

**Syntese av TADBIW
(2,6,8,10-tetraacetyl-4,10-dibenzyl-2,4,6,8,10,12-
heksaazaisowurtzitane)**

Gunnar Ove Nevstad

Forsvarets forskningsinstitutt/Norwegian Defence Research Establishment (FFI)

15. desember 2008

FFI-rapport 2008/02328

873

P: ISBN 978-82-464-1479-9

E: ISBN 978-82-464-1480-5

Emneord

Syntese

TADBIW

HBIW

Godkjent av

Jan Ivar Botnan

Avdelingssjef

Sammendrag

TADBIW (2,6,8,12-tetraacetyl-4,10-dibenzyl-2,4,6,8,10,12-heksaazaisowurtzitane) har vært syntetisert ut fra HBIW (2,4,6,8,10,12-heksabenzyl-2,4,6,8,10,12-heksaazaisowurtzitane) ved hydrogenering i eddiksyreanhydrid katalysert med palladium katalysator. I tillegg har bromobenzene vært benyttet som katalysator og i de fleste tilfeller N,N-dimethylformamid (DMF) som hjelpeløsemiddel.

Flere metoder for å fremstille TADBIW har vært studert hvor ulike hjelpeløsemiddel har vært benyttet i tillegg til eddiksyreanhydrid. I de første forsøkene hvor eddiksyreanhydrid ble benyttet både som reagens og løsemiddel, ga tilfredsstillende utbytte, men det var vanskelig å isolere og fremstille ren TADBIW siden den er løselig i eddiksyreanhydrid. Ved å benytte hjelpeløsemiddelet DMF kan produktet TADBIW sammen med katalysator isoleres fra reaksjonsblandingen ved filtrering. Dette gir et renere produkt og en materie som er enklere å arbeide med. Det siste løsemiddelet som ble forsøkt var 1-metyl-2-pyrrolidone (NMP). I tillegg til moderat utbytte ga NMP de samme problemene ved isolering av produktet som eddiksyreanhydrid, da TADBIW er løselig i NMP.

Tre ulike Pd-katalysatorer har vært benyttet. Innledningsvis ble vannfuktet Pd og PdOH₂ på aktivkullpulver fra Sigma-Aldrich benyttet. Begge katalysatorene ga tilfredsstillende utbytte, men siden vi hadde behov for større mengder ble 10 g enheten som Sigma-Aldrich kunne tilby for kostbare, og vi skiftet til Degussa som leverandør av katalysator. De lever katalysator i kilogramskala til nærmest samme pris som Sigma-Aldrich tar for 10 g. Katalysatoren vi benyttet fra Degussa var vannfuktet med handelsnavn "Palladium catalyst 5-10 % Pd on activated carbon, E 101 NE/W 10 %".

Fra syntesene gjennomført i DMF ble ren TADBIW fremstilt ved gjentatte ekstraksjoner med kloroform av den faste fraksjonen fra filtreringen av reaksjonsblandingen. Ekstraksjoner ble gjentatt inntil kun svart katalysator var tilbake i filteret.

Ved produksjon av større mengder TADBIW som skal bearbeides videre til CL-20 er isolering av ren TADBIW ikke nødvendig. TADBIW inneholdende Pd-katalysator kan benyttes direkte i fremstilling av TADFIW (2,6,8,12-tetraacetyl-4,10-diformyl-2,4,6,8,10,12-heksaazaisowurtzitane) etter fjerning av forbindelser som forgifter Pd-katalysatoren. Ved oppslemming av TADBIW/Pd-katalysator produktet etter filtrering av reaksjonsblandingen i enten DMF eller sprit etterfulgt av en ny filtrering og tørking oppnås et produkt som lar seg hydrogenere i maursyre uten problemer til TADFIW.

Et stort antall synteser i 270 g skala er gjennomført i 2-liter Parr glassreaktor med DMF som løsemiddel og hvor TADBIW/Pd-katalysator utbytte etter rensing og tørking var stabilt og gjennomsnittlig på 79 %.

English summary

TADBIW (2,6,8,12-tetraacetyl-4,10-dibenzyl-2,4,6,8,10,12-hexaazaisowurtzitane) have been synthesized from HBIW (2,4,6,8,10,12-hexabenzyl-2,4,6,8,10,12-hexaazaisowurtzitane) by hydrogenation in acetic acid anhydride catalyzed by palladium catalyst. In addition has bromobenzene been used as catalyst and in most cases N, N-dimethylformamide (DMF) as co-solvent.

Different methods to produce TADBIW have been studied as by using different co-solvent in addition to acetic acid anhydride. In the first experiments where acetic acid anhydride was used both as reagent and solvent gave satisfactory yields. However, since TADBIW is soluble in acetic acid anhydride it was difficult to isolate and produce pure TADBIW. By using the co-solvent DMF TADBIW together with the Pd catalyst can be isolated from the reaction mixture by filtration. This gives a purer product and a material that is easier to work with. The last solvent that was tried was 1-methyl-2-pyrrolidone (NMP). In addition to moderate yield gave NMP the same problems to isolate TADBIW as acetic acid anhydride, since TADBIW is soluble in NMP.

Three different Pd catalysts have been used in the hydrogenation of HBIW. Introductorily water wet Pd and PdOH₂ catalysts on activated carbon from Sigma-Aldrich were used. Both catalysts gave satisfactory yields, however since we needed large amount of the catalyst was the 10 g units that Sigma-Aldrich could offer to expensive, and we did change to Degussa as supplier. They deliver catalyst in kilogram quantities to a cost not significant different from the cost of Sigma-Aldrich 10 g quantity. The catalyst supplied by Degussa had the trade name: water wet Palladium catalyst 5-10 % Pd on activated carbon, E 101 NE/W 10 %.

Pure TADBIW from the syntheses performed in DMF was obtained by repeatedly extractions with chloroform of the solid fraction after filtering the reaction mixture. The extractions were repeated until only black catalyst remained in the filter.

For production of TADBIW to be used for producing CL-20 is isolation of pure TADBIW not necessary. A product containing TADBIW and Pd catalyst can be used directly in the synthesis of TADFIW (2,6,8,12-tetraacetyl-4,10-diformyl-2,4,6,8,10,12-hexaazaisowurtzitane) after poisoning compounds for the catalyst have been removed. By making a slurry of the solid mixture of TADBIW/Pd catalyst by adding either DMF or ethanol and perform a new filtration followed by drying, is a product obtained that can be hydrogenated in formic acid to TADFIW with out problems.

A large number of syntheses in 270 g scale have been performed in a 2-litre Parr glass reactor. As co-solvent has DMF been used giving a yield of TADBIW/ Pd catalyst after purification and drying that was stable and on average 79 %.

Innhold

1	Innledning	7
2	Eksperimentelt	8
2.1	Forsøk 1	9
2.2	Forsøk 2	9
2.3	Syntese nr 3	10
2.4	Syntese nr 4	10
2.5	Syntese nr 5.	11
2.6	Syntese nr 6	12
2.7	Syntese nr 7	12
2.8	Syntese nr 8	13
2.9	Syntese nr 9	13
2.10	Syntese nr 10	14
2.11	Syntese nr 11	14
2.12	Syntese nr 14	15
2.13	Syntese nr 15	15
3	Resultat	16
3.1	Innledende hydrogeneringsforsøk av HBIW	16
3.1.1	Syntese nr 1	16
3.1.2	Syntese nr 2	16
3.1.3	Syntese nr 3.	17
3.1.4	Syntese nr 4.	18
3.1.5	Syntese nr 5-7	20
3.1.6	Syntese Nr 8	21
3.1.7	Syntese nr 9 (4/1-2006)	21
3.1.8	Syntese Nr 10 og 11	23
3.1.9	Syntese Nr 14 (010206)	23
3.1.10	Syntese Nr 15 (2/2-2006)	25
3.2	Oppskalering serie I	25
3.2.1	Løsemiddel 1-methyl-2-pyrrolidone (NMP)	29
3.2.2	90 g HBIW synteser	29
3.3	Oppskalering - måling av temperatur	32
3.3.1	Syntese 174	33
3.3.2	Syntese 175	34
3.3.3	Syntese 176	34
3.3.4	Syntese 177	35

3.3.5	Syntese 178	36
3.3.6	Syntese 181	36
3.3.7	Syntese 182	37
3.3.8	Syntese 183	38
3.3.9	Syntese 184	38
3.3.10	Syntese 185	39
3.3.11	Syntese 186	40
3.4	Oppskalert TADBIW	40
3.5	Avsluttende synteser	41

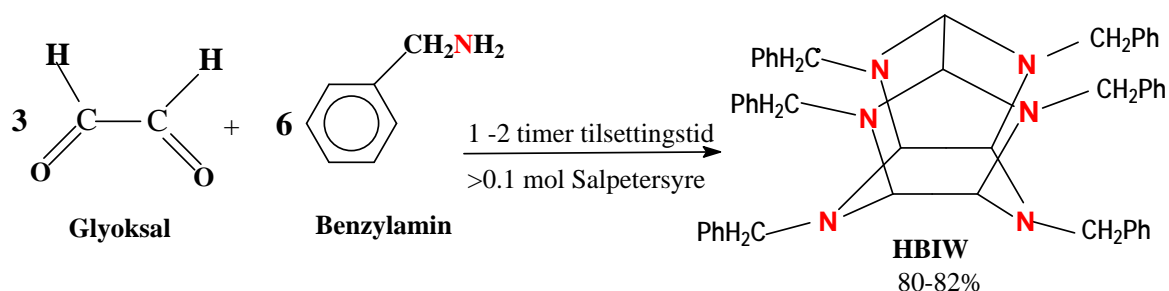
Appendix A Råvarer 43

A.1	Eddiksyreanhydrid	43
A.1.1	Egenskaper til eddiksyreanhydrid	43
A.1.2	HMS datablad for eddiksyreanhydrid	44
A.2	N,N-dimethylformamid	49
A.2.1	Egenskaper til DMF	49
A.2.2	HMS datablad for DMF	50
A.3	Brombenzen	55
A.3.1	Egenskaper til brombenzen	55
A.3.2	HMS datablad for brombenzen	56
A.4	Palladium på aktivkullpulver	63
A.4.1	Produktspesifikasjon til Pd/C	63
A.4.2	Analysesertifikat Batch 2006-5006	64
A.4.3	Analysesertifikat Batch 2007-6377	65
A.4.4	Analysesertifikat Batch 2007-6546	66
A.4.5	HMS datablad for Pd /C	67

Referanser 74

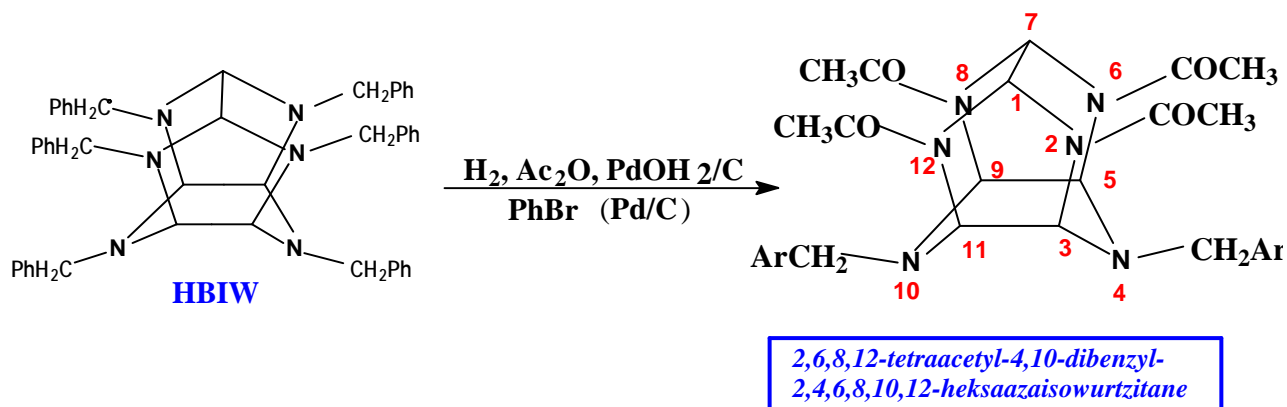
1 Innledning

Prosjekt 873 er en del av et internasjonalt samarbeid om synteser av energirike forbindelser hvor 9 nasjoner har deltatt. Prosjektet ble startet i 2003 og vil bli fullført i 2008. FFI har i samarbeid med Chemring Nobel (tidligere Dyno Nobel) vært norske deltakere i prosjektet som opprinnelig var et WEU (Western European Union) prosjekt EUCLID CEPA-14 RPT-10 "Synthesis of Nitrocompounds for use in Energetic Materials". Fra 2006 ble prosjektet overført til EDA (European Defence Agency). Norge har studert syntesen av CL-20, 2,4,6,8,10,12-heksanitro-2,4,6,8,10,12-heksaazaisowurtzitane, en forbindelse med høy tetthet og høyt energiinnhold. Isowurtzitane er grunnstrukturen i CL-20 og fremstilles normalt ved at glyksal og benzylamin reagerer i surt miljø. Arnold Nielsen (1,2) var den første til å fremstille 2,4,6,8,10,12-hexabenzyl-2,4,6,8,10,12-hexaazaisowurtzitane (HBIW). Fremstillingen av HBIW, det første trinnet i en relativt omfattende prosess for å oppnå sluttproduktet CL-20 er gitt i (3). Vi har benyttet betingelsen gitt i figur 1.1.



Figur 1.1 Reaksjonslikning for HBIW.

I denne rapporten vil studier for fremstilling av 2,6,8,12-tetraacetyl-4,10-dibenzyl-2,4,6,8,10,12-heksaazaisowurtzitane (TADBIW) bli rapportert. TADBIW oppnås ved acetylering av HBIW under hydrogenatmosfære ved bruk av Pd-katalysator og dimethylformamid som løsemiddel.



Figur 1.2 Reaksjonsskjema for fremstilling av TADBIW fra HBIW.

