

## Pikraminsäure C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>N<sub>3</sub>O<sub>5</sub>

In einem hitze- und säurebeständigem Behälter mit mindestens 2500 ml Fassungsvermögen wird eine Lösung aus 600 ml Wasser, 10 g Pikrinsäure und 7 ml 35%-iger Natronlauge auf 55 °C erhitzt. Dazu gießt man unter ständigem mechanischen Rühren eine Lösung aus 20 g Natriumsulfid in 90 ml Wasser. Nach dieser Zugabe werden 127.5 g pulverförmige Pikrinsäure in teelöffelgroßen Portionen und gleichzeitig eine Natriumsulfid-Lösung aus 220 g Natriumsulfid in 400 ml Wasser hinzugegeben. Die Zugabe sollte ungefähr 10 Minuten dauern. Steigt die Temperatur über 65 °C, so wird Eis zu der Lösung gegeben. Die Lösung wird weitere 10 Minuten lang gerührt und anschließend werden 400 g Eis hinzugegeben um die Kristallisation des Natriumpikramats herbeizuführen. Nach einem 10-stündigen Stehenlassen wird das vollständig auskristallisierte Natriumpikramat herausfiltriert und im Filter mit einer 10%-igen Natriumsulfid-Lösung gewaschen. Pikraminsäure erhält man durch das Auslösen des festen Natriumpikramats in 500 ml 80 °C warmen Wassers und Ansäuerung der Lösung mit verdünnter Schwefelsäure unter ständigem Rühren. Die Mischung, welche nur so weit angesäuert werden soll bis sie "kongorot" ist, wird 10 Stunden lang stehen gelassen, damit sie sich abkühlt. Die auskristallisierte Pikraminsäure wird abschließend herausfiltriert und mit etwas Wasser im Filter gewaschen. Die Ausbeute beträgt rund 100 g Pikraminsäure. Dies entspricht 83% des theoretischen Werts.

In einem 3000-ml-Becherglas (oder Ähnlichem) werden zu 1200 ml 50 °C warmem Wasser 137.5 g Pikrinsäure [88-89-1] und 36 g Natriumcarbonat [497-19-8] gegeben. Wenn die Kohlenstoffdioxid-Entwicklung aufgehört hat, wird eine Lösung aus 240 g Natriumsulfid [1313-82-2] in 450 ml Wasser unter mechanischem Rühren über einen Zeitraum von 30 Minuten hinzugegeben. Gleichzeitig wird eine Lösung aus 94 ml 30%-iger Salzsäure in 300 ml Wasser so hinzugegossen, dass die Zugabe der Salzsäure eine Minute länger dauert als die der Natriumsulfid-Lösung. Ohne zu Erhitzen wird die Lösung 30 Minuten lang gerührt und nach einem 12-stündigen Stehenlassen filtriert. Die herausfiltrierte kristalline Masse wird im Filter mit 100 ml gesättigter Natriumsulfid-Lösung gewaschen. Dieses verunreinigte Natriumpikramat-Rohprodukt im Filter wird in 2000 ml Wasser aufgelöst. Die resultierende Natriumpikramat-Lösung wird filtriert und zu einer 90 °C heißen Lösung aus 400 ml Wasser und 70 ml 30%-iger Salzsäure gegossen. Nach 24 Stunden ist die reine Pikraminsäure vollständig auskristallisiert, wird herausfiltriert, mit etwas Wasser im Filter gewaschen und kann bei 80 °C getrocknet werden. Die Ausbeute beträgt rund 100 g Pikraminsäure. Dies entspricht 83% des theoretischen Werts.

Beschreibung: Pikraminsäure bildet rote Nadeln (aus Ethanol kristallisiert) oder Prismen (aus Chloroform) mit einem Schmelzpunkt von 169 °C. Pikraminsäure ist ein explosionsfähiger Stoff, dessen Verpuffungspunkt bei 240 °C liegt. Die Löslichkeit in Wasser ist sehr schlecht (0.065 g pro 100 ml bei 22-25 °C), gering in Diethylether und Chloroform, moderat in Ethanol und gut in Benzol, Eisessig und Anilin. Die durch partielle Reduktion von Pikrinsäure bzw. Natriumpikrat mit Natriumhydrogensulfid oder Natriumsulfid hergestellte Pikraminsäure findet Verwendung zur Herstellung von Azofarbstoffen, als Indikator, Eiweißreagenz und ist Ausgangsstoff zur Synthese von Diazodinitrophenol.