustellen ist eigentlich nichts für Anfänger! Man sollte besser einige Übung im Umgang mit Laborgeräten, Chemikalien und Gefahrstoffen haben, bevor man sich an so eine Aktion wagt. Von den heftigen Sprengstoffen, die sich daraus herstellen lassen, natürlich ganz zu schweigen: diese sind alle nichts für Anfänger!

Man muss ständig mit Schutzbrille und dickeren Gummihandschuhen arbeiten. Die Dämpfe dürfen auf keinen Fall eingeatmet werden! Es muss für gute Lüftung gesorgt sein, ausserdem sollten Wassereimer und reichlich Soda zum neutralisieren bereit stehen. Eine fliessende Wasserquelle zum eventuellen Abspülen der Haut und sofortigen Spülen der Augen muss in der Nähe sein! Bei Unfall sofort Arzt aufsuchen!

Text & Fotos: © by Saugi