

REICHSPATENTAMT
PATENTSCHRIFT

№ 734896

KLASSE 12p GRUPPE 10

D 73040 IVc/12p

Deutsche Waffen- und Munitionsfabriken, AG. in Karlsruhe, Baden

Verfahren zum Umkristallisieren von Diazotriazolkarbonsäure

Patentiert im Deutschen Reich vom 4. Juli 1936 an

Patenterteilung bekanntgemacht am 1. April 1943

Diazotriazolkarbonsäure, die sich durch Diazotieren von Amidotriazolkarbonsäure herstellen läßt, ist gewerblich nur bei Anwendung besonderer Vorsichtsmaßregeln verwendbar, weil sie so fein kristallin anfällt, daß sie beim Trocknen zu harten Stücken zusammenklumpt, deren Zerkleinern zu einem gleichmäßigen Kristallgrieß infolge Explosionsgefahr äußerst bedenklich ist.

Erfindungsgemäß erübrigen sich bei der gewerblichen Verwertung des Stoffes besondere Vorsichtsmaßregeln, wenn man ihn umkristallisiert und den Kristallisationsprozeß so leitet, daß sich eine gleichmäßige Kristallform ausbilden kann, welche die gewünschte grobe, ein Zusammenklumpen ausschließende Korngröße besitzt. Die Umwandlung erfolgt dadurch, daß man den anfallenden Rohstoff, ohne ihn vorher trocknen zu müssen, in eiskalter Salpetersäure, z. B. vom spez. Gewicht 1,4, löst, diese eiskalte Rohlösung filtriert und durch Eingießen der klaren Lösung in viel Eiswasser den reinen Diazokörper zur kristallinen Abscheidung bringt. Dabei setzt sich der Diazokörper als schweres Kristallpulver schnell und klar zu Boden. Dieser kristallisierte Stoff liefert beim Trocknen nur wenig Kristallhäufungen, die lose zusammenhängen und ohne Explosionsgefahr mit einem Gummispatel von Hand oder mittels einer mechanischen Sieborrichtung in ein gleichmäßiges Kristallpulver leicht zerteilt werden können.

Die Verwendung von Salpetersäure schließt

überdies den Vorzug ein, daß selbst bei nicht ganz einwandfreiem Auswaschen zurückbleibende geringe Reste von HNO_3 beim nachfolgenden Trocknungsvorgang aus der Diazosäure restlos flüchtig gehen.

Aus der einschlägigen Literatur geht übrigens nur hervor, daß wasserhaltige Mineralsäuren, wie Salzsäure und verdünnte Schwefelsäure, auf die Diazotriazolkarbonsäure zersetzend wirken. Es bestand wenig Wahrscheinlichkeit dafür, daß eine Reinigung mit Salpetersäure zum Ziele führen könnte. Überraschenderweise erfolgt aber bei Verwendung von Salpetersäure nicht nur keine Zersetzung, sondern man erhält beim Eingießen der salpetersauren Lösung in Eiswasser nach einer Verzögerung von wenigen Minuten gleichsam schlagartig eine fast quantitative Kristallabscheidung des Stoffes in einer handhabungssicheren, gleichmäßigen, groben Kristallform.

Die nach diesem Verfahren hergestellte Diazotriazolkarbonsäure bildet rhombische farblose Blättchen, die bei etwa 130°C verpuffen.

Die gewerbliche Verwertbarkeit der Erzeugnisse wird durch seine brisanten Eigenschaften begründet.

PATENTANSPRUCH:

Verfahren zum Umkristallisieren von Diazotriazolkarbonsäure, dadurch gekennzeichnet, daß diese aus einer kalten, filtrierten Lösung in Salpetersäure durch Zugabe von Eiswasser gefällt wird.