

## 7. Salpetersäure.

### 1) Bestimmung der Dichte durch das Aräometer.

Man bringt die Säure durch Einstellen des Spindelzylinders in ein Gefäß mit kälterem oder wärmerem Wasser (je nach der Temperatur der Säure) auf 15°C und bestimmt die Dichte mittels Aräometers, wobei auf die Bemerkungen bei der Dichtebestimmung der Schwefelsäure verwiesen sei.

Aus entsprechenden Tabellen (z.B. Lunge-Berl, Chem.-techn. Unters. Meth. I 807 (1921); Landolt-Börnstein I, 395 (1923); Lunge und Rey, Z.f. angewandte Chemie 4, 165 (1891) ergibt sich der Prozentgehalt an Salpetersäure aus der bei 15°C ermittelten Dichte, bezogen auf Wasser von 4°C. Die in den Tabellen angeführten Werte sind nur für chemisch reine Säure gültig. Die in der gewöhnlichen Handelssäure enthaltenen Verunreinigungen (vor allem auch der Gehalt an salpetriger Säure bzw. an gelöstem NO<sub>2</sub>) bedingen gewöhnlich eine Erhöhung der Dichte (vgl. Lunge-Berl, a.a.O. S. 805).

Zur genauen Bestimmung des Prozentgehaltes ist es erforderlich, eine der beiden nachstehend angeführten Methoden anzuschließen.

### 2) Gehaltsbestimmung durch Titration mit n/1 Natronlauge.

Man wiegt etwa 2 g der Säure im Kugelröhrchen ein und verfährt genau wie bei der Gehaltsbestimmung der Schwefelsäure angegeben. Statt Methylorange verwendet man hierbei jedoch Methylrot als Indikator und titriert mit n/1 Natronlauge bis zur Gelbfärbung.

Zwei Parallelbestimmungen müssen auf 0,1 % übereinstimmen.

Berechnung: 1 ccm n/1 NaOH = 0,063016 g HNO<sub>3</sub>

$$\text{HNO}_3 = \frac{\text{verbr. ccm n/1 NaOH} \cdot 0,063016 \cdot 100}{\text{Einwage HNO}_3} \text{ Gew.}\%$$

Beispiel:

$$\text{Kugel mit HNO}_3 = 3,1141 \text{ g}$$

$$\text{" tariert} = 1,2375 \text{ g}$$

$$\text{Einwage HNO}_3 = 1,8766 \text{ g}$$

$$\text{Verbraucht: } 15,06 \text{ ccm n/1 NaOH}$$

$$\text{HNO}_3 = \frac{15,06 \cdot 0,063016 \cdot 100}{1,8766} = 50,57$$

$$\text{HNO}_3 = 50,57 \%$$

- 2 -

### 3) Gehaltsbestimmung durch Titration mit Soda.

In einem mit Deckel tarierten Wägegläschen werden etwa 30 g der zu untersuchenden Säure genau gewogen und mittels Trichters mit dest. Wasser in einen 500 ccm Meßkolben gespült, der dann mit dest. Wasser bis zur Marke aufgefüllt wird. Man wägt nun zweimal je etwa 1 g <sup>Soda</sup> (genau gewogen) in mit Deckeln verschließbaren Wägegläschen ab, spült die Soda in einen 250 ccm fassenden Erlenmeyerkolben und titriert nach dem Verdünnen mit etwas dest. Wasser mit der oben hergestellten verdünnten Salpetersäure aus einer Bürette unter Zusatz von Methylrot als Indikator bis zum Farbumschlag nach Gelb. Beide Resultate müssen auf 0,1 % übereinstimmen.

Bezüglich der Hygroskopizität der Soda vgl. das bei der Gehaltsbestimmung der Schwefelsäure mit Soda Gesagte.

Berechnung: a = Angewandte Menge  $\text{HNO}_3$   
 b = angewandte Menge Soda  
 c = verbrauchte ccm  $\text{HNO}_3$ -Lösung

$$1 \text{ ccm } \text{HNO}_3\text{-Lösung} = \frac{a}{500} \text{ g } \text{HNO}_3$$

$$c \text{ ccm " " " } = \frac{a \cdot c}{500} \text{ g } \text{HNO}_3$$

$$b \text{ g Soda} = \frac{63,016 \cdot b}{52,997} \text{ g } \text{HNO}_3$$

Der Prozentgehalt der technischen Salpetersäure an reiner  $\text{HNO}_3$  ergibt sich dann aus der Beziehung:

$$\frac{a \cdot c}{500} : \frac{63,016 \cdot b}{52,997} = 100 : x \quad \text{oder:}$$

$$x = \frac{63,016 \cdot 100 \cdot 500 \cdot b}{52,997 \cdot a \cdot c} \% \text{HNO}_3; \text{ d.h.}$$

$$\text{HNO}_3 = \frac{63,016 \cdot 100 \cdot 500 \cdot \text{Sodaeinwage}}{52,997 \cdot \text{HNO}_3\text{-einwage} \cdot \text{verbr. ccm } \text{HNO}_3\text{-Lösung.}} \text{ Gew.}\%$$

$$\text{Faktor} \frac{63,016 \cdot 100 \cdot 500}{52,997} = 59,453 \quad (\log \text{ Faktor} = 4,77417)$$

