

In einen 1-l-Rundkolben werden 210 g Dicyandiamid und 440 g Ammoniumnitrat gefüllt. Der Rundkolben wird in ein 110-120 °C heißes Ölbad gestellt und die Temperatur des Öls wird über eineinhalb Stunden auf 160 °C erhöht. Die Temperatur des Ölbad wird über drei Stunden auf 160 °C belassen. Während der ersten Stunde schmilzt die Masse zu einer klaren Flüssigkeit, in der sich Kristalle bilden bis die Flüssigkeit zu einem festen Kristallkuchen wird. Wenn die geschmolzene Masse 160 °C erreicht, steigt ihre Temperatur im allgemeinen auf 200 °C während der ersten 5-6 Minuten. Die Masse sollte während des gesamten Vorgangs nicht gerührt werden, da sonst die Tempertur weiter steigen kann. Nach den drei Stunden wird der Rundkolben auf dem Ölbad genommen; man läßt das Produkt abkühlen und extrahiert es aufeinanderfolgend mit insgesamt 2 l Wasser auf einem Dampfbad. Es ist notwendig, so viel lösliches Material wie möglich in Lösung zu bringen. Die Lösung wird filtiert um alle unlöslichen Bestandteile abzutrennen. Die Lösung wird auf 1 l eingeeengt und das auskristallisierende Guanidinnitrat abfiltriert. Danach wird weiter auf 250 ml eingeeengt und wieder abfiltriert. Die Ausbeute an rohem Guanidinnitrat beträgt insgesamt 520-560 g (85-92% des theoretischen Werts). Das Produkt kann durch Umkristallisieren aus 1 l Wasser gereinigt werden. Diese Flüssigkeit kann nach dem Abfiltrieren des Guanidinnitrats ebenfalls auf 250 ml eingeeengt und die Krisatlle abgetrennt werden. Die Ausbeute an umkristallisiertem Guanidinnitrat (Schmelzpunkt zwischen 213-214 °C) beträgt 500-520 g.

In einem säure- und hitzebeständigem 4-l-Behältnis löst man 500 g [Guanidincarbonat](#) in 1000 ml destilliertem Wasser auf. Da dieser Vorgang leicht exotherm ist, sollte im Wasserbad gekühlt werden. Anschließend gibt man in kleinen Portionen kalte, halbkonzentrierte Salpetersäure hinzu. Es muss darauf geachtet werden, dass nicht zu viel Säure auf einmal hinzugegeben wird, da die Lösung sonst stark aufschäumt und über den Rand des Gefäßes treten kann. Die Lösung wird dabei weiterhin im Wasserbad gekühlt. Dies ist hier insofern nötig, da sich die Salpetersäure bei höheren Temperaturen zu Stickoxiden zersetzt und die Kohlenstoffdioxid-Bildung heftiger ist. Der pH-Wert der Lösung wird ständig kontrolliert; schlägt dieser in den sauren Bereich über und bleibt die Kohlenstoffdioxid-Bildung bei Zugabe von weiterer Säure aus, so kann die Säurezugabe beendet werden. Insgesamt werden ungefähr 660 ml 53%-iger Salpetersäure benötigt. Dieser Wert bezieht sich auf wasserfreies Guanidincarbonat; bei der Verwendung von Hydraten ist die Menge der benötigten Säure pro Gramm Guanidincarbonat geringer. Ungelöste Guanidincarbonat-Klumpen können die Lösung im Nachhinein noch alkalisch werden lassen, daher sollte man darauf achten, dass sich diese vollständig aufgelöst haben. Die klare Lösung wird bei guter Durchlüftung bis zum Sieden erhitzt. Man engt die Lösung bis auf ein Viertel ihres ursprünglichen Volumens ein. Nach einem 12 stündigem Stehenlassen fallen die Guanidinkristalle aus und werden abfiltriert. Eine weitere Einengung ist möglich. Nach zweitägigem Trocknen an der Luft sollten die Kristalle mit Silicagel getocknet werden.

Guanidinnitrat bildet farblose Kristalle mit einem Schmelzpunkt von 217 °C. Es ist gut löslich in Wasser (46,4 g/l bei Zimmertemperatur) und Alkohol. Guanidinnitrat ist ein explosionsfähiger Stoff mit vergleichbaren Eigenschaften wie Ammoniumnitrat. Während des Zweiten Weltkriegs wurde es aus Rohstoffmangel zusammen mit Ammoniumnitrat und Zusätzen von Hexogen in schmelzbaren Mischungen verwendet. Heutzutage dient es überwiegend als Ausgangsstoff für die Synthese von [Nitroguanidin](#).

In einem 1000-ml-Becherglas gibt man zu 600 ml konzentrierter Schwefelsäure unter ständigem Rühren 400 g [Guanidinnitrat](#). Die Zugabe muss in kleinen Portion erfolgen, da es sonst zu Klumpenbildung und starker Erwärmung der Lösung kommt. Die Temperatur der Lösung wird mittels eines Wasserbades auf unter 25 °C gehalten. Die Auflösung des Guandinnitrats in der Säure geht normalerweise nur langsam von statten; so lange die Lösung milchig-weiß ist, wird weiter gerührt, eine völlige Klärung muss allerdings nicht erreicht werden. Die Lösung wird 15 – 20 Stunden stehen gelassen. Ein längeres Stehenlassen führt zu einer allmählichen Zersetzung des schon gebildeten Nitroguanidins. Die viskose Lösung wird anschließend zu 4 l Eiswasser gegossen, was zur Auskristallisation des Nitroguanidins führt. Nach einer Stunde sind alle Kristalle ausgefallen und werden abfiltriert. Im Filter werden sie mit etwas Wasser gewaschen und anschließend in 4 l kochendem Wasser gelöst. Dies ist notwendig, um Säurereste zu entfernen und somit das Nitroguanidin zu stabilisieren. Sobald sich alle Kristalle aufgelöst haben, wird die Lösung abgekühlt. Eine rasche Temperaturabsenkung und ständiges Umrühren verhindern die Bildung großer Kristalle. Zwei Stunden später sind alle Kristalle ausgefallen und können endgültig abfiltriert werden. Aus 400 g Guanidinnitrat erhält man 320 g Nitroguanidin (Angabe aus der experimentellen Überprüfung), was 94% der theoretischen Ausbeute ausmacht.