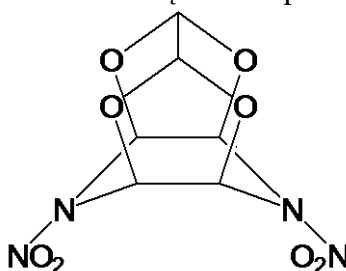


Politechnika Warszawska Wydział Chemiczny Zakład Materiałów Wysokoenergetycznych	Instrukcja zadania		
	Wydanie 1	Strona 1 z 12	Egz. nr 1
TYTUŁ Synteza 4,10-dinitro-2,6,8,12-tetraoksa-4,10-diazaizowurcytanu			

4,10-dinitro-2,6,8,12-tetraoksa-4,10-diazaizowurcytan (TEX) został odkryty po raz pierwszy jako zanieczyszczenie w 2,4,6,8,10,12-heksanitro-2,4,6,8,10,12-heksaizowurcytanu (CL-20). Jest białą, krystaliczną substancją, rozpuszczalną w wielu rozpuszczalnikach takich jak acetonitryl, aceton, butylolaktam, kwas azotowy, octan etylu, pirydyna, DMSO, DMF. Nie rozpuszcza się w 1,2-dichloroetanie, chlorku metylenu, sulfolanie. Strukturę TEX-u przedstawiono na Rys. 1.



Rys. 1. Wzór strukturalny TEX-u.

Ze względu na budowę przestrzenną zalicza się go do polinitroamin o strukturze klatkowej. TEX jest to silny materiał wybuchowy charakteryzujący się dużą gęstością i wysoką termostabilnością, temperatura onset rozkładu wynosi około 260°C (533 K). Ponieważ jego bilans tlenowy jest niższy od RDX, HMX ($BO_{\text{TEX}} = -42,7\%$ a $BO_{\text{RDX}} = -21,6\%$), należy w paliwach rakietowych zawierających TEX stosować wysokoenergetyczne lepiszcza i plastyfikatory. TEX charakteryzuje się małą wrażliwością na bodźce zewnętrzne. Wrażliwość na tarcie, iskrę elektryczną i uderzenie w porównaniu do innych materiałów wybuchowych przedstawiono w Tab. 1.

Tab. 1. Wrażliwość materiałów wybuchowych na bodźce zewnętrzne.

Substancja	Wrażliwość na		
	tarcie [N]	wyładowanie elektryczne E_{50} [mJ]	uderzenie H_{50} [cm]
TEX	>353	318.6	125
NTO ⁽¹⁾	>353	221.0	92
RDX	120	54.2	30
β - HMX	-	87.5	32
ϵ - Cl-20	70	56.7	21
TATB ⁽²⁾	>353	292.9	320
TNT ⁽³⁾	>353	86.7	80-120

NTO⁽¹⁾ – 3-nitro-1,2,4-triazol-5-on,

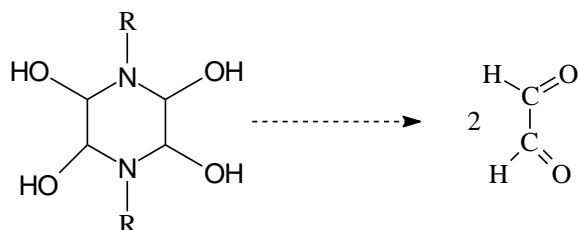
TATB⁽²⁾ – 1,3,5-triaminio-2,4,6-trinitrobenzen,

TNT⁽³⁾ – 2,4,6-trinitrotoluen.

Politechnika Warszawska Wydział Chemiczny Zakład Materiałów Wysokoenergetycznych	Instrukcja zadania		
	Wydanie 1	Strona 2 z 12	Egz. nr 1
TYTUŁ Synteza 4,10-dinitro-2,6,8,12-tetraoksa-4,10-diazaizowurcytanu			

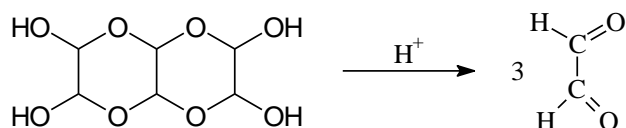
TEX oprócz wysokiej gęstości, niskiej entalpii tworzenia jest również mało wrażliwy na bodźce mechaniczne, co otwiera przed nim szerokie pole zastosowań. Formy użytkowe oparte na tym materiale wybuchowym będą bezpieczne w użytkowaniu. Prawdopodobieństwo na przypadkowe zainicjowanie przemiany wybuchowej przy trafieniu w gotowy wyrób pocisku, czy odłamku będzie małe.

W syntezie TEX-u na pochodną piperazyny działa się mieszaniną silnych kwasów takich jak kwas siarkowy, trifluorooctowy, bezwodnik kwasu trifluorooctowego, kwas solny z kwasem azotowym, pięciotlenkiem azotu lub azotanem amonu. Mechanizm powstawania TEX-u nie jest do końca zbadany. W środowisku reakcji część piperazyny ulega rozkładowi do glioksalu w myśl równania przedstawionego na Rys. 2.



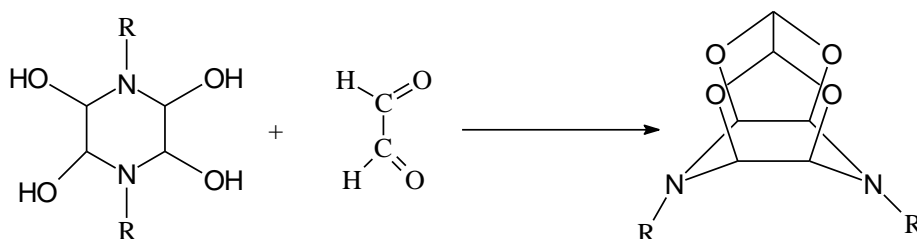
Rys. 2. Powstawanie glioksalu z pochodnych piperazyny w mieszaninie reakcyjnej.

W niektórych syntezach obecny jest jako jeden z substratów dwuwodny trimer glioksalu, który również może rozpaść się w mieszaninie reakcyjnej do glioksalu. Równanie reakcji przedstawiono na Rys. 3.



Rys. 3. Rozpad dwuwodnego trimeru glioksalu w środowisku reakcji.

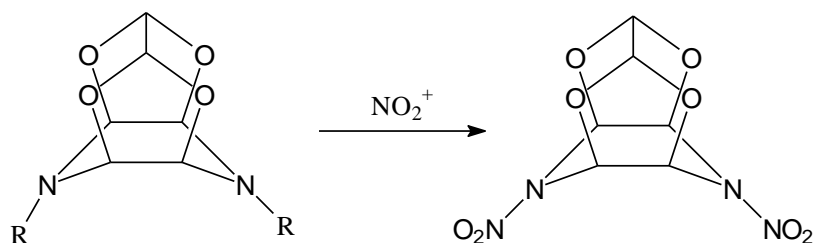
Powstający w środowisku reakcji glioksal reaguje z piperazyną tworząc strukturę izowurcytanu. Obecność silnych kwasów katalizuje powstawanie takiej struktury.



Rys. 4. Powstawanie struktury izowurcytanu z glioksalu i pochodnej piperazyny.

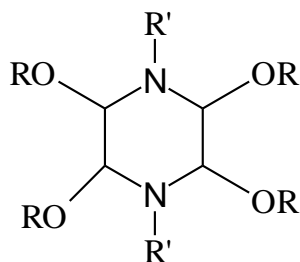
Utworzoną w ten sposób pochodną poddaje się nitrolizie, w której końcowym produktem nitrowana jest 4,10-dinitro-2,6,8,12-tetraoksa-4,10-diazaizowurtzitan.

Politechnika Warszawska Wydział Chemiczny Zakład Materiałów Wysokoenergetycznych	Instrukcja zadania		
	Wydanie 1	Strona 3 z 12	Egz. nr 1
TYTUŁ Synteza 4,10-dinitro-2,6,8,12-tetraoksa-4,10-diazaizowurcytanu			



Rys. 5. Nitroliza pochodnych izowurcytanu do TEX-u.

Na podstawie przeglądu metod opublikowanych w literaturze [1-5] TEX syntezuje się jedynie w reakcji nitrolizy sześciopodstawionych pochodnych piperazyny. Wzór ogólny pochodnych piperazyny przedstawiono na Rys. 6.



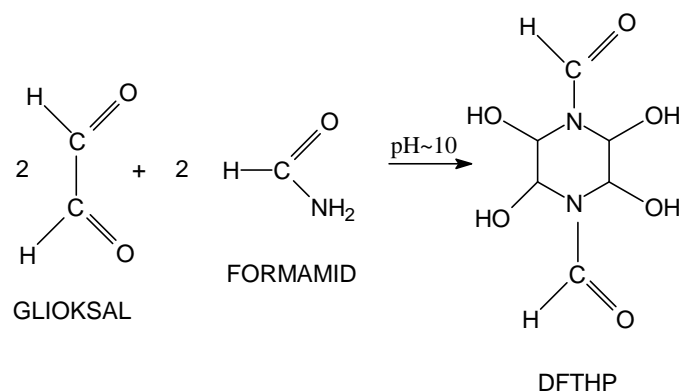
Rys. 6. Wzór ogólny pochodnych piperazyny.

Gdzie: -OR jest łatwo odchodzącą grupą i R może być H, -COR^{''}, -COOR^{''}, -SO₃R^{''}, -NO, -NO₂, grupą acetalową; -R' grupy podlegające nitrolizie takie jak -COR^{''}, -SO₂R^{''}, -NO, -NO₂, -COOR^{''}, t-butyl, cykloheksyl i izopropyl; -R^{''} może być H, węglowodorem od C₁ do C₁₀ takim jak alkil z łańcuchem prostym, rozgałęzionym lub cyklicznym, fenyl, podstawiony fenyl i grupa heterocykliczna (z atomem azotu, siarki lub tlenu).

Piperazyna należy do amin cyklicznych. Zbudowana jest z heterocyklicznego pierścienia sześciocłonowego zawierającego dwa atomy azotu. Z dostępnej literatury wynika, że najbardziej odpowiednią pochodną, z której otrzymano największe wydajności syntezy TEX-u jest 1,4-diformylo-2,3,5,6-tetrahydroxypiperazyna (DFTHP), biała drobnokrystaliczna substancja. W czasie ogrzewania, w temperaturze około 190°C następuje jej powolny rozkład. Bardzo słabo rozpuszcza się w większości rozpuszczalników.

W literaturze opisanych jest kilka metod syntezy DFTHP [3, 4, 6], różnią się one jedynie zastosowanym związkiem katalizującym reakcję kondensacji. Pochodną piperazyny otrzymuje się przez kondensację gliksalu z formamidem w zasadowym środowisku. Schemat reakcji przedstawiono na Rys. 7.

Politechnika Warszawska Wydział Chemiczny Zakład Materiałów Wysokoenergetycznych	Instrukcja zadania		
	Wydanie 1	Strona 4 z 12	Egz. nr 1
TYTUŁ Synteza 4,10-dinitro-2,6,8,12-tetraoksa-4,10-diazaizowurcytanu			



Rys. 7. Synteza 1,4-diformylo-2,3,5,6-tetrahydrospiperazyny z glioksalu i formamidu w zasadowym środowisku.

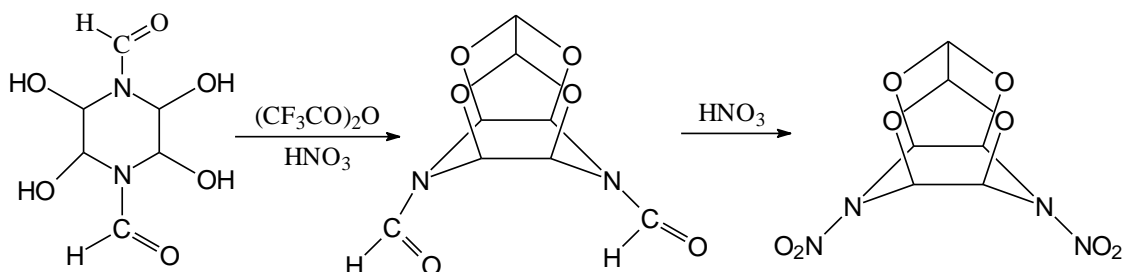
Reakcja jest słabo egzotermiczna, prowadzi się ją w temperaturze 25-45°C. Czas trwania tej reakcji zależy od pH roztworu, katalizatora i wynosi od dwóch do siedemdziesięciu dwóch godzin. Wydajność reakcji 60 ÷ 78%. Podczas syntezy DFTHP zachodzą reakcje uboczne, produkty tych reakcji zanieczyszczają główny produkt. W celu otrzymania czystego związku, surowy produkt można oczyścić przez wygrzewanie w rozcieńczonym kwasie solnym. W tych warunkach piperazyna i zanieczyszczenia ulegają rozkładowi. Głównym zanieczyszczeniem jest 1,2-dihydroksy-1,2-diformamidoetan.

Pierwszą metodą otrzymywania TEX-u, opisaną w literaturze, była metoda podana przez Joseph H. Boyera [3]. Na mieszaninę DFTHP i trimeru glioksalu działano najpierw stężonym kwasem siarkowym, a następnie kwasem azotowym. Reakcję prowadzono w niskich temperaturach, etap początkowy 0 – 10°C a kondycjonowanie 25°C. Metoda ta była czasochłonna (około 52h) i jak podają następne publikacje posiadała kilka wad (eliminujących ją z zastosowania w przemyśle): niską wydajność, trudności z wydzieleniem produktu oraz małą czystość otrzymanego związku.

Kolejną metodą opisaną w literaturze jest reakcja podana przez Thomas K. Highsmith [4]. Do reakcji użyto mieszaninę DFTHP z mocznikiem, którą nitrowano za pomocą mieszaniny kwas azotowy - kwas siarkowy w temperaturze 50°C, a następnie wygrzewano w 65°C. W reakcji otrzymywano związek z wydajnością około 60%, o czystości 97% (HNMR), 3% to pochodna monoformylo-mononitroizowurcytanu. Mocznik dodawano w celu zahamowania reakcji ubocznych.

Jedną z ciekawszych syntez jest otrzymywanie TEX-u z wyodrębnieniem produktu pośredniego, jakim jest 4,10-diformylo-2,6,8,12-tetraoksa-4,10-diazatetracyklo-[5.5.0.0^{5,9}.0^{3,11}]dodekan (DFIW). Reakcja przebiega w myśl równania przedstawionego na Rys. 8.

Politechnika Warszawska Wydział Chemiczny Zakład Materiałów Wysokoenergetycznych	Instrukcja zadania		
	Wydanie 1	Strona 5 z 12	Egz. nr 1
TYTUŁ Synteza 4,10-dinitro-2,6,8,12-tetraoksa-4,10-diazaizowurcytanu			



Rys. 8. Synteza TEX-u z wydzieleniem produktu pośredniego.

Pierwszy etap syntezy – otrzymanie DFIW - zachodzi z dużą wydajnością, jednak drugi etap, nitroliza półproduktu, przebiega z wydajnością poniżej 20%. Wśród metod opisywanych w literaturze znajdują się takie, w których powstaje TEX z bardzo małą wydajnością. W tej pracy nie zajmowano się tymi metodami, ponieważ ze względu na małą wydajność małe są szanse na zastosowanie ich w przemyśle.

Literatura

- [1] T. K. Highsmith, W. W. Edwards, R. B. Wardle, patent WO 95/04062, 1995.
- [2] A. N. Ferguson, G. Fort, patent US 3365454, 1968.
- [3] V. T. Ramakrishnan, M. Vedachalam, J. H. Boyer, Heterocycles 31/3, 1990, 479-480
- [4] R. M. Hajik, J. C. Hinshaw, T. K. Highsmith, patent WO 00/09509, 2000.
- [5] R. B. Wardle, R. M. Hajik, J. C. Hinshaw, T. K. Highsmith, patent US 6107483, 2000.
- [6] S. L. Vail, C. M. Moran, R. H. Barker, Journal Organic Chemistry 1965, 1195-1199.

Politechnika Warszawska Wydział Chemiczny Zakład Materiałów Wysokoenergetycznych	Instrukcja zadania		
	Wydanie 1	Strona 6 z 12	Egz. nr 1
TYTUŁ Synteza 4,10-dinitro-2,6,8,12-tetraoksa-4,10-diazaizowurcytanu			

I. ZADANIA BADAWCZE

Celem prac laboratoryjnych jest otrzymanie TEX-u w wyniku dwuetapowej reakcji. Pierwszy etap polega na syntezie diformylotetrahydroksy piperazyny – DFTHP w wyniku kondensacji gliksalu i formamidu. Drugi etap polega na nitrowanie DFTHP do TEX.

II. ORGANIZACJA STANOWISKA BADAWCZEGO.

1. Przed laboratorium należy:

- Zapoznać się z niniejszą instrukcją
- Zapoznać się z kart charakterystyki z właściwościami fizykochemicznymi i biologicznymi substancji biorących udział w syntezie.
- Sprawdzić obliczenia ilości substratów do reakcji i jeśli to konieczne przeliczyć na zadaną skalę.

2. Przed przystąpieniem do syntezy w laboratorium należy

- Założyć odzież ochronną i elementy ochrony osobistej: fartuch, maskę ochronną, gumowe rękawiczki jednorazowe.
- Przygotować (ew. umyć) sprzęt potrzebny do wykonania syntezy
- Zestawić układ reakcyjny

UWAGA !! PO ZŁOŻENIU ZESTAWU REAKCYJNEGO NALEŻY WEZWAĆ PROWADZĄCEGO W CELU SPRAWDZENIA GOTOWOŚCI DO PRACY ORAZ JAKOŚCI I STANU TECHNICZNEGO ZŁOŻONEGO ZESTAWU.

- Włączyć wyciąg i przygotować substraty do reakcji

3. Podczas pracy należy:

- Przestrzegać przepisów BHP
- Przestrzegać czynności i ich kolejności opisanych w przepisie
- Kontrolować temperaturę reakcji (o ile jest wymagany zadany poziom temperatury) i natychmiast reagować na nagłe jej skoki
- Kontrolować pracę mieszadła
- Kontrolować wkraplanie substratów reakcji jak i samo działanie wkraplacza

4. Przy końcu pracy :

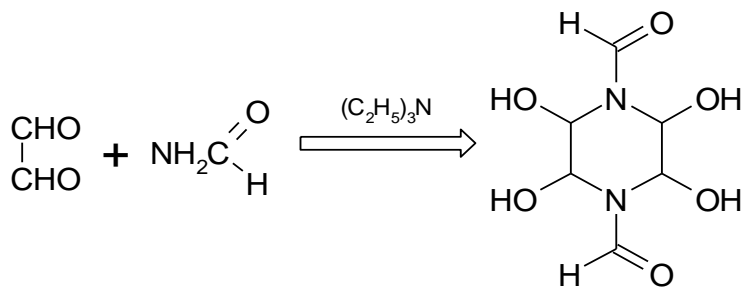
- Wyłączyć grzanie, mieszadło. Wyjąć wtyczki z kontaktu.
- Zlewki / przesącze wylać do odpowiednich pojemników na odpady chemiczne.
- Zakręcić wodę, jeżeli używana była chłodnica zwrotna lub pompa ssąca.
- Umyć sprzęt laboratoryjny.
- Umyć stanowisko pracy.
- Schować sprzęt do szafki.
- Wezwać prowadzącego, by zdać relację z przeprowadzonej operacji

Politechnika Warszawska Wydział Chemiczny Zakład Materiałów Wysokoenergetycznych	Instrukcja zadania		
	Wydanie 1	Strona 7 z 12	Egz. nr 1
TYTUŁ Synteza 4,10-dinitro-2,6,8,12-tetraoksa-4,10-diazaizowurcytanu			

III. PRZEBIEG PRACY

Zadanie 1.

Otrzymywanie tetrahydroksydiformylopiperazyny. Przedmiotem operacji jest otrzymywanie DFTHP



W reakcji tej kondensacji ulega gliksal i formamid w obecności 3-rzędowej aminy (trietyloaminy).

Przyrządy i pomoce		Substancje wchodzące w operacji		
Nazwa	Ilość	Nazwa	Cecha/gatunek	Ilość
Kolba trójszyjna, okrągłodenna, poj. 250ml	1	Gliksal	40% roztwór wodny	85,5 ml
Wkraplacz	1	Formamid	czysty	30 ml
Mieszadło mechaniczne	1	Trietyloamina	czysta	10,5 ml
Termometr	1	Lód		300g
Łaźnia wodna	1			
Cylinder miarowy 100 cm ³	1			
Lejek Schota	1			
Kolbka ssawkowa poj. 1 l	1			
Statyw	1			
Łapy, łączniki do statywu				
Sprzęt BHP				
Fartuch	1			
Maska ochronna	1			
Rękawice gumowe	1 para			

Zestawienie ilości materiałów wejściowych i pozostałości produkcyjnych

Materiały wejściowe			Pozostałości produkcyjne		
Lp.	Nazwa	Ilość	Lp.	Nazwa	Ilość
1.	Gliksal (40% roztw. H ₂ O)	85,5 ml	1.	Woda	34,2 ml
2.	Formamid	30 ml	2.	Trietyloamina	10,5 ml
3.	Trietyloamina	10,5 ml			

Politechnika Warszawska Wydział Chemiczny Zakład Materiałów Wysokoenergetycznych	Instrukcja zadania		
	Wydanie 1	Strona 8 z 12	Egz. nr 1
TYTUŁ Synteza 4,10-dinitro-2,6,8,12-tetraoksa-4,10-diazaizowurcytanu			

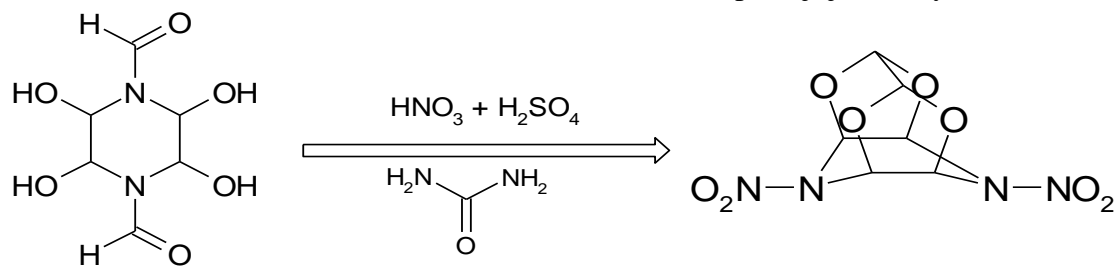
Opis wykonywanych czynności przy syntezie DFTHP

1. Zestawić układ reakcyjny składający się z kolby trój szyjnej, termometru i mieszadła mechanicznego.
2. Włączyć do łaźni zimną wodę. Temperatura łaźni wodnej powinna wynosić 8-10 °C.
3. Do kolby o poj. 250 ml wprowadzić 85.5 ml 40% wodnego roztworu glioksalu (0,75 mola)
4. Włączyć mieszanie, a następnie dodać 30 ml formamidu (0,75 mola)
5. Wprowadzić do kolby 10,5 ml trietyoaminy (0,075 mola) w 2 porcjach. Wprowadzić 1 porcję trietyoaminy, następnie jeśli w ciągu 5 minut nie widać znaczącego wzrostu temperatury dodać 2 porcję. W czasie dodawania trietyoaminy temperatura układu nie może przekroczyć 30 °C.
6. Po wprowadzeniu trietyoaminy prowadzić reakcję przez 2 godziny, pilnując aby temperatura reakcji nie przekroczyła 30 °C, a temperatura łaźni nie przekroczyła 15 °C.
7. Przed końcem reakcji należy przygotować zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem. Po 2 godzinach należy odstawić łaźnię wodną i wyłączyć mieszanie.
8. Mieszaninę poreakcyjną z wytrąconym osadem należy sączyć pod zmniejszonym ciśnieniem. Przemycić wodą aż do odczynu obojętnego (test papierkiem wskaźnikowym) a następnie ok. 100 ml metanolu.
9. Odsączony i przesuszony produkt należy przenieść do papierowego/kartonowego naczynia i zostawić do wyschnięcia. Wydajność reakcji ok. 82%

Politechnika Warszawska Wydział Chemiczny Zakład Materiałów Wysokoenergetycznych	Instrukcja zadania		
	Wydanie 1	Strona 9 z 12	Egz. nr 1
TYTUŁ Synteza 4,10-dinitro-2,6,8,12-tetraoksa-4,10-diazaizowurcytanu			

Zadanie 2.

Zamknięcie klatki i nitrowanie DFTHP do TEX-u. Przedmiotem operacji jest otrzymanie TEX-u



W etapie tym THDPF ulega reakcji zamknięcia klatki – połączenia 2 grup hydroksylowych mostkiem 2 węglowym, a także reakcji nitrowania. Użyty w reakcji mocznik zabezpiecza strukturę klatki przed utleniającym działaniem kwasu azotowego użytego w mieszaninie nitrującej.

Przyrządy i pomoce		Substancje wchodzące w operacji		
Nazwa	Ilość	Nazwa	Cecha/gatunek	Ilość
Kolba trójszyjna okrągłodenna poj.250 ml	1	Kwas azotowy 100%	d = 1,51 g/cm ³	66,7 ml
Wkraplacz	1	Kwas siarkowy 96%	d = 1,84 g/cm ³	50 ml
Mieszadło mechaniczne	1	DFTHP		23,8 g
Termometr	1	Mocznik		3,7 g
Łącznia wodna	1			
Pipeta 10 ml	1			
Cylinder miarowy	1			
Kuchenka elektryczna	1			
Kolbka ssawkowa poj. 1 l	1			
Statyw	1			
Łapy, łączniki do statywu				
Sprzęt BHP				
Fartuch	1			
Maska ochronna	1			
Rękawice gumowe	1 para			

Politechnika Warszawska Wydział Chemiczny Zakład Materiałów Wysokoenergetycznych	Instrukcja zadania		
	Wydanie 1	Strona 10 z 12	Egz. nr 1
TYTUŁ Synteza 4,10-dinitro-2,6,8,12-tetraoksa-4,10-diazaizowurcytanu			

Zestawienie ilości materiałów wejściowych i pozostałości produkcyjnych

Materiały wejściowe			Pozostałości produkcyjne		
Lp.	Nazwa	Ilość	Lp.	Nazwa	Ilość
1.	Kwas azotowy 100%	66,7 ml	1.	Emisje: NO _x	
2.	Kwas siarkowy 96%	50 ml	2.	Emisje: SO _x	
3.	DFTHP	23,8 g	3.	Kwasy odpadowe i rozpuszczone w nich mocznik oraz produkty uboczne	ok.130 ml
4.	Mocznik	3,7 g			

Opis wykonywanych czynności przy syntezie TEX-u

1. Zestawić układ reakcyjny składający się z kolby trójzszyjnej, termometru, chłodnicy zwrotnej i mieszadła mechanicznego.
2. W kolbie umieścić 66,7 ml 100% kwasu azotowego i 50 ml 95% kwasu siarkowego.
3. Na wadze technicznej odważyć 3,7 g mocznika i 23,8 g DFTHP, który otrzymano we wcześniejszym etapie. Substancje te wymieszać i dokładnie rozdrobnić na móżdżerzu .
4. Kolbę zawierającą mieszaninę nitrującą podgrzać na łaźni wodnej do 54 °C, po osiągnięciu tej temperatury zacząć dodawać małymi porcjami rozdrobnioną wcześniej mieszaninę.
5. Ponieważ jest to reakcja silnie egzotermiczna przez cały czas kontrolować temperaturę (dodając odpowiednie ilości mocznika z DFTHP lub chłodząc wodą w razie potrzeby) tak aby mieściła się w zakresie 54- 58 °C (poniżej 54 °C reakcja zachodzi zbyt wolno, ale powyżej 58 °C grozi wykipieniem zawartości kolby na zewnątrz, reakcja przebiega zbyt gwałtownie i dominują procesy utleniania!!!).
6. Po dodaniu całości układ kondycjonować przez 2 godziny cały czas kontrolując temperaturę, tak aby mieściła się w zakresie temperatur 54- 58 °C.
7. Po upływie 2 godzin układ schłodzić do około 0 °C i cały czas mieszając utrzymywać tak przez pół godziny (należy wylać ciepłą wodę z łaźni i nalać zimnej wody a następnie zmienić wodą na mieszaninę zimnej wody z lodem).
8. Następnie osad sączyć pod zmniejszonym ciśnieniem i odlać przesącz.
9. Białe kryształki TEX-u przemyć wodą do odczynu obojętnego, a następnie dużą ilością metanolu.
10. Odsączony i przesuszony produkt należy przenieść do papierowego/kartonowego naczynia i zostawić do wyschnięcia. Wydajność reakcji ok. 39%