Beispiel: a = 31,8352 g Salpetersäure angewandt  
 b = 1,0014 g calc. Soda angewandt  
 c = 36,90 ccm  $\text{HNO}_3$ -Lösung verbraucht

$$\text{HNO}_3 = \frac{\text{Faktor} \cdot 1,0014}{36,90 \cdot 31,8352} = 50,68$$

$$\text{HNO}_3 = 50,68 \%$$

- 3 -

Durch eine Überschlagsrechnung unter Einsetzung des bei der Dichtebestimmung ermittelten Gehaltes ( $s_{150} = 1,318 = 50,38\% \text{ HNO}_3$ ) berechnet man sich vorher etwa die Menge der Salpetersäure und Soda, die anzuwenden sind. Es sollen bei der Titration mindestens 30 ccm und keinesfalls mehr als 50 ccm der verdünnten Salpetersäure verbraucht werden.

4) Bestimmung des Gehalts an Nitrose.

Man bereitet sich eine dem Nitrosegehalt der Säure entsprechende Vorlage von etwa 20 ccm n/10  $\text{KMnO}_4$  (genau gemessen) und etwa 200 ccm dest. Wasser, die man mit verdünnter Schwefelsäure ansäuert und in einem 500 ccm fassenden Becherglas auf  $40-50^\circ\text{C}$  erwärmt. Nun lässt man unter stetem Umrühren aus einer Bürette, deren Ausfluß mit einem Schlauchstück mit Quetschhahn und Glasrohr versehen ist, solange von der zu untersuchenden Säure einfließen, bis eben Entfärbung eintritt, wobei die Säure stets unterhalb der Oberfläche der Vorlage in die Flüssigkeit eintreten muß. Auf diese Weise werden Nitroseverluste vermieden. Man rechnet zweckmäßig auf den Gehalt an  $\text{N}_2\text{O}_4$  im Liter Säure um.

Berechnung: 1 ccm n/10  $\text{KMnO}_4 = 0,0046008 \text{ g N}_2\text{O}_4$

$$\text{N}_2\text{O}_4 = \frac{\text{vorgelegte ccm n/10 KMnO}_4 \cdot 0,0046008 \cdot 1000}{\text{verbr. ccm HNO}_3} \text{ g/Ltr.}$$

Beispiel: Vorgelegt: 14,94 ccm n/10  $\text{KMnO}_4$   
Verbraucht: 29,90 ccm  $\text{HNO}_3$

$$\text{N}_2\text{O}_4 = \frac{14,94 \cdot 0,0046008 \cdot 1000}{29,90} = 2,30$$

---


$$\underline{\underline{\text{N}_2\text{O}_4 = 2,30 \text{ g/Ltr.}}}$$

Durch Berücksichtigung des spezifischen Gewichts  $s$  gelangt man zu dem Nitrosegehalt der Säure in Gew. %.

Ist  $s$  das gefundene spez. Gewicht ( $15/4^\circ$ ) und  $a$  der Nitrosegehalt der Säure <sup>in</sup> g/Ltr., so ist:

$$\text{N}_2\text{O}_4 = \frac{a \cdot 100}{s \cdot 1000} = \text{Gew. \%}$$

Gefunden:  $s = 1,318(15/4^\circ)$   $\text{N}_2\text{O}_4 = \frac{2,30 \cdot 100}{1,318 \cdot 1000} = 0,17$   
 $a = 2,30 \text{ g/Ltr.}$

---


$$\underline{\underline{\text{N}_2\text{O}_4 = 0,17 \text{ \%}}}$$

- 4 -

Anm. Durch Hindurchblasen von Luft durch die Säure kann der Nitrosegchalt der Säure praktisch beseitigt werden. Nach dem Durchblasen wurden folgende Werte bei obiger Säure erhalten:

$$s_{(15/4^0)} = 1,317 = 50,22 \% \text{ HNO}_3$$

$$\text{HNO}_3 = 50,41 \text{ Gew.}\% \text{ (Sodatitration)}$$

$$\text{N}_2\text{O}_4 = 0,06 \text{ g/Ltr.}$$

$$= 0,005 \text{ Gew.}\%$$

-----