Figur 1.2 viser at i tillegg til vannfuktet Palladium hydroksyd katalysator på aktivkullpulver benyttes brombenzen som katalysator i overføringen av HBIW til TADBIW. I stedet for Palladium hydroksyd katalysator på aktivkullpulver kan Palladium-katalysator på aktivkullpulver

benyttes som katalysator. Bakgrunnen for at benzyllgruppene i HBIW må skiftes ut med acetylgrupper er at disse lar seg nitrere i motsetning til benzyllgrupper. En reaksjon som er nødvendig for å oppnå CL-20 (4-7).

2 Eksperimentelt

Etter at HBIW var omkrystallisert fra acetonitril ble den videre bearbeidet ved å skifte ut 4 benzyllgrupper med 4 acetylgrupper. FFI har i denne prosessen benyttet en Parr hydrogeneringsapparat utstyrt med en 4-liters lagertank for hydrogen og enten en 1- eller 2-liter glassflaske som reaktor. Bilde av apparaturen er vist i figur 2.1. Vi har benyttet både 1- og 2-liters reaktor avhengig av mengdene som har vært reagert. Under de innledende forsøkene med bruk av opptil 90 g HBIW ble syntesene gjennomført i 1-liters reaktoren uten etterfylling av hydrogenlagertanken. For synteser hvor 270 g HBIW ble benyttet ble lagertanken koblet til en ekstern hydrogenflaske eller til nett så lagertanken kunne etterfylles uten at syntesen ble midlertidig stoppet. Syntesene hvor 270 g HBIW ble benyttet ble gjennomført i 2-liters reaktor. Alle syntesene ble gjennomført ved romtemperatur og uten noen form for kjøling av reaktor.



Figur 2.1 Parr hydrogeneringsapparat med glassreaktorene opp til høyre i bildet

2.1 Forsøk 1

Benyttet råvarer:

HBIW:	30.0 g	0.04232 mol
Eddiksyreanhydrid:	50.0 g	0.4898 mol
DMF (Dimethylformamid)	100.0 g	
Degussa type E 101 katalysator fra Sigma-Aldrich (Palladium, 10 wt% (dry basis) on activated carbon, wet).	3.0 g	

Alle reagenser ble tilsatt reaksjonsflasken som umiddelbart ble fylt/tømt (degasset) to ganger med hydrogen. Startet med et trykk på 50 psi på hovedtank. Etter at reaksjonsflasken var fylt siste gang var trykket redusert til 26 psi. Forbruket av hydrogen er gitt i tabell 2.1

<i>Dato</i>	<i>Tid</i>	<i>Hovedtank (psi)</i>	<i>Reaktor (psi)</i>	<i>Dato</i>	<i>Tid</i>	<i>Hovedtank (psi)</i>	<i>Reaktor (psi)</i>
100105	13:18	26	26		15:01		12
	13:23		23		15:20	18	10
	13:25		18		15:45		14
	13:28		17		16:03	17	12
	13:39		12		16:26		15
	13:45	22.5	10		16:47	16	13
	13:52		18.5		17:13	15	14
	14:00		16		17:16		15
	14:05		14	110105	9:05	13	4.5
	14:15		12		10:00	12	12
	14:26	20	10		10:43	12	12
	14:40		16		12:15	12	12
	14:55		13				

Tabell 2.1 Forbruk av hydrogen i syntese nr 1.

Hovedtanken har et volum på 4 liter. Reaktoren har et volum på 1 liter.

2.2 Forsøk 2

Siden mye av utgangsstoffet i den første syntesen ble gjenvunnet ureagert i tillegg til at det så ut som noe av det lå på glassveggen ble mengden løsemiddel doblet. Benyttet råvarer:

HBIW:	30.0 g	0.04232 mol
Eddiksyreanhydrid:	50.0 g	0.4898 mol
Bromobenzen (157.02)	0.6 g	0.00382 mol
DMF (Dimethylformamid)	200.0 g	
Degussa type E 101 katalysator fra Sigma-Aldrich (Palladium, 10 wt% (dry basis) on activated carbon, wet).	3.0 g	

Alle reagensene ble tilsatt reaksjonsflasken som umiddelbart ble fylt/tømt (degasset) tre ganger med hydrogen. Startet med et trykk på 50 psi på hovedtank. Etter at reaksjonsflasken var fylt siste gang var trykket redusert til 28 psi. Forbruket av hydrogen er gitt i tabell 2.2.

<i>Dato</i>	<i>Tid</i>	<i>Hovedtank (psi)</i>	<i>Reaktor (psi)</i>	<i>Dato</i>	<i>Tid</i>	<i>Hovedtank (psi)</i>	<i>Reaktor (psi)</i>
130105	10:25	28	28	130105	13:30*		17.5
	10:43		26		14:08		17
	11:20		23		14:52		16.8
	12:04		19		15:45	16.5	16.5

* Temperaturen i reaksjonsflasken romtemperatur +.

Tabell 2.2 Forbruk av hydrogen i syntese nr 2.

Forbruk H₂-gass: $PV = nRT$ Fra tabell 2.2 er forbruket fra 4-liters tank 11.5 psi som i mol svarer til. $n = PV/RT = 11.5 \times 6894.76095 \text{ N/m}^2 \times 0.004 \text{ m}^3 / 8.31432 \text{ J/mol K} \times 298.15 \text{ K} = \underline{\underline{0.12794 \text{ mol}}}$

2.3 Syntese nr 3

Selv om vi hadde lyktes med å oppnå ønsket produkt fra syntese nr 2 ble det foretatt endringer med hensyn på løsemiddel samt bytte av katalysator. Mengden utgangsstoff i syntese 3 ble doblet i forhold til syntese 2. Eddiksyreanhydrid ble benyttet både som løsemiddel og acetylingsagent.

Benyttet råvarer:

HBIW:	60.0 g	0.08463 mol
Eddiksyreanhydrid: (molvekt 102.09)	220.0 g	2.1550 mol
Bromobenzen: (157.02)	1.6 g	0.00382 mol
Palladiumhydroxid auf Kohle katalysator fra Sigma-Aldrich (20 Gew. %Pd auf Trocken basis)	15.0 g	

Alle reagenser ble tilsatt reaksjonsflasken som umiddelbart ble fylt/tømt (degasset) tre ganger med hydrogen. Startet med et trykk på 60 psi på hovedtank. Etter at reaksjonsflasken var fylt siste gang var trykket redusert til 30 psi. Forbruket av hydrogen er gitt i tabell 2.3.

<i>Dato</i>	<i>Tid</i>	<i>Reaktor (psi)</i>	<i>Hovedtank (psi)</i>	<i>Dato</i>	<i>Tid</i>	<i>Reaktor (psi)</i>	<i>Hovedtank (psi)</i>
170105	10:10	30	30	170105	12:55	8	
	10:20	25.5			13:35	7.5	
	10:40	14			14:35	7	
	10:55	12			16:45	6.5	6.5
	11:20	10					

Tabell 2.3 Viser forbruk av hydrogen i løpet av reaksjonen av HBIW til TADBIW.

Forbruk H₂-gass fra hovedtank 23.5 psi som i mol tilsvarer:

$$n = PV/RT = 23.5 \times 6894.76095 \text{ N/m}^2 \times 0.004 \text{ m}^3 / 8.31432 \text{ J/mol K} \times 298.15 \text{ K} = \underline{\underline{0.26145 \text{ mol}}}$$

2.4 Syntese nr 4

Syntese 4 var en kopi av syntese 3. Benyttet råvarer:

HBIW:	60.0 g	0.08463 mol
Eddiksyreanhydrid: (102.09)	220.0 g	2.1550 mol
Bromobenzen (157.02)	1.6 g	0.00382 mol
Palladiumhydroxid auf Kohle katalysator fra Sigma-Aldrich (20 Gew. %Pd auf Trocken basis)	15.0 g	

Alt ble tilsatt reaksjonsflasken som umiddelbart ble fylt/tømt (degasset) tre ganger med hydrogen. Startet med et trykk på 70 psi på hovedtank. Etter at reaksjonsflasken var fylt siste gang var trykket redusert til 40 psi. Forbruket av hydrogen er gitt i tabell 2.4.

Dato	Tid	Hovedtank (psi)	Reaktor (psi)	Dato	Tid	Hovedtank (psi)	Reaktor (psi)
260105	10:54	39.5	39.5		14:40		17.5
	11:06		35.5		16:18		16.5
	11:22		30		17:35	16*	16
	11:54		21	270105	9:00	16	14
	12:09		20		9:55		11.5
	12:45		19.5			15**	15
	13:15		19		11:00	15	15
	13:40		18.5		12:15	15	15

*Hovedtank stengt. **Ventil til hovedtank åpnet.

Tabell 2.4 Forbruk av hydrogen for TADBIW syntese nr 4.

Forbruket av H₂-gass på 24.5 psi svarer til i mol:

$$n = PV/RT = 24.5 \times 6894.76095 \text{ N/m}^2 \times 0.004 \text{ m}^3 / 8.31432 \text{ J/mol K} \times 298.15 \text{ K} = \underline{\underline{0.2726 \text{ mol}}}$$

2.5 Syntese nr 5.

I forhold til syntese 4 ble katalysatoren skiftet til palladium på aktivkullpulver og mengden redusert til det halve. Benyttet råvarer:

HBIW:	60.0 g	0.08464 mol
Eddiksyreanhydrid:	199 ml	
Bromobenzen (157.02)	1.6 g	0.00382 mol
Degussa type E 101 katalysator fra Sigma-Aldrich (Palladium, 10 wt% (dry basis) on activated carbon, wet).	7.3 g	

Alt ble tilsatt reaksjonsflasken som umiddelbart ble fylt/tømt (degasset) tre ganger med hydrogen. Startet med et trykk på 50 psi på hovedtank. Etter at reaksjonsflasken var fylt siste gang var trykket redusert til 37 psi. Dag to ble hovedtank påfyll mer hydrogen siden trykket hadde sunket til kun 8 psi. Forbruket av hydrogen er gitt i tabell 2.5

Dato	Tid	Reaktor (psi)	Hovedtank (psi)	Dato	Tid	Reaktor (psi)	Hovedtank (psi)
140205	10:08	37	37		14:24	11.0	
	10:17	27			14:40	10.5	8
	10:22	22			14:55	45	63(74)
	10:30	17			15:22	42.5	
	10:40	11.5			16:30	40	
	10:47	7	31		18:00	39	43
	11:03	26.5		150205	9:30	37	43
	12:03	17.0	17		10:55	36.5	
	12:45	14.5			12:00	36	
	13:32	12.5			14:25	34.5	

* Temperaturen på reaksjonsflasken romtemperatur+.

Tabell 2.5 Forbruk av hydrogen for syntese nr 5 av TADBIW.

Forbruk H₂-gass: PV=nRT

$$n = PV/RT = 49 \times 6894.76095 \text{ N/m}^2 \times 0.004 \text{ m}^3 / 8.31432 \text{ J/mol K} \times 298.15 \text{ K} = \underline{\underline{0.5451 \text{ mol}}}$$

Etter filtrering for fjerning av katalysator var det tilbake en gul oransje løsning. Inndamping på rotavapor ga en mørkerød seig olje som ble tilsatt acetonitril til den var i løsning. Etter flere forsøk på å oppnå et krystallinsk produkt ble forsøk på isolering av produktet gitt opp.

2.6 Syntese nr 6

Råvarer:

HBIW	60.0 g
Brombenzen	1.6 g
Eddiksyreanhydrid	228.0 g
Palladiumhydroxid auf Kohle katalysator fra Sigma-Aldrich (20 Gew. %Pd auf Trocken basis)	15.0 g

<i>Dato</i>	<i>Tid</i>	<i>Reaktor (psi)</i>	<i>Hovedtank (psi)</i>	<i>Dato</i>	<i>Tid</i>	<i>Reaktor (psi)</i>	<i>Hovedtank (psi)</i>
101105	10:00	25	25		13:00	38	
		6	10		13:45	35	
	10:35	40	75		14:30	32	
	10:45	10→40	65		15:05	30	
	11:00	20→40	55		16:30	27+	
	11:15	35			17:30	26 (risting stoppet)	
	11:30	31		111105	9:30	24.5	
	12:00	27			11:00	21.5	
	12:30	24→40	51		13:30	21	51 stop

* 2 uttømminger/degassinger

Tabell 2.6 Forbruk av hydrogen for syntese nr 6 av TADBIW.

Filtrert og vasket reaktorflaske/filtrat med 20 ml eddiksyreanhydrid. Dampet så inn løsningen på rotavapor og satte rest i kjøleskap.

2.7 Syntese nr 7

Råvarer:

HBIW	30.0 g
Brombenzen	0.8 g
Eddiksyreanhydrid	150.0 g
Palladiumhydroxid auf Kohle katalysator fra Sigma-Aldrich (20 Gew. %Pd auf Trocken basis)	7.5 g

<i>Dato</i>	<i>Tid</i>	<i>Reaktor (psi)</i>	<i>Hovedtank (psi)</i>	<i>Dato</i>	<i>Tid</i>	<i>Reaktor (psi)</i>	<i>Hovedtank (psi)</i>
161105	10:40	51 hovedtank etter tre utskyllinger 22 på begge			13:10	31→40	57
	10:55	40	68		14:00	37.5	
	11:14	30→40	63.5		14:55	34.0	
	11:27	34→40	62.5		15:42	32.	
	12:00	25→40	59		16:20	30.5	57
	12:25	35					

Tabell 2.7 Forbruk av hydrogen for syntese nr 7 av TADBIW.

25/11 Utfelt vasket materiale 8.2 g, 3/1 Utfelt 2.67 g hvit stoff fra filtrat. 10/1 2.5 g (IR 2 (7)).

2.8 Syntese nr 8

Råvarer:	
HBIW	40.0 g
Brombenzen	1.08 g
Eddiksyreanhydrid	72.0 g
N,N-Dimethylformamid	360.0 g
Palladiumhydroxid auf Kohle katalysator fra Sigma-Aldrich	2.0 g
(20 Gew. %Pd auf Trocken basis)	

Dato	Tid	Reaktor (psi)	Hovedtank (psi)	Dato	Tid	Reaktor (psi)	Hovedtank (psi)
231105	10:20	27	27		17:30	39	
	10:50	25.5	25.5	241105	9:30	37	
	11:00	40	70→66		10:30	33.5	
	11:15	35→40	65		11:15	32.5	
	14:05	24→40	52→49		12:00	31.0	
	14:30	38			13:00	29.5	
	14:50	37			14:25	27	
	15:15	35			17:00	23.5	
	15:55	32.5		251105	9:00	20	
	16:25	31.5			11:25	19	
	17:04	30.0→40	48				

Tabell 2.8 Forbruk av hydrogen for syntese nr 8 av TADBIW.

Reaksjonsblandingen stod noen tid før opparbeiding. Noe hvitt stoff var felt ut på toppen av kullet (katalysatoren). Prøven (700 ml) ble grov skilt ved dekantering. Rest i reaktoren ble filtrert. All væske dekantert og fra filtrering ble så dampet inn til tørrhet på rotavapor. Rest en rødbrun olje ble tilsatt acetonitril til alt var løst og satt i kjøleskap natten over. Neste dag var det utfelt krystallinske materiale som ble filtrert fra og vasket med sprit (13.6 g). Ytterlige 7 g ble ekstrahert ut med kloroform. Smeltepunkt 320°C.

2.9 Syntese nr 9

Råvarer:	
HBIW	40.00 g
N,N-Dimethylformamid	400.00 g
Brombenzen	1.08 g
Eddiksyreanhydrid	65.09 g
Palladiumhydroxid auf Kohle katalysator fra Sigma-Aldrich	9.60 g
(20 Gew. %Pd auf Trocken basis)	

Dato	Tid	Reaktor (psi)	Hovedtank (psi)	Dato	Tid	Reaktor (psi)	Hovedtank (psi)
40106	10:16	37	37		14:40	31.0→40	60
	10:27	33			15:30	36.0	60
	10:48	26			16:30	32.0	
	11:24	22			16:50	31.0	
	12:10	20		50106	9:00	29→40	58
	12:50	0→40	71→63		10:35	37	
	13:10	34→41	62		11:18	37	

Tabell 2.9 Forbruk av hydrogen for syntese nr 9 av TADBIW.

Etter avbrutt hydrogenering ble reaksjonsblandingen filtrert. I filteret var 56 g fuktig masse som ble kokt med flere porsjoner kloroform med filtrering etter hver koking. Tilsamen ble det benyttet omlag 800 ml kloroform som etter hver filtrering ble fjernet på rotavapor. Det ble så gjennomført forsøk på krystallisasjon av produktet fra eddiksyre. Lite eller ingenting av produktet løste seg i eddiksyre, det meste falt lett ut av løsningen. Løsningen ble derfor dampet inn på rotavapor til tørrhet. Etter tørking i vakuum veide produktet 24.5 g. IR-spekter av produktet er identisk med hva Maxam i Spania har publisert (8). Smeltepunktet ble målt til 304°C.

2.10 Syntese nr 10

Råvarer:

HBIW	40.00 g
N,N-Dimethylformamid	400.00 g
Brombenzen	1.08 g
Eddiksyreanhydrid	65.09 g
Palladiumhydroxid auf Kohle katalysator fra Sigma-Aldrich (20 Gew. %Pd auf Trocken basis)	9.60 g

Dato	Tid	Reaktor (psi)	Hovedtank (psi)
100106	10:23		58
	10:38		45
	11:12		36
	12:15		33
	17:40		27

Tabell 2.10 Forbruk av hydrogen for syntese nr 10 av TADBIW.

Utbytte 19.76 g. Smeltepunkt 304°C.

2.11 Syntese nr 11

Råvarer:

HBIW	40.00 g	56.4 mmol
N,N-Dimethylformamid	350.00 g	
Brombenzen	1.08 g	
Eddiksyreanhydrid	65.09 g	637.6 mmol
Palladiumhydroxid auf Kohle katalysator fra Sigma-Aldrich (20 Gew. %Pd auf Trocken basis)	9.60	

Dato	Tid	Reaktor (psi)	Hovedtank (psi)	Dato	Tid	Reaktor (psi)	Hovedtank (psi)
120106	10:30	40	60→54		14:50	28→33	33.5
	10:45	18			15:30	29→33	3
	12:45	35	35		17:10	26.5→32	32
	13:50	26→34	34	130106	9:55	30	32

Tabell 2.11 Forbruk av hydrogen for syntese nr 11 av TADBIW.

Utbytte 15.6 g. Smeltepunkt 303-304°C.

2.12 Syntese nr 14

Råvarer:

HBIW	60.0 g
Brombenzen	1.6 g
Eddiksyreanhydrid	97.5 g
Palladiumhydroxid auf Kohle katalysator fra Sigma-Aldrich (20 Gew. %Pd auf Trocken basis)	15.0 g
N,N-Dimethylformamid	400.0 g

<i>Dato</i>	<i>Tid</i>	<i>Reaktor (psi)</i>	<i>Hovedtank (psi)</i>
310106	10:10	40	60
	11:10	38	59
	12:30	Tilsatt 3 g Pd	54
	13:20	30→40	52
010206		36→	50

Tabell 2.12 Forbruk av hydrogen for syntese nr 14 av TADBIW.

2.13 Syntese nr 15

Råvarer:

HBIW	60.0 g	84.6 mmol
Brombenzen	1.6 g	
Eddiksyreanhydrid	97.5 g	955.0 mmol
Palladiumhydroxid auf Kohle katalysator fra Sigma-Aldrich (20 Gew. %Pd auf Trocken basis)	12.48 g	
N,N-Dimethylformamid	400.0 g	

<i>Dato</i>	<i>Tid</i>	<i>Reaktor (psi)</i>	<i>Hovedtank (psi)</i>	<i>Dato</i>	<i>Tid</i>	<i>Reaktor (psi)</i>	<i>Hovedtank (psi)</i>
20206	9:55	40	57		12:05	28→38	38
	10:00	27→40	55		12:50	30→37	37
	10:10	18→44	50		13:50	29→36.5	36.5
	10:20	17→40	45		15:00	29→35	35.0
	10:34	28→40	42		16:00	31→34.5	34.5
	10:50	32→40	41		17:40	33	33
	11:15	32→40	40	30206	9:00	32	32

Tabell 2.13 Forbruk av hydrogen for syntese nr 15 av TADBIW.

Etter avsluttet hydrogenering ble løsningen filtrert. Produkt separert fra katalysator ved ekstraksjon. Væskedel av reaksjonsblandingen dampet inn og krystallisert ved tilsetning av acetonitril. Etter tørking var totalt utbytte 22.15 g. Smeltepunkt 307°C.

3 Resultat

3.1 Innledende hydrogeneringsforsøk av HBIW

3.1.1 Syntese nr 1

Flasken ble ikke ristet utenom arbeidstiden. Det var en del faststoff på veggen i flasken. Løsningen ble filtrert. Residuet ble inndampet på rotavapor til nærmest tørrhet. Resten var en oljeaktig svart masse. Tilsetning av acetonitril ga ingen utfelling. Innhold i diglene ble overført til et begerglass og tilsatt 100 ml CHCl_3 . Filtrering ga rest av aktivt kull/katalysator i filteret. Da resten var lett løselig i CHCl_3 ble løsningen inndampet på rotavapor og deretter krystallisert fra acetonitril. Løsning ble neste dag filtrert og utfelt stoff tørket og veid til 11 g. IR viste at dette var ureagert utgangsstoff (HBIW). IR av oljeaktig masse viste $\text{C}=\text{O}$ str., men stoffet var vanskelig å krystallisere og ren fremstille.

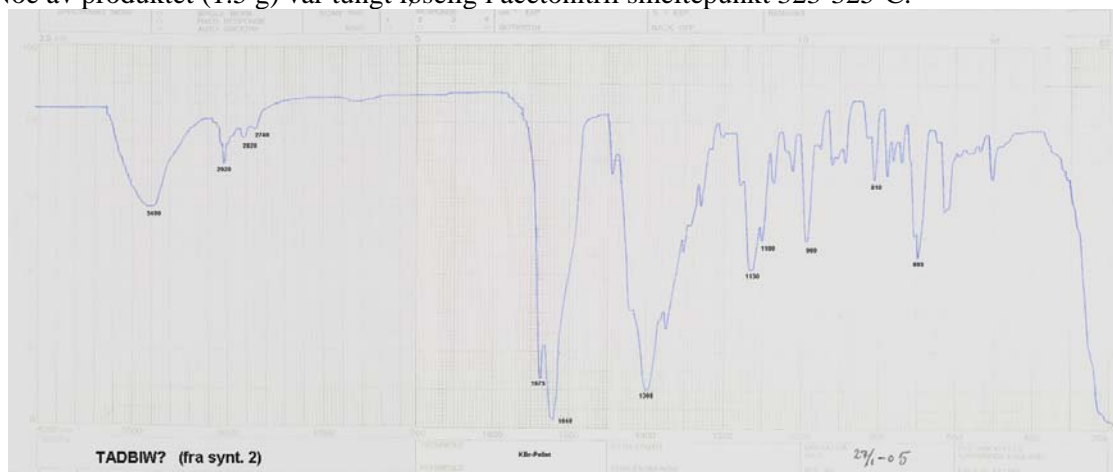
Forbruk H_2 -gass:

$$PV=nRT \rightarrow n = PV/RT = 14 \times 6894.76095 \text{ N/m}^2 \times 0.004 \text{ m}^3 / 8.31432 \text{ J/mol K} \times 298.15 \text{ K} = \underline{\underline{0.1557 \text{ mol}}}$$

Forbruket av hydrogen er noe lavt for å oppnå full reaksjon. Siden mye av utgangstoffet var ureagert sannsynlig grunnet liten løselighet i DMF. I tillegg syntes et væsknivået på 150 ml å være for lite for å oppnå en effektiv hydrogenering i 1-liter reaktoren.

3.1.2 Syntese nr 2

Etter avsluttet hydrogenering ble løsning filtrert og faststoff i filter vasket med kloroform. Væskedel ble så dampet inn på rotavapor. Resten var en rødbrun oljeaktig løsning. Henstand ved romtemperatur til over helgen (170105) ga imidlertid ingen utfelling av faststoff. Noen ml acetonitril ble så tilsatt. Neste dag var det utfelt noen krystaller ca 1.5 g som ble filtrert fra. IR av stoffet viste at det inneholdt $\text{C}=\text{O}$. Videre henstand over natten ga en utfelling av ca. 10 g hvitt krystallinsk stoff. Begge fraksjonene ble slått sammen og forsøk omkrystallisasjon fra acetonitril. Noe av produktet (1.5 g) var tungt løselig i acetonitril smeltepunkt $323\text{-}325^\circ\text{C}$.



Figur 3.1 IR spekter av tungt løselig fraksjon av produktet fra syntese nr 2.

IR av stoffet er gitt i figur 3.1. IR-spektret samt smeltepunkt kan tyde på at ønsket forbindelse er dannet. IR-spekter av lett løselig produkt i acetonitril er gitt i figur 3.2 og viser at det inneholder C=O men også benzyl.



Figur 3.2 IR-spekter av hovedfraksjonen fra syntese nr 2 av TADBIW.

Sammenligning mellom spektrene i figur 3.1 og 3.2 viser at det mest sannsynlig er samme forbindelse, men med noe ulik renhet. Imidlertid synes det fra begge spektrene at ønsket produkt er dannet. 10 g TADBIW tilsvarer 19.4 mmol eller et utbytte på 45.74 %.

3.1.3 Syntese nr 3.

Løsningen ble filtrert og neste dag dampet inn og tilsatt noen ml acetonitril. Dette ga utfelling av grå/hvitt krystallinsk stoff. Etter filtrering og vask med acetonitril og tørking var utbytte 21 g, smeltepunkt 270°C. Noe som tyder på at stoffet ikke er helt rent. Figur 3.3 viser IR-spekter av produktet.



Figur 3.3 IR-spekter av produkt isolert i syntese nr.3.

Spekteret inneholder C=O strekk og ligner på spektrene fra syntese nr. 2.

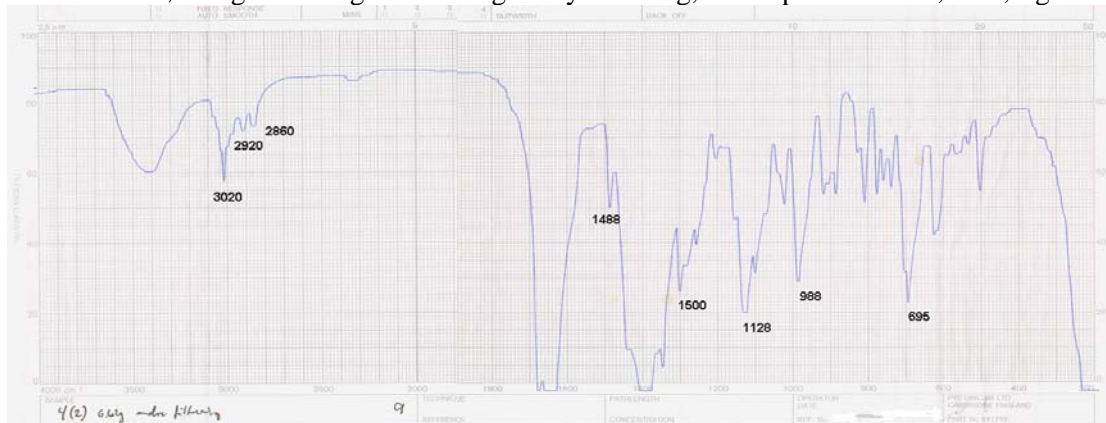
3.1.4 Syntese nr 4.

Løsningen ble filtrert. Den gul/oransje Ac_2O løsningen ble så dampet inn til nærmest tørrhet noe som ga et mørkerødt oljeaktig produkt. Etter avkjøling var oljen blitt nærmest fast stoff. Resten i rotavaporkolben ble så vasket med små porsjoner acetonitril som ble samlet i et begerglass. Etter henstand i 1 time var krystallinske materialet utfelt som ble filtrert fra og vasket med mer acetonitril. Etter tørking veide produktet 8.52 g. Smeltepunkt. $312\text{-}316^\circ\text{C}$. IR-spekter figur 3.4.



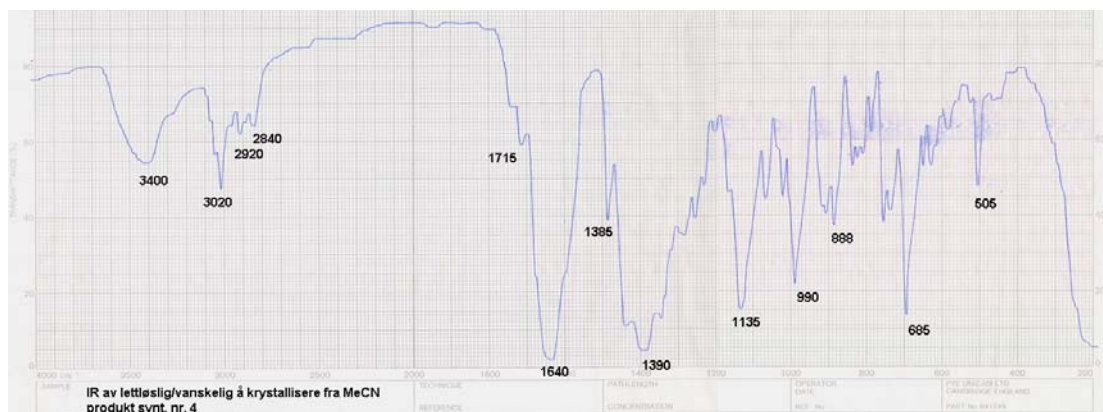
Figur 3.4 IR-spekter av produkt fra syntese nr 4.

2801: Hovedløsning filtrert også neste dag: Utbytte 0.62 g, smeltepunkt. 312°C , IR 9, figur 3.5.

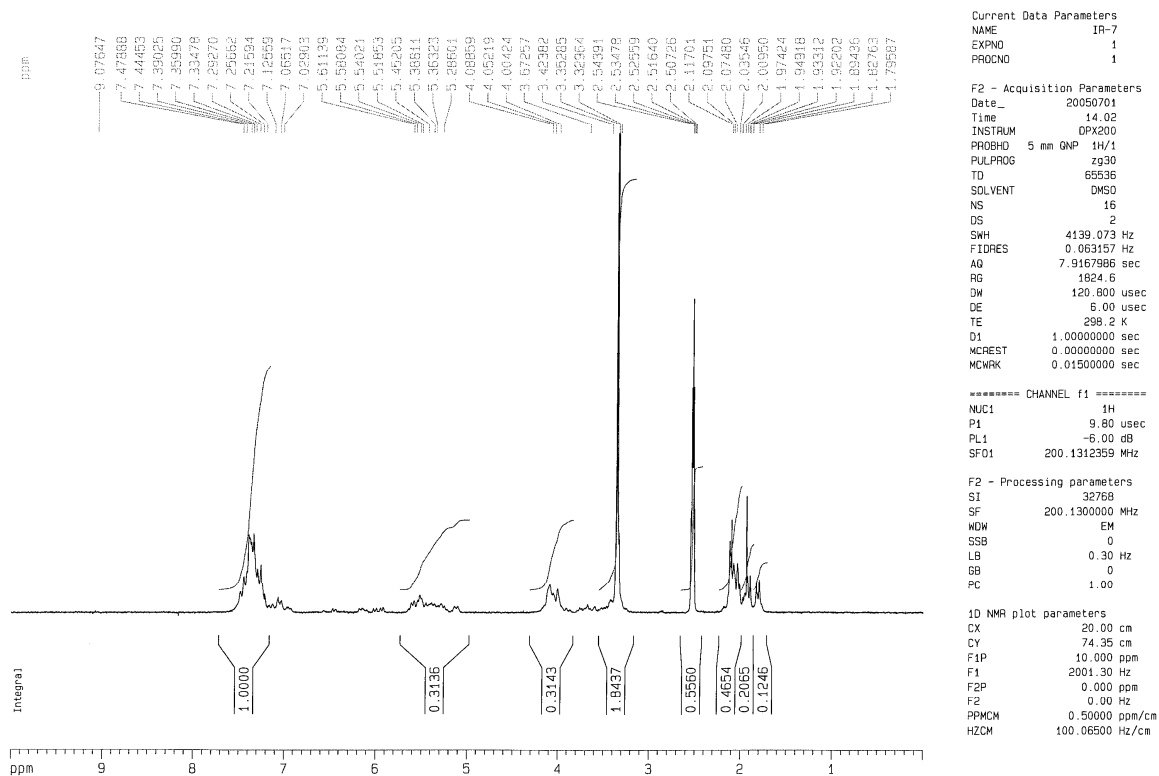


Figur 3.5 IR spekter for en av fraksjonene av produkt fra syntese nr 4.

2901: Mer stoff utfelt: 1.48 g smeltepunkt. 258°C . IR



Figur 3.6 IR spekter for en av fraksjonene av produkt fra syntese nr 4

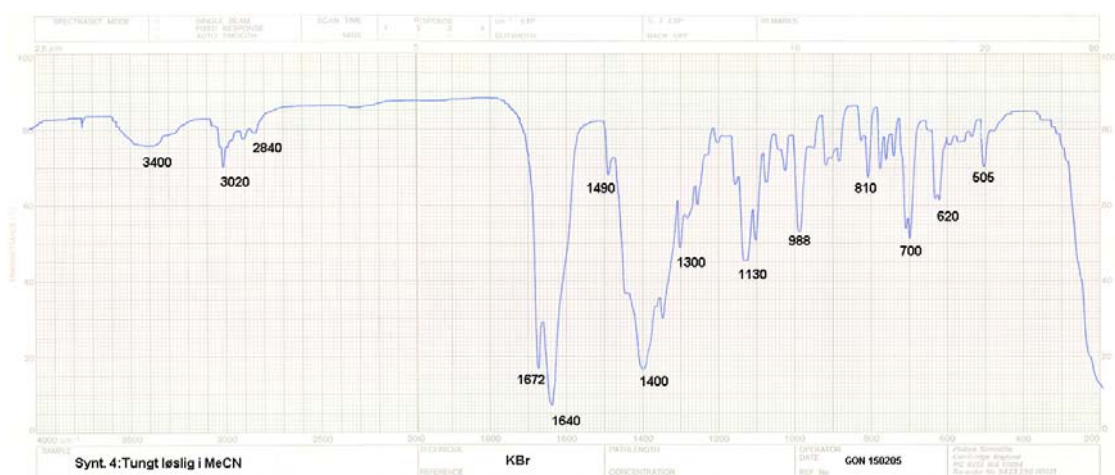


Figur 3.7 $^1\text{H-NMR}$ spektra av fraksjon 1 tatt opp i DMSO-d_6 .

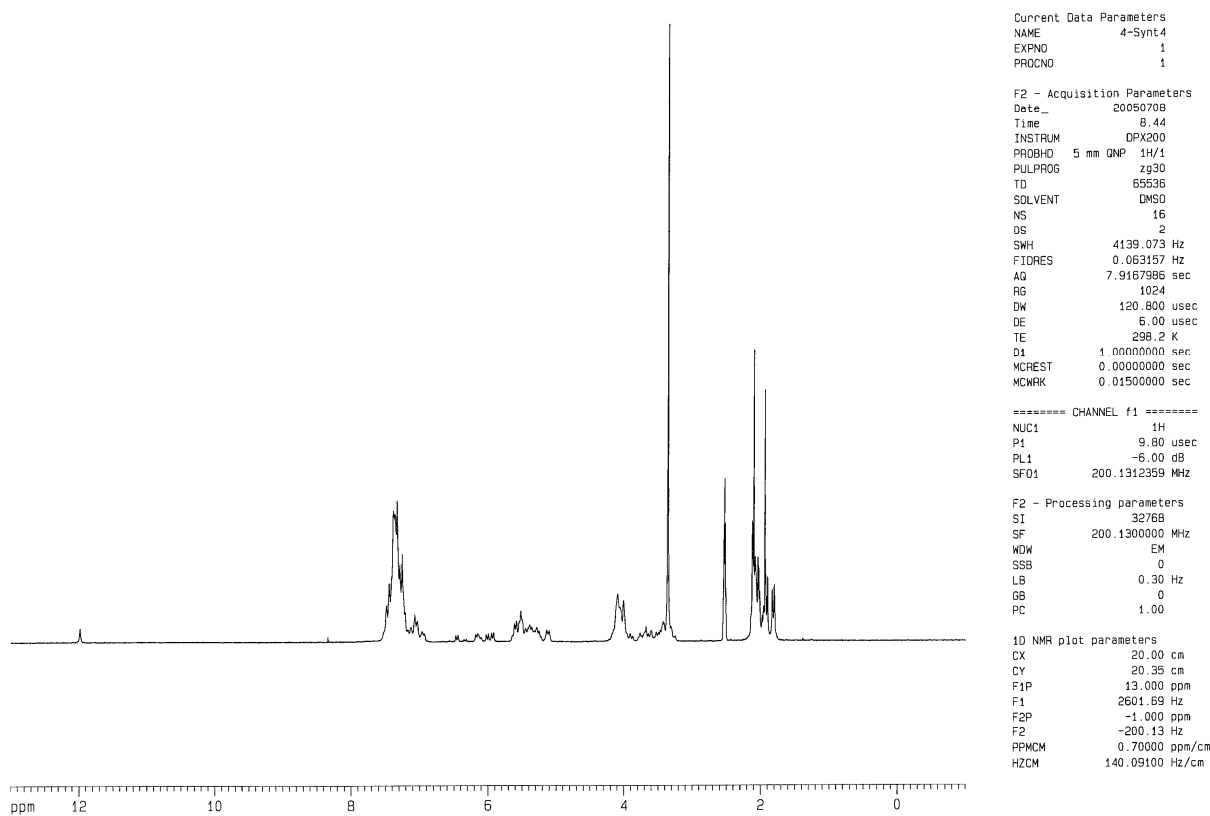
Mer stoff utfelt ca 10 g ble forsøkt krystallisert fra acetonitril. Vanskelig å få til utfelling.



Figur 3.8 IR spekter av krystallisert produkt fra acetonitril.



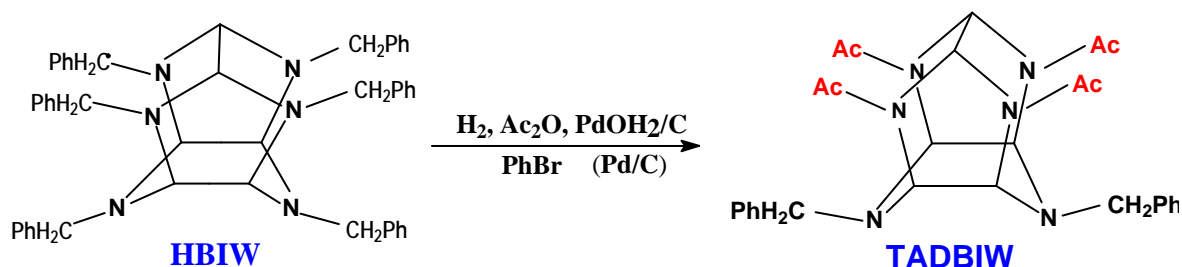
Figur 3.9 IR spekter av tungt løselig fraksjon av produkt fra syntese nr 4



Figur 3.10 ^1H -NMR spektra av fraksjon 2 tatt opp i DMSO-d_6

3.1.5 Syntese nr 5-7

I disse seneste av forsøkene hvor vi benyttet eddiksyreanhydrid som både løsemiddel og reaktant og hvor både palladium og palladiumhydroxyd på aktivkullpulver ble benyttet som katalysator var

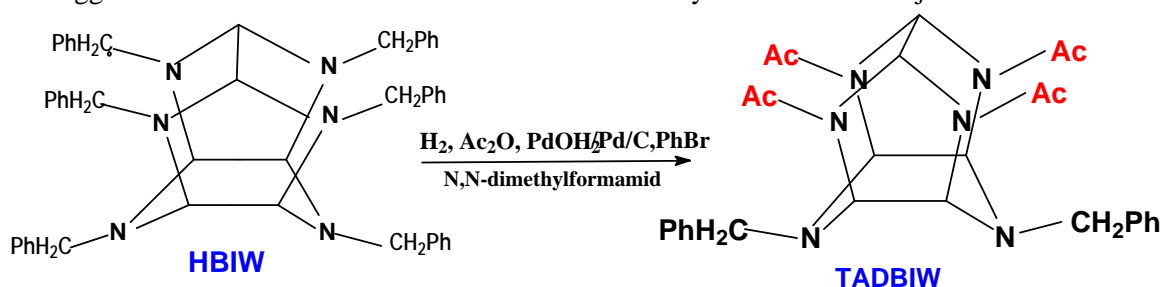


Figur 3.11 Reaksjonsbetingelser for syntese 3-7 for fremstilling av TADBIW.

det registrerte forbruket av hydrogen mer enn nok til å skifte ut 4 benzylgrupper med acetylgrupper. Reaksjonen var relativt rask; det meste av hydrogenforbruket fant sted innen 1-2 timer. Men etter separasjon av katalysator ved filtrering og fjerning av løsemiddel og andre væskerester ved bruk av rotavapor oppnådde vi et oljeaktig produkt. Alle forsøk på en enkel krystallisasjon av produktet på en kvantitativ måte var mislykket. Det ble derfor besluttet å benytte en annen prosedyre som ble innført fra syntese 8. Det ble ikke gjennomført flere forsøk hvor vi kun benyttet eddiksyreanhydrid som løsemiddel.

3.1.6 Syntese Nr 8

I syntese 8 ble DMF (dimethylformamid) igjen benyttet som løsemiddel i stedet for/i tillegg til eddiksyreanhydrid. Bruk av et hjelpeløsemiddel som DMF vil gi utfelling av produktet som da kan separeres fra reaksjonsblandingen ved filtrering. Produktet sammen med katalysator vil da foreligge som faststoff. TADBIW kan så isoleres fra katalysator ved ekstraksjon med kloroform.



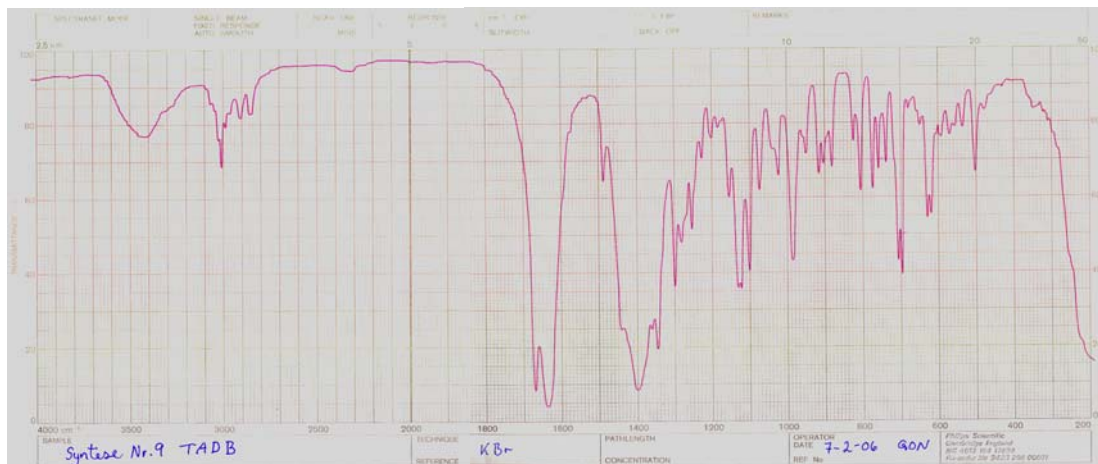
Figur 3.12 Reaksjonsbetingelser for fremstilling av TADBIW.

Ved at man oppnår et produkt som er faststoff i stedet for en olje er det mye enklere å isolere ved filtrering. I tillegg er sannsynligheten for at man oppnår et mye renere produkt stor. Utbytte for syntese 8 var 20.6 g eller 39.9 mmol TADBIW. Vi startet ut med 40 g HBIW eller 56.4 mmol og utbytte på 39.9 mmol er derfor 70.7 % av utgangsmaterialet.

3.1.7 Syntese nr 9 (4/1-2006)

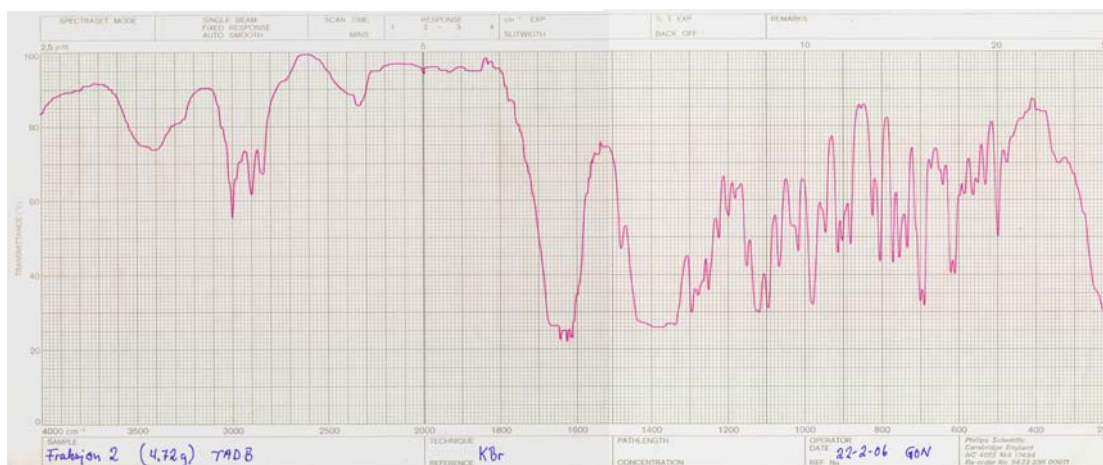
For syntese 9 ble mengden katalysator økt fra 2 til 9.6 g i forhold til syntese 8 i tillegg ble løsemiddelmengde økt fra 360 g til 400 g. Forbruket av hydrogen i starten av hydrogeneringsreaksjonen var signifikant høyere enn i syntese 8. Etter avsluttet hydrogenering og filtrering av reaksjonsblandingen var det en betydelig mengde fast produkt sammen med katalysatoren i filteret. Produktet ble separert fra katalysator etter gjentatte kokinger med 200 ml kloroform etterfulgt av filtrering. Dette ble gjentatt til resten i filteret var tilnærmet like svart som

katalysatoren var i utgangspunktet og det inndampede kloroformekstraktet ikke inneholdt noe produkt. Utbytte 16.28 g, 31.5 mmol eller 55.85 %. IR spekter av produktet er gitt i figur 3.13.



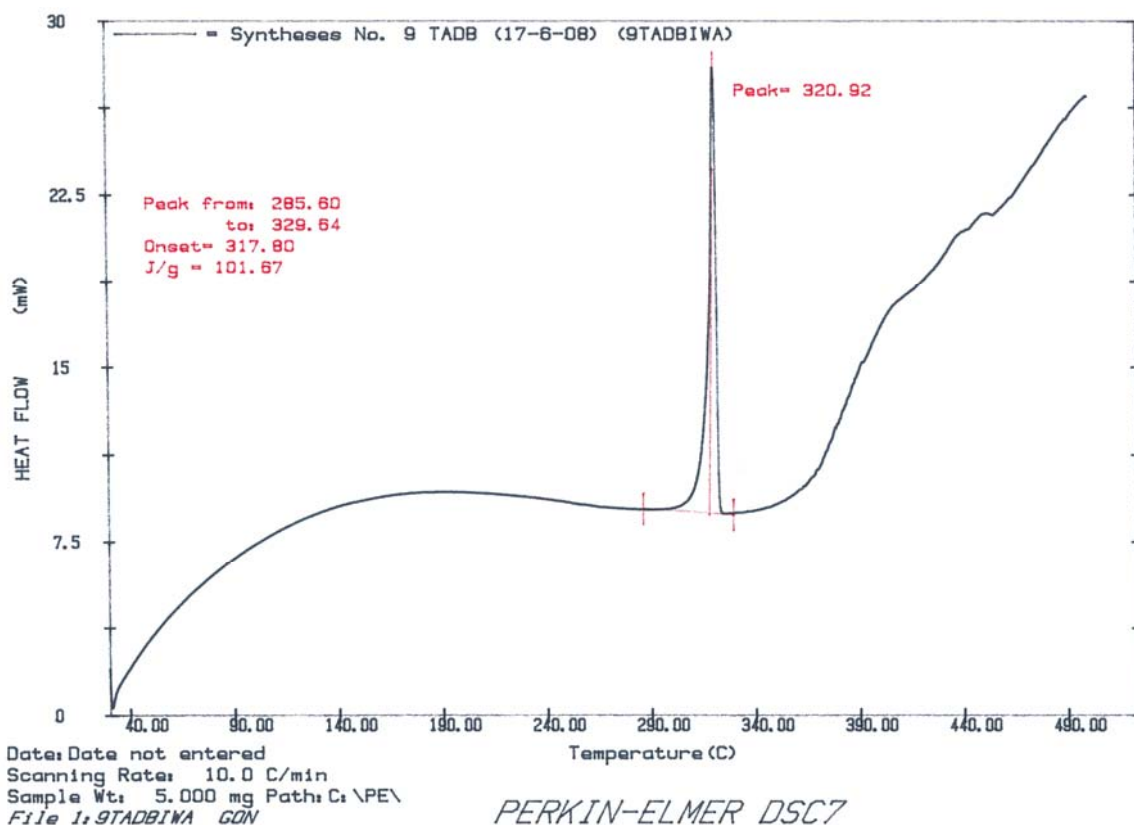
Figur 3.13 IR-spekter av hovedprodukt fra syntese 9, TADBIW.

Væskedelen av reaksjonsblandingen ble redusert til tørrhet på rotavapor. Resten var en rød-brun seig oljeaktig masse som ble tilsatt noen milliliter acetonitril til alt var løst. Etter henstand i kjøleskap noe tid ble løsningen filtrert. Fast fargeløst frafiltrert produkt ble så vasket og tørket. IR spekter av produktet er gitt i figur 3.14. Utbytte 4.72 g. Totalt utbytte 16.28 g + 4.72 g = 21.0 g 40.7 mmol eller 72.05 %.



Figur 3.14 IR spekter av produkt isolert fra væskedelen av reaksjonsblandingen.

Figur 3.15 viser DSC termogram av hovedproduktet fra syntese 9. Smeltepunkt topp er ved 320.9°C noe høyere enn det manuelt målte på 304°C, men litt lavere enn hva referanse 8 gir på 327°C. Produktet fra syntesen av TADBIW ble benyttet i neste trinn uten videre rensing.



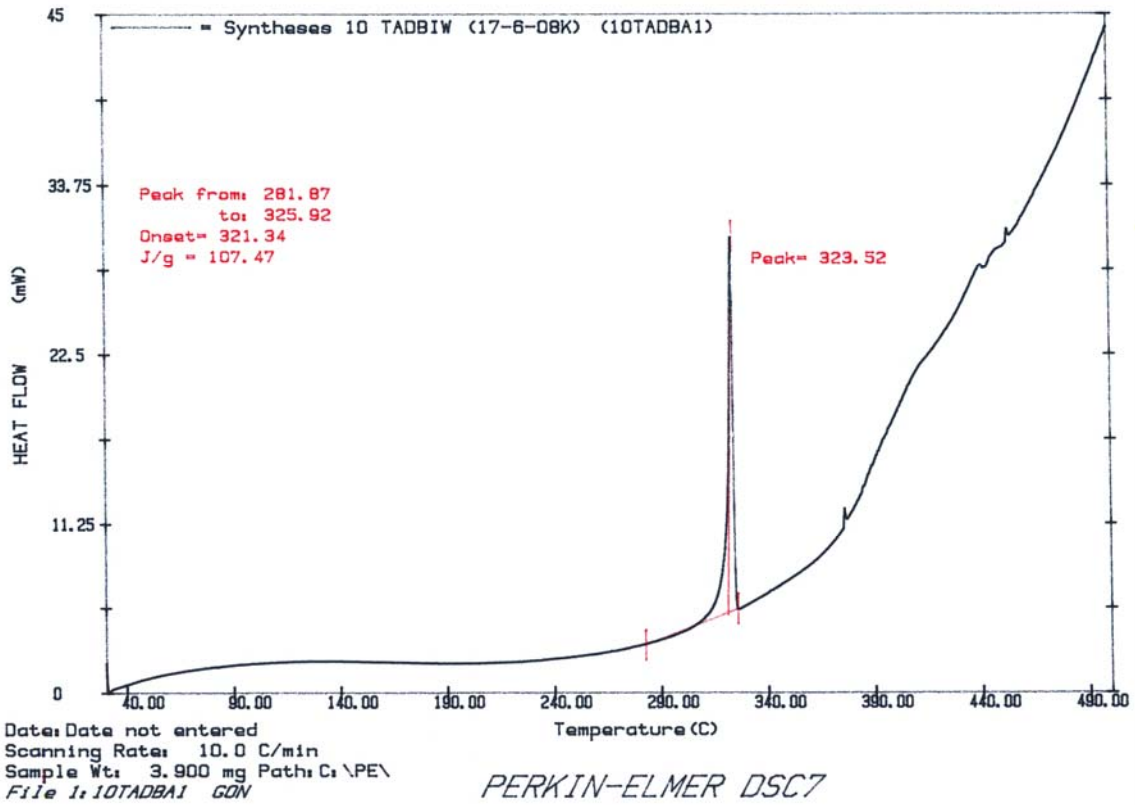
Figur 3.15 DSC termogram av TADBIW fra syntese 9.

3.1.8 Syntese Nr 10 og 11

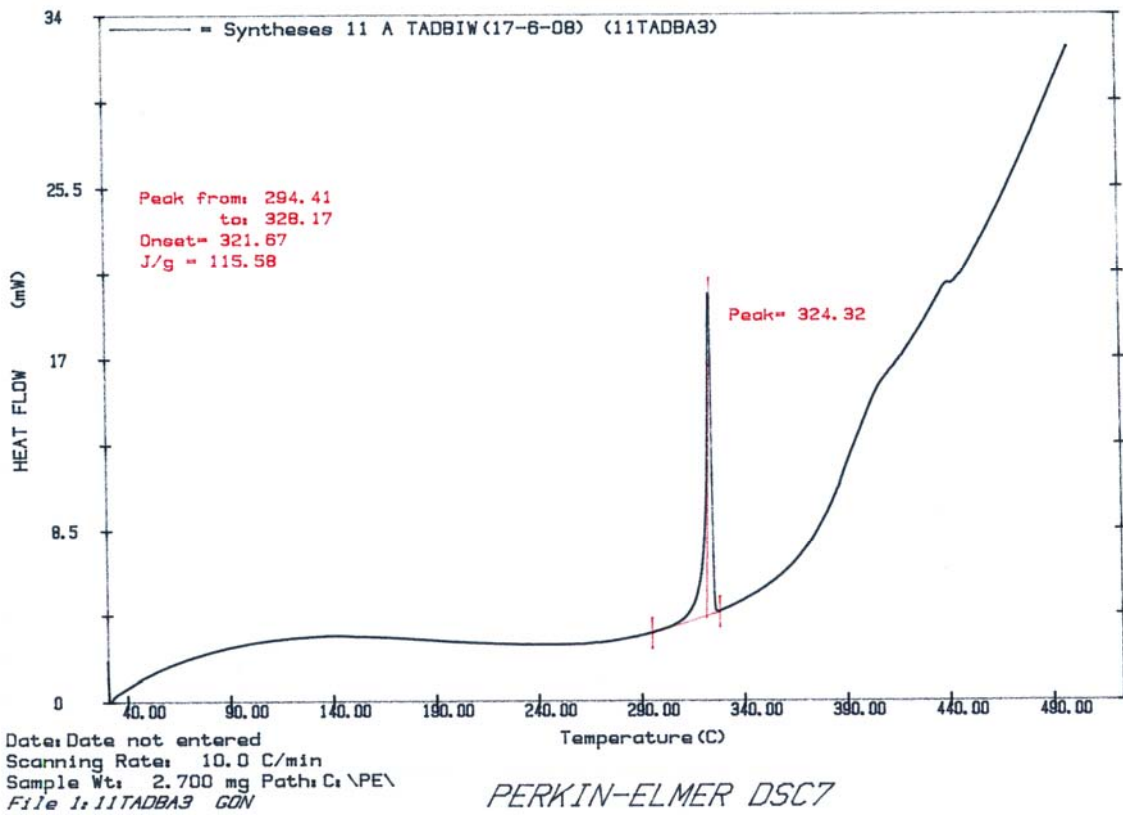
Syntese nr 10 (10/1-06) og syntese nr 11 (12/1-06) var en repetisjon av syntese 9. Utbytte for syntese 10 19.26 g tilsvarende 38.3 mmol eller 67.79 %. For syntese 11 ble 15.6 g TADBIW ekstrahert ut med kloroform og det tilsvarende 30.2 mmol eller 53.52 %. I figurene 3.16 og 3.17 er gitt DSC termogram av hovedproduktene fra syntesene. De viser smeltepunkt på 323-324°C og ellers ingen uventede topper.

3.1.9 Syntese Nr 14 (010206)

For syntese 14 ble mengden utgangsstoff økt med 50 % med unntak av mengden løsemiddel som var konstant. Syntesen var ikke vellukket da forbruket av hydrogen stanset relativt raskt. Forsøk på å få i gang igjen reaksjonen ved å tilsette mer ny katalysator hadde moderat virkning.



Figur 3.16 DSC termogram av TADBIW fra syntese 10.

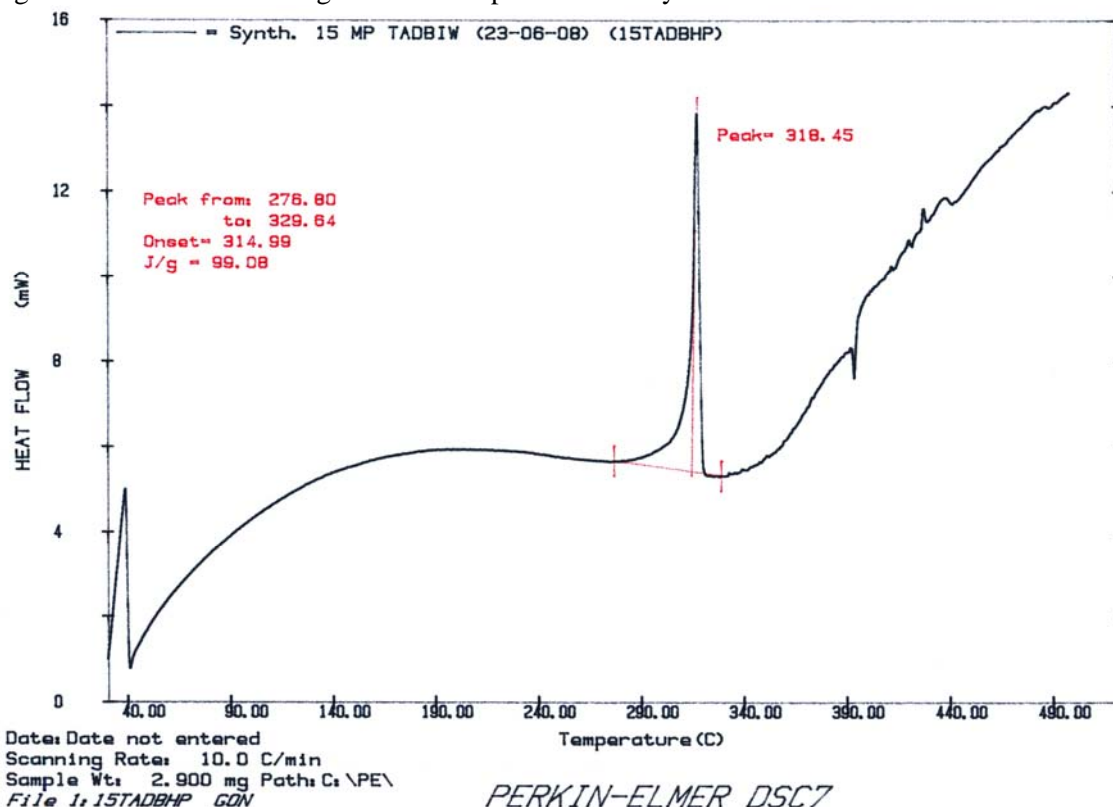


Figur 3.17 DSC termogram av TADBIW fra syntese 11.

3.1.10 Syntese Nr 15 (2/2-2006)

Syntese 15 var en repetisjon av syntese 14. Denne gang ble forbruket av hydrogen signifikant høyere i tillegg til at reaktiviteten var høyere. Utbyttet var 22.15 g, 42.9 mmol eller 50.66 %.

Figur 3.18 viser DSC termogram av hovedproduktet fra syntesen.



Figur 3.18 DSC termogram av hovedproduktet fra syntese 15 TADBIW.

3.2 Oppskalering serie I

Konklusjon etter de første syntesene av TADBIW med DMF som hjelpeløsemiddel og ekstraksjon med kloroform var at metoden ga tilfredsstillende utbytte og renhet på produktet. Prosedyren er imidlertid arbeidskrevende for produksjon av større mengder. Forbruket av palladiumkatalysator var økt og produktet fra Sigma-Aldrich var vanskelig å få tilgang på i større kvanta til en overkommelig pris. Det ble derfor tatt kontakt med Degussa som kunne levere vannfuktet (53 % vann) E 101 NE/W 10% , Palladium katalysator 5-10% Pd på aktivkullpulver til en langt lavere kostnad enn Sigma-Aldrich. For resten av prosjektet ble det derfor benyttet katalysator fra Degussa anskaffet i 2 kg batcher.

Alle syntesene i denne serien ble gjennomført i 1-liter glassreaktor ved romtemperatur. HBIW, deler av DMF, bromobenzen og eddiksyreanhydrid ble fortløpende tilsatt reaktor etterfulgt av Pd-katalysator og rest av DMF. Flasken ble raskt satt under hydrogenatmosfære og ristet. Det ble normalt gjennomført tre utluftinger for fjerning av luft. Hydrogenringen ble gjennomført med et trykk på 30-40 psi samt kontinuerlig risting. Hovedforbruket av hydrogen skjedde de første to timene. Risting under hydrogenatmosfære ble imidlertid gjennomført i ytterlige 5 timer før

Dato	Syntese Nr.	HBIW (g)	Katalysator * (g)	Eddiksyre anhydrid (g)	Bromo benzen (g)	N,N-Dimethyl formamid (g)	TADBIW (g)	Utbytte (%)
3/5-06	19	40.0	8.00	65.5	1.08	350.0	8.68	29.8
4/5-06	20	60.0	9.00	103.0	1.62	350.0	23.13	52.9
6/5-06	22	60.0	8.00	98.2	1.62	350.0	23.30	53.3
8/5-06	23	60.0	9.00	98.2	1.62	350.0	26.84	61.4
10/5-06	24	60.0	9.95	98.2	1.62	350.0	32.33	74.0
11/5-06	25	60.0	9.00	103.0	1.62	353.0	24.93	57.0
12/5-06	26	60.0	10.00	99.0	1.62	350.0	29.89	68.4
23/5-06	27	60.0	10.00	98.2	1.63	348.0	32.89	75.2
24/5-06	28	60.0	10.00	101.4	1.62	350.0	32.04	73.3
25/5-06	29	60.0	10.00	98.5	1.62	350.0	29.34	67.4
26/5-06	30	60.0	9.00	100.4	1.62	350.0	34.92	79.9
27/5-06	31	60.0	9.00	99.0	1.62	357.0	25.99	59.5
28/5-06	32	60.2	9.96	99.0	1.65	350.0	29.91	68.2
29/5-06	33	60.0	9.96	98.8	1.62	350.0	36.37	83.2
30/5-06	34	60.0	9.04	98.2	1.62	350.0	27.31	62.5
31/5-06	35	60.0	9.22	101.0	2.02	344.0	33.29	76.1
1/6-06	36	60.0	9.00	98.2	1.63	350.0	32.04	73.3
2/6-06	37	60.0	9.22	98.4	1.67	350.0	33.68	77.0
3/6-06	38	60.0	9.32	98.3	1.72	345.0	28.20	64.5
4/6-06	39	60.0	9.12	100.5	1.68	350.0	39.88	91.2
5/6-06	40	60.0	9.02	99.7	1.73	350.0	30.87	70.6
6/6-06	41	60.0	9.12	100.4	1.75	350.0	33.42	76.4
7/6-06	42	60.0	9.00	98.9	1.75	350.0	27.00	61.8
8/6-06	43	60.0	9.13	99.4	1.65	350.0	38.08	87.1
17/6-06	52	70.0	10.15	114.5	1.91	368.0	39.72	77.9
18/6-06	53	60.5	9.28	101.0	1.63	360.0	34.91	79.2
19/6-06	54	60.0	9.22	99.6	1.67	340.0	38.78	88.7
20/6-06	55	60.0	9.30	99.1	1.72	330.0	34.52	79.0
21/6-06	56	60.0	9.00	101.2	1.63	344.0	35.09	80.3
Totalt		1730.7	269.01	2868.80	47.96	10139	897.35	70.7
		Gjenvunnet fra væske del					106.14	
Alle		1730.7					1003.49	79.3

* E 101 NE/W 10 %, prøve Nr. 2006-5006 fra Degussa (53 % vann).

Tabell 3.1 Mengde benyttet av ulike råvarer samt utbytte av TADBIW for noen synteser.

reaksjonsblandingen ble forlatt natten over under hydrogenatmosfære og trykk til neste dag. Grunnet henstand uten risting var reaksjonsblandingen normalt neste dag separert slik at alt uløselig var samlet på bunn av reaktor slik at mesteparten av væsken kunne dekanteres av før filtrering ble gjennomført. Etter filtrering ble all væsken samlet og redusert til tilnærmet tørrhet på

en rotavapor. Tilsetting av noen ml acetonitril ga etter noe tid i gjennomsnitt utfelling av 3 g produkt.

Dato	Syntese Nr	HBIW (g)	Katalysator (g)	Eddiksyre anhydrid (g)	Bromobenzen (g)	N,N-Dimethylformamid (g)	Utbytte TADBIW		
							(g)	(mol)	(%)
26/10-06	59	60.00	9.04	99.00	1.64	339.40	32.32	0.0626	73.92
27/10-06	60	60.06	8.6182	100.04	1.65	341.27	32.84	0.0636	75.04
30/10-06	61	60.06	8.88	100.45	1.64	338.77	33.24	0.0643	75.95
31/10-06	62	60.00	8.9956	99.41	1.63	341.60	33.86	0.0655	77.45
1/11-06	63	60.00	8.9675	98.60	1.62	352.07	34.27	0.0663	78.38
2/11-06	64	60.05	8.8727	99.05	1.64	333.05	33.80	0.0654	77.24
3/11-06	65	60.07	8.5042	99.51	1.63	338.91	28.52	0.0552	65.16
6/11-06	66	60.20	9.1778	98.79	1.65	332.65	25.69	0.0497	58.56
7/11-06	67	60.08	9.0865	99.77	1.66	345.29	24.00	0.0465	54.82
8/11-06	68	60.09	9.2535	102.64	1.64	335.94	31.34	0.0607	71.57
9/11-06	69	60.16	8.9232	100.46	1.67	332.32	29.51	0.0571	67.32
10/11-06	70	60.13	9.1843	99.38	1.67	331.82	31.27	0.0605	71.37
13/11-06	71	60.16	8.9395	99.30	1.67	334.95	25.22	0.0488	57.53
14/11-06	72	60.03	8.8167	98.52	1.67	322.65	33.57	0.0650	76.74
15/11-06	73	60.18	9.27	100.53	1.71	335.76	27.23	0.0527	62.10
16/11-06	74	60.06	8.9427	99.51	1.63	334.78	29.26	0.0566	66.86
17/11-06	75	60.10	8.9520	99.64	1.63	313.88	36.85	0.0713	84.09
Totalt		1021.43	152.4244	1694.60	28.05	5705.11	522.79	1.0118	
Gjennomsnittlig							30.75	0.0595	70.24

Tabell 3.2 Forbruk og utbytte for synteser av TADBIW fra 60 g HBIW.

Hovedproduktet var som tidligere nevnt utfelt sammen med katalysatoren og ble separert fra denne ved ekstraksjon med 200 ml kloroform ved koking etterfulgt av filtrering. En prosess som ble gjentatt 5-6 ganger inntil resten av katalysator så svart ut og inndampet kloroformekstrakt ga minimalt utbytte. For noen av de første syntesene viste det seg imidlertid at katalysatoren etter tørking hadde en gråtone noe som tydet på at den inneholdt mer produkt. Derfor ble katalysatoren fra noen av de første syntesene ekstrahert på nytt. Noe som resulterte i en fangst på ytterligere 50 g TADBIW.

Tabell 3.1 oppsummerer forbruket av råvarer unntatt hydrogen samt utbytte fra hver enkelt syntese i denne serien. Fra tabellen ser man at det gjennomsnittlige utbytte er på 79.33 %. Det ble foretatt forsøk med kontinuerlig ekstraksjon av produktet i soxhlet apparatur. Resultatet var at det ble oppnådd rent produkt men fjerning av alt produkt tok forholdsvis lang tid og var nødvendigvis i den skalaen vi benyttet ikke signifikant effektiviserende.

Dato	Syntese Nr	HBIW (g)	Katalysator (g)	Eddiksyre anhydrid (g)	Bromobenzen (g)	N,N-Dimethylformamid (g)	Utbytte TABDIW		
							(g)	(mol)	(%)
20/11-06	76	90.21	12.4245	151.41	2.42	433.83	48.94	0.0947	74.40
21/11-06	77	90.18	12.0360	151.12	2.44	430.18	46.60	0.0902	70.92
22/11-06	78	90.15	12.0016	150.56	2.42	429.02	54.47	0.1054	82.92
25/11-06	79	90.17	11.8633	150.12	2.45	431.26	52.46	0.1015	79.84
29/11-06	80	90.39	11.8835	151.27	2.41	420.14	53.35	0.1033	81.00
30/11-06	81	90.30	12.0240	150.85	2.41	435.93	55.98	0.1084	85.08
1/12-06	82	90.09	11.3645	151.89	2.41	438.10	50.01	0.0968	76.18
4/12-06	83	90.13	12.0666	150.38	2.44	426.61	49.43	0.0957	75.26
5/12-06	84	90.23	12.0524	150.25	2.44	429.01	54.80	0.1061	83.35
6/12-06	85*	90.20	12.0950	150.33	2.41	437.69	43.06	0.0834	65.51
7/12-06	86	90.20	12.0835	150.93	2.41	430.29	56.45	0.1093	85.89
8/12-06	87	90.34	11.8225	150.54	2.44	427.43	55.08	0.1066	83.67
3/1-07	88	90.35	12.0681	150.27	2.44	414.45			
5/1-07	89	90.28	12.0579	150.15	2.38	405.72	52.58	0.1018	79.93
8/1-07	90	90.06	12.0552	151.12	2.42	415.79	57.18	0.1107	87.13
9/1-07	91	90.01	11.8801	150.95	2.44	406.76	47.20	0.0914	71.96
10/1-07	92	90.17	12.1026	151.07	2.40	425.07	52.65	0.1019	80.13
11/1-07	93	90.16	12.1505	150.05	2.42	427.53	52.96	0.1025	80.61
12/1-07	94	90.12	12.0099	150.25	2.43	433.84	53.20	0.1030	81.01
30/1-07	106	90.28	12.5160	150.67	2.40	426.80	52.86	0.1023	80.33
31/1-07	107	90.18	12.2830	151.43	2.46	390.16	50.80	0.9830	77.31
1/02-07	108	90.07	12.1388	151.14	2.39	400.64	55.77	0.1080	85.01
2/2-07	109	90.20	12.0950	150.33	2.41	437.69	(2.01)		
5/2-07	110	90.20	12.0835	150.93	2.41	430.29	(11.19)		
7/2-07	111	90.34	11.8225	150.54	2.44	427.43	(10.94)		
9/2-07	112	90.15	12.0653	150.15	2.39	405.47	(17.25)		
Totalt		2345.16	313.0458	3918.70	62.93	11017.13	1137.22	2.1213	
Gjennomsnittlig (alle-85)							52.64	0.1019	80.1±4.6

*Noe av produktet gikk tapt.

Tabell 3.3 Forbruk av inngående reagenser og utbytte av TABDIW for noen synteser basert på 90 g HBIW i 1-liter glassreaktor.

3.2.1 Løsemiddel 1-methyl-2-pyrrolidone (NMP)

Svensken har gjennomført flere synteser av TADBIW hvor de har benyttet 1-methyl-2-pyrrolidone (NMP) som løsemiddel i stedet for N,N-dimethylformamid (DMF). Det ble derfor besluttet å prøve om NMP var mer effektivt enn DMF. Benyttet mengde av utgangsstoff og reagenser forøvrig er gitt i tabell 3.2. Benyttet katalysator var vannfuktet (53 % vann) "Palladium catalyst 5-10 % Pd on activated carbon, E 101 NE/W 10 %, sample No. 2006-5006 fra Degussa". Forbruket av hydrogen for begge syntesene var saktere samt lavere i NMP enn i DMF. For begge syntesene ble derfor risting gjennomført i omlag 9 timer etterfulgt av 14 timer henstand under hydrogenatmosfære og trykk før filtrering ble gjennomført. Etter filtrering inneholdt imidlertid filter hovedsakelig katalysator og svært lite TADBIW.

Syntese Nr	HBIW		Katalysator (g)	Eddiksyre anhydrid (g)	Bromobenzen (g)	1-Methyl -2-pyrrolidone (g)	Forbruk H ₂ (mol)	Utbytte TADBIW (g)
	(g)	(mol)						
113	90.03	0.1270	12.2613	150.42	2.42	352.90	0.4329	25.14
114	90.21	0.1272	13.0574	149.78	2.42	391.13	0.4884	40.00

Tabell 3.4 Tabellen viser forbruk av råvarer i syntesen av TADBIW ved bruk av NMP som løsemiddel..

Væsken fra filtreringen ble så betydelig redusert og tilsatt noen få ml acetonitril. Produktet som med tiden falt ut ble filtrert fra og tørket. Utbyttet er gitt i tabell 3.2 og viser stor variasjon og er i tillegg lavere enn hva vi oppnår med DMF som løsemiddel. Det ble ikke gjennomført flere forsøk med NMP som løsemiddel da metoden ikke gir et produkt som kan isoleres ved filtrering.

3.2.2 90 g HBIW synteser

Etter å ha gjennomført 75 synteser i 60 g eller lavere var tiden inne til å øke mengden til det maksimale av kapasiteten i 1-liter reaktoren. Vi valgte da å benytte 90 g HBIW som startmateriale og økt de andre reagensene med et tilsvarende forhold (1.5). Unntaket var for mengden løsemiddel som ble økt med kun 100 g eller mindre. De første syntesene i 90 g skala er oppsummert i tabell 3.3 og viser at utbytte ved å gå opp fra 60 g skala økte fra 70.2 til 80.1 %. Hovedårsak var generelt et mer stabilt utbytte for syntesene 75-108 enn syntesene 59-75.

Fra og med syntese 109 ble det gjennomført endringer i opparbeidelsen av reaksjonsblandingen. Den tidkrevende prosessen med å separere katalysator og produkt utfelt som faststoff sammen med katalysator separert fra reaksjonsblandingen ved filtrering ble endret. Først ved å fortsette med trinn 3 i syntesen direkte noe som viste seg i være lite vellykket, senere ved at blandingen av produkt og katalysator ble slemmet opp i sprit og på nytt filtrert. Vaskingen ble gjennomført for å fjerne uønsket substanser som relativt raskt forgiftet katalysator og dermed hindret videre hydrogenering. Utbytte i tabell 3.5 er derfor gitt i form av tre separate kolonner. Den første kolonnen inneholder faststoff + katalysator etter vasking og tørking, den andre kolonnen inneholder det som er utfelt fra væskedelen av reaksjonsblandingen etter inndamping etterfulgt av krystallisering. Den tredje kolonnen gir summen av de to foregående. Produkt gitt som antall mol eller utbytteprosent er ikke utregnet siden selv om katalysator i utgangspunktet inneholdt 53 %

vann er vi usikre på om alt er fjernet etter tørking. Derfor vil mengden av katalysator sammen med produktet kunne variere fra 6 g og oppover. Men ved å se på gjennomsnittlig utbytte i tabell

Dato	Syntese Nr	HBIW (g)	Katalysator (g)	Eddiksyre anhydrid (g)	Bromobenzen (g)	N,N-Dimethylformamid (g)	Forbruk H ₂ (psi) ¹	Utbytte		
								TADBIW+ Katalysator (g)	TADBIW <u>a</u> : (g)	Totalt (g)
14/2-07	115*	90.43	12.1509	151.05	2.41	401.43	49		6.77	
16/2-07	116	90.39	12.43	150.61	2.47	374.30	51	58.29		58.29
19/2-07	117	90.23	11.9785	151.67	2.41	387.97	51	63.91		63.91
20/2-07	118*	90.83	12.0007	152.47	2.44	392.05	51		6.9	
16/4-07	120	90.06	11.9798	150.78	2.42	359.02	52	64.01		64.01
17/2-07	121	90.11	12.0365	151.06	2.42	368.66	51	61.04		61.04
18/2-07	122	90.13	11.8417	151.71	2.41	359.48	59	62.70		62.70
19/4-07	123	90.10	11.7608	151.46	2.44	360.33	53.5	63.91		63.91
20/4-07	124	90.16	11.8431	151.04	2.43	354.34	51.5	62.17		62.17
23/4-07	125	90.16	11.9085	150.86	2.43	353.61	52	44.91	12.78	57.69
3/5-07	128	90.11	11.3167	151.04	2.37	350.25	58	35.22	17.99	53.21
4/5-07	129	90.15	11.8755	150.97	2.42	375.72	47.5	33.87	23.48	57.35
7/5-07	130	90.27	12.0411	151.30	2.43	377.71	45	11.65	43.53	55.18
8/5-07	131	90.15	13.1743	150.96	2.44	384.25	54	55.14	2.31	57.45
9/5-07	132	90.37	12.5569	151.98	2.42	353.49	49	41.31	14.37	55.68
10/5-07	133	90.18	12.0644	151.19	2.42	361.94	59.5	17.14	39.26	56.40
11/5-07	134	90.32	12.5632	150.07	2.42	364.64	48	36.31	20.81	57.13
14/5-07	135	90.02	12.1583	150.20	2.41	360.48	53	36.95	15.90	52.85
15/5-07	136	90.20	12.1039	152.03	2.43	352.88	51	63.07		63.07
16/5-07	137	90.23	12.0940	151.91	2.46	351.08	52	65.46	4.57	65.46
18/5-07	138	90.13	12.1038	151.96	2.41	350.67	52	64.57		64.57
21/5-07	139	90.16	12.0446	152.28	2.45	351.32	53	65.39		65.39
22/5-07	140	90.39	12.2450	151.58	2.45	351.22	51.5	59.68		59.68
23/5-07	141	90.23	12.0954	151.17	2.45	352.09	54	39.80	11.22	51.02
24/5-07	142	90.16	12.1349	152.85	2.43	362.85	54.5	58.00	2.30	60.30
25/5-07	143	90.15	12.0802	152.23	2.46	357.19	56.5	17.29	36.73	54.02
7/6-07	151	90.13	12.1523	151.35	2.40	389.14	51.5	34.73	24.71	59.44
8/6-07	152	90.31	12.0954	151.54	2.41	351.96	48	42.77	12.56	55.33
11/6-07	153	90.18	11.9735	151.78	2.41	357.95	45	13.05	42.98	56.03
12/6-07	154	90.14	12.2124	151.45	2.42	356.40	50.5	56.76	1.57	58.33
Totalt		2706.58	363.0163	4542.55	72.79	10924.42	1554.5	1329.10	340.74	1669.84
Gjennomsnittlig utbytte										58.99

¹ 1 psi=0.011 mol., *Ikke tørket før bruk. a: krystallisert fra inndampet moderlut.

Tabell 3.5 Forbruk av inngående reagenser og utbytte av TADBIW for noen synteser basert på 90 g HBIW i 1-liter glassreaktor..

3.3 på 52.55 g og addere 6 g katalysator oppnår man 58.55 g som er av samme størrelsesorden som 58.99 g oppnådde for syntesene 115-154 gitt i tabell 3.5. Derfor antar vi at utbytte av ren TADBIW for syntesene i tabell 3.3 og tabell 3.5 er omlag det samme. For syntesene i tabell 3.6 er samla utbytte gjennomsnittlig 55.6 g eller 3 g lavere enn for syntesene i tabell 3.3 og 3.5. Årsaken er ukjent men for majoriteten av syntesene i tabell 3.6 var forbruket av hydrogen jevn over lavere enn for syntesene i tabell 3.5. Det noe lavere forbruket av hydrogen gir seg også utslag i at mengden TADBIW i moderlutten øker fra 20.4 til 24.8 % for syntesene i tabell 3.6 sammenlignet med syntesene i tabell 3.5.

Dato	Syntese Nr	HBIW (g)	Katalysator (g)	Eddiksyre anhydrid (g)	Bromobenzen (g)	N,N-Dimetylformamid (g)	Forbruk H ₂ (psi) ¹	Utbytte			
								TADBIW+ katalysator (g)	TADBIW <i>a</i> : (g)	Total (g)	
13/6-07	155	90.36	13.3655 5.0450	151.44	2.42	371.75	41.5 22	56.02	2.38	58.40	
14/6-07	156	90.16	11.9469	151.10	2.42	362.87	48	39.75	15.55	55.30	
15/6-07	157	90.24	11.2764 2.7202	151.76	2.47	363.74	46 23	55.75	2.47	58.22	
17/6-07	158	90.14	11.9102 5.81*	151.21	2.41	359.16	39.5 0	0	29.92	29.92	
18/6-07	159	90.21	11.8761	153.45	2.46	355.33	51.5	60.66	1.91	62.57	
19/6-07	160	90.20	12.8688	151.29	2.43	355.98	59	41.30	8.17	49.47	
20/6-07	161	90.24	12.2994	151.11	2.43	364.04	70.05	36.45	12.95	49.40	
21/6-07	162	90.11	12.2302	152.50	2.41	357.59	49.5	27.24	33.57	50.81	
22/6-07	163	90.42	12.4526	153.47	2.43	355.19	57.5	22.04	32.96	55.00	
23/6-07	164	90.31	11.9054	151.83	2.45	353.19	45	14.16	43.31	57.47	
24/6-07	165	90.17	12.4780	151.76	2.41	358.75	49	48.93	3.79	52.72	
25/6-07	166	90.45	12.4100	152.75	2.40	401.17	51	56.44	2.72	59.16	
26/6-07	167	90.28	12.7375	152.47	2.40	353.98	54	66.60	1.33	67.99	
27/6-07	168	90.29	12.2064	152.93	2.43	350.88	47	40.14	9.07	49.21	
30/7-07	169	90.25	13.6223	152.28	2.42	356.34	48.5	49.67	4.09	53.76	
31/7-07	170	90.17	12.6173	152.08	2.41	356.59	48	39.25	13.96	53.21	
1-8-07	171	90.24	14.1592	153.31	2.42	358.38	47.5	40.80	12.67	53.47	
2-8-07	172	90.27	13.7404	151.20	2.41	352.79	49.5	55.75	3.17	58.92	
3-8-07	173	90.36	13.5138	152.24	2.42	379.42	48.5	33.88	21.42	55.30	
Totalt		1714.87	253.1916	2890.18	46.05	6867.14	995.55	784.83	255.41	1030.30	
Gjennomsnitt (alle -158)											55.6

¹ 1 psi=0.011 mol * Antennelse i løpet av tilsetning av katalysator. *a*: Krystalliser fra moderlut etter reduksjon.

Tabell 3.6 Forbruk av inngående reagenser og utbytte av TADBIW for noen synteser basert på 90 g HBIW i 1-liter glassreaktor.

3.3 Oppskalering - måling av temperatur

Etter at et stort antall synteser med 90 g HBIW som utgangsstoff var gjennomført var tiden inne for å forsøke å oppskalere syntesen til 2-liter reaktor. Mengden utgangsmateriale HBIW ble økt med en faktor 3 til 270 g. Mengden av de andre ingrediensene med unntak av løsemiddelet ble også økt med en faktor tre. Forbruket av hydrogen ville bli økt utover hva som var tilgjengelig på 4-literslagertanken.

Dato	Syntese Nr	HBIW (g)	Katalysator (g)	Eddiksyre anhydrid (g)	Bromobenzen (g)	N,N-Dimethylformamid (g)	Forbruk H ₂ (mol) ²	Utbytte		
								TADBIW+ Katalys. (g)	TADBIW ? (g) ^a	Totalt (g)
6/8-07	174	270.16	36.82 10.45	455.42	7.19	804.52 81.45	102 47	96.27	63.23	159.50
8/8-07	175	270.18	42.62 11.70	452.71	7.18	750.10	111.5 46	172.01	4.58	176.59
10/8-07	176	270.30	44.71 13.07 17.35	452.40	7.33	746.64 73.89	93.5 0 58.5	176.29	2.55	178.84
13/8-07	177	270.65	42.91 14.91	454.87	7.26	742.44 70.12	113 44.5	181.70	5.32	187.00
16/8-07	181	270.29	42.42 15.66 18.53	452.59	7.24	743.58 60.00 56.31	6 100.5 63	186.04	3.13	189.17
17/8-07	182	270.36	41.34 17.76	453.30	7.21	741.92 50.00	85 69	167.43	7.88	175.31
24/8-07	183 ¹	300.43	41.05 15.55	501.68	7.69	737.44 53.12	98 65	171.80	16.48	188.28
27/8-07	184 ¹	270.41	39.70 20.25	454.05	7.25	716.76 73.46	104 57	183.55	2.93	186.48
28/8-07	185 ¹	270.09	37.35 15.22	456.63	7.23	712.20 75.00	102 52.5	174.16	5.20	179.36
29/8-07	186 ¹	270.59	36.03 18.25	451.64	7.19	710.46 18.25	100 58	181.61	3.93	185.54
Totalt forbruk		2733.46	593.65	4585.29	72.77	8017.66	1576			
Totalt utbytte								1690.86	115.28	1806.07
Gjennomsnitt (all – 174)								177.18	5.78	182.95

^aKrystallisert fra inndampet væske. ¹Produsert av Chemring Nobel AS. ² 1 psi=0.011 mol.

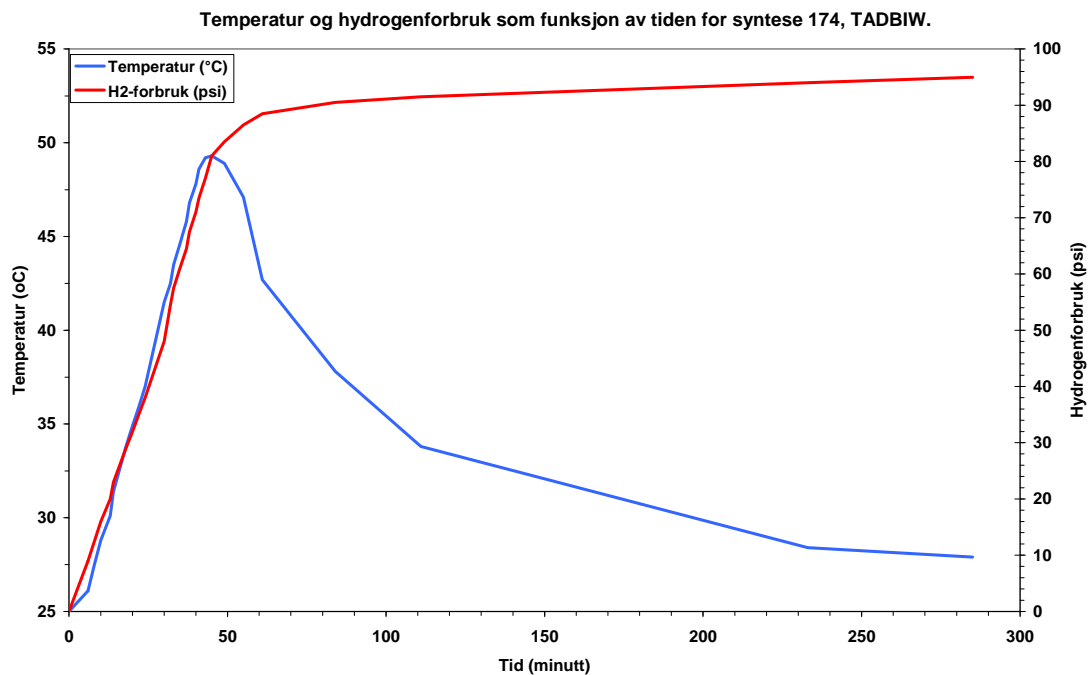
Tabell 3.7 Forbruk av ulike råvarer samt utbytte av TADBIW + katalysator for oppskalerte synteser.

Parr hydrogeneringsapparatet måtte derfor flyttes til et sted hvor hydrogen var tilgjengelig fra en større flaske eller et permanent opplegg. Forsøk beskrevet i tabell 3.7 ble derfor gjennomført i Dompa hvor 4-liters tank ble koblet direkte til en 50 liters flaske med hydrogen. Dermed kunne 4-literslagertanken etterfylles uten at syntesen ble stanset. For å være sikker på at temperaturen ikke ville bli for høy i løpet av normal hydrogenering i oppskalert produksjon ble temperaturen målt

og avlest regelmessig for alle syntesene gitt i tabell 3.7. Reaktoren vi benytter har ingen form for hverken kjøling eller oppvarming.

3.3.1 Syntese 174

Syntese 174 var den første syntesen hvor temperaturen kontinuerlig ble målt. Et plott av hvordan temperaturen utviklet seg de første timene er gitt i figur 3.19. Fra figuren vil man se at temperaturen for syntese 174 ikke oversteg 50 °C. Og det dermed ikke var kritisk med hensyn på ukontrollert temperaturstigning og muligheter for sprengning av reaktoren.

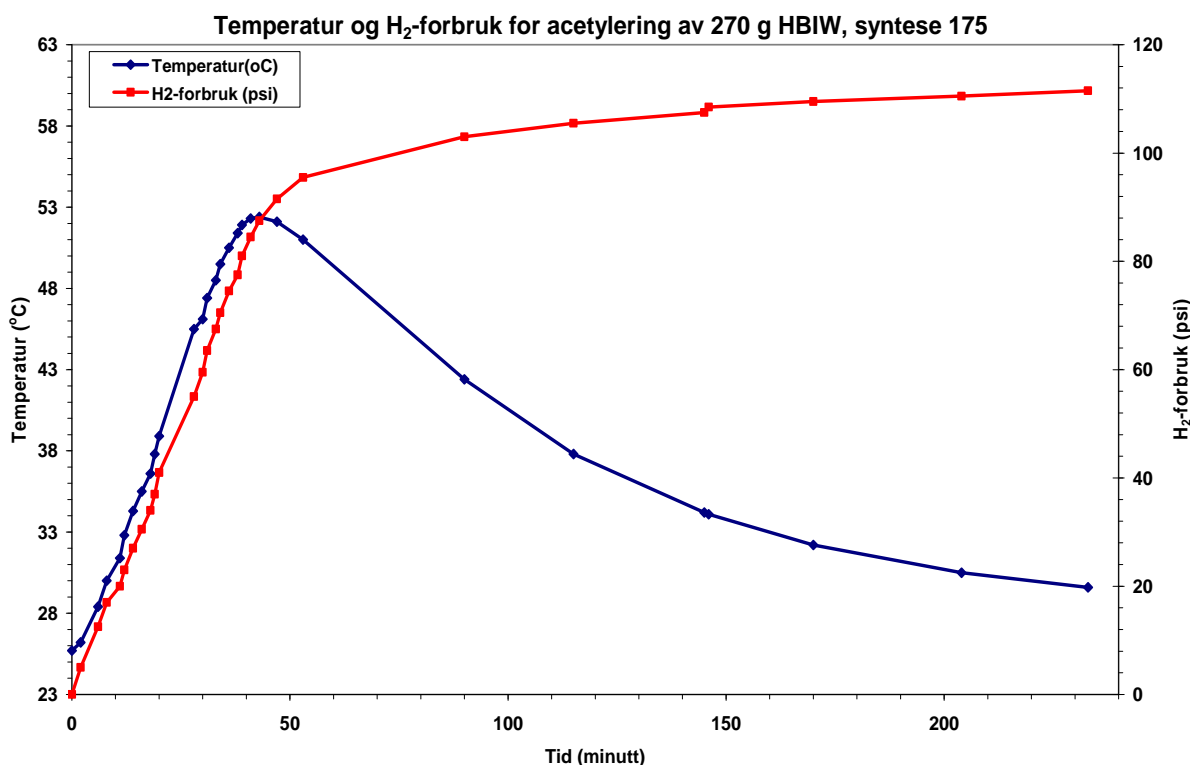


Figur 3.19 Hydrogenforbruk og temperatur i reaksjonsblandingen som funksjon av tiden fra hydrogen tilsetning ble startet for syntese 174.

Fra figur 3.13 fremgår at når temperaturen starter å synke avtar også forbruket av hydrogen raskt. Blandingen stod med risting til neste dag uten at ønsket forbruk av hydrogen var oppnådd. Mol HBIW = $270 \text{ g}/708.9494 \text{ g/mol} = 0.3808 \text{ mol}$. Forventet H₂-forbruk for utskifting av 4 benzylgrupper = $0.3808 \text{ mol} \times 4 = 1.5234 \text{ mol}$. Hydrogen har molekylvekt = 1.00794 g/mol. 1 psi = 0.011 mol på 4-literstanken. Forventet forbruk av hydrogen gitt som trykkreduksjon på 4-literstanken er derfor: $1.524 \text{ mol}/0.011 \text{ mol/psi} = 138.5 \text{ psi}$. Forbruket de første 5 timene var 95 psi og var økt til omlag 102 psi etter 20 timer. Derfor siden kun 74 % av forventet hydrogenforbruk hadde funnet sted ble mer ny frisk katalysator tilsatt reaksjonsblandingen. Før tilsetning ble katalysatoren oppslemmet i omlag 80 g DMF siden tidligere forsøk med å tilsette kun vannfuktet katalysator hadde medført gnist dannelse og tendenser til antennelse. Temperaturen i reaksjonsblanding steg etter 90 minutter med 5°C og forbruket av hydrogen økte. Reaksjonsblandingen ble igjen forlatt under hydrogenatmosfære natten over før den ble filtrert og redusert. Utbytte i form av produkt + katalysator og produkt utfelt fra moderluten er gitt i tabell 3.7. Totalt utbytte på 159.5 g inklusiv katalysator var noe lavere enn forventet ut fra hva vi generelt hadde oppnådd i 90 g syntesene.

3.3.2 Syntese 175

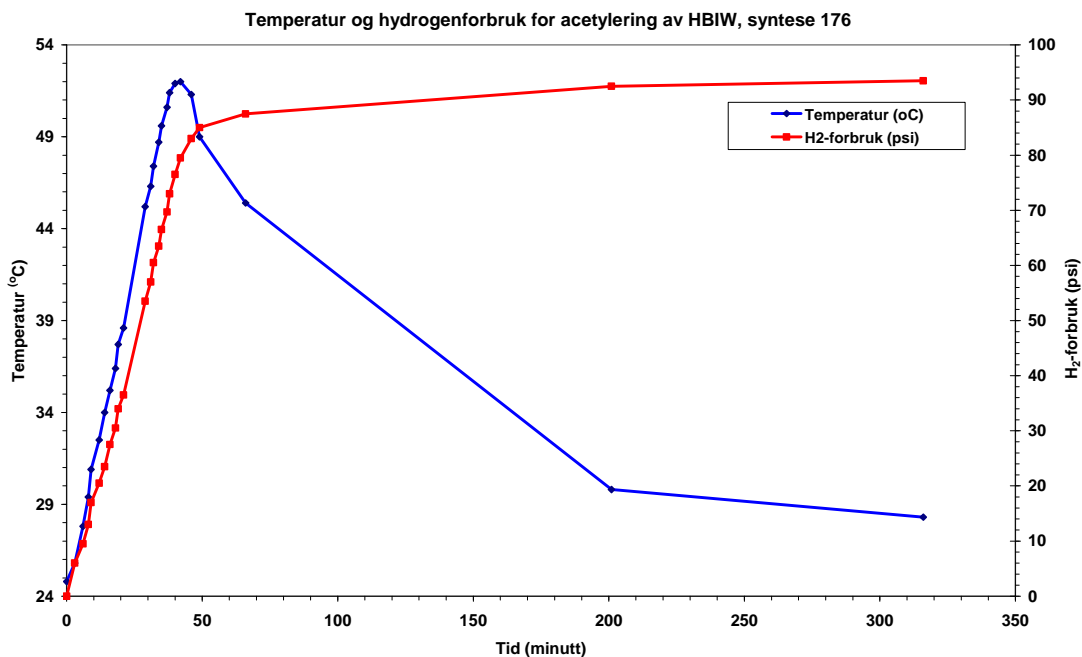
For syntese 175 ble temperaturen fortløpende avlest etter som hydrogen ble tilsatt og forbrukt under acetylering av HBIW. Prosedyren var den samme som for syntese 174 med risting i 20 timer før ny katalysator ble tilsatt og risting i ytterlige 24 timer. Forbruket av hydrogen de første 4 timene samt totalt var noe høyere enn for syntese 174. Dette ga seg utslag i noe høyere maks temperatur og et utbytte på nivå med hva som var forventet, Figur 3.20.



Figur 3.20 Hydrogen forbruk og temperatur for syntese 175.

3.3.3 Syntese 176