Politechnika Warszawska Wydział Chemiczny Zakład Materiałów Wysokoenergetycznych	Instrukcja zadania		
	Wydanie 1	Strona 11 z 12	Egz. nr 1
TYTUŁ Synteza 4,10-dinitro-2,6,8,12-tetraoksa-4,10-diazaizowurcytanu			

PRZEPISY BHP

1. Należy zapoznać się z ogólnymi przepisami BHP zawartymi w instrukcji Zakładu Materiałów Wysokoenergetycznych.
2. Należy zapoznać się z ogólnymi przepisami przeciwpożarowymi zawartymi w instrukcji Zakładu Materiałów Wysokoenergetycznych.
3. Należy się zapoznać z kartami charakterystyk substancji, z którymi będzie się pracować.
4. Pracując z substancjami silnie żrącymi, jak na przykład stężone kwasy (azotowy lub siarkowy):
 - Nosić zawsze rękawice kwasoodporne i maskę.
 - Przestrzegać kolejności mieszania kwasów (wlewać kwas siarkowy do kwasu azotowego).
 - Kwasy przelewać pod wyciągiem, z dala od lotnych rozpuszczalników organicznych.
 - W przypadku kontaktu ze skórą, miejsce kontaktu włożyć pod bieżącą wodę, a następnie udać się do prowadzącego w celu zrobienia opatrunku.
5. Kwas azotowy należy trzymać z dala od materiałów palnych, źródeł ognia i ciepła, w temperaturze poniżej 25°C.
6. Odpadki poreakcyjne zbierać w odpowiednich pojemnikach, uważać przy przelewaniu kwasów ponitracyjnych.
7. Pracując w laboratorium zachować szczególną ostrożność. Należy zapoznać się z dołączonymi kartami charakterystyki odczynników.
8. Rozlane substancje należy odpowiednio zneutralizować, a następnie zebrać do odpowiedniego pojemnika.

Podczas syntezy DFTHP mogą się zdarzyć następujące awarie:

- Awaria mieszadła mechanicznego.
W razie awarii mieszadła mechanicznego: wyłączyć mieszadło z prądu, wezwać prowadzącego, utrzymywać temperaturę cały czas na poziomie poniżej 30°C, razem z prowadzącym spróbować naprawić mieszadło.
- Pęknięcie kolby i rozlanie mieszaniny reakcyjnej.
W przypadku rozlania mieszaniny reakcyjnej należy ją zneutralizować kwasem solnym a następnie usunąć.

Politechnika Warszawska Wydział Chemiczny Zakład Materiałów Wysokoenergetycznych	Instrukcja zadania		
	Wydanie 1	Strona 12 z 12	Egz. nr 1
TYTUŁ Synteza 4,10-dinitro-2,6,8,12-tetraoksa-4,10-diazaizowurcytanu			

Podczas syntezy TEX mogą się zdarzyć następujące awarie:

- Awaria mieszadła mechanicznego.
W razie awarii mieszadła: wyłączyć mieszadło z prądu, zaprzestać dodawania DFTHP, schłodzić układ przy pomocy zimnej wody, wezwać prowadzącego. Razem z prowadzącym spróbować naprawić mieszadło.
- Przy ogrzewaniu temperatura wzrasta zbyt gwałtownie.
Przerwać dodawanie substratu, wyłączyć grzanie, zastosować intensywne chłodzenie. Jeżeli schładzanie nie zatrzyma szybkiego wzrostu temperatury należy zamknąć wyciąg, powiadomić wszystkie osoby pracujące w pobliżu i opuścić pomieszczenie.
- Gdy temperatura jest zbyt wysoka, może nastąpić wykipienie mieszaniny z kolby.
Jeśli taka sytuacja może nastąpić, należy zamknąć wyciąg, powiadomić wszystkie osoby pracujące w pobliżu i opuścić pomieszczenie, powiadomić prowadzącego.
- Pęknięcie kolby i rozlanie mieszaniny reakcyjnej.
W przypadku rozlania mieszaniny reakcyjnej należy ją zneutralizować węglanem lub wodorowęglanem sodu a następnie usunąć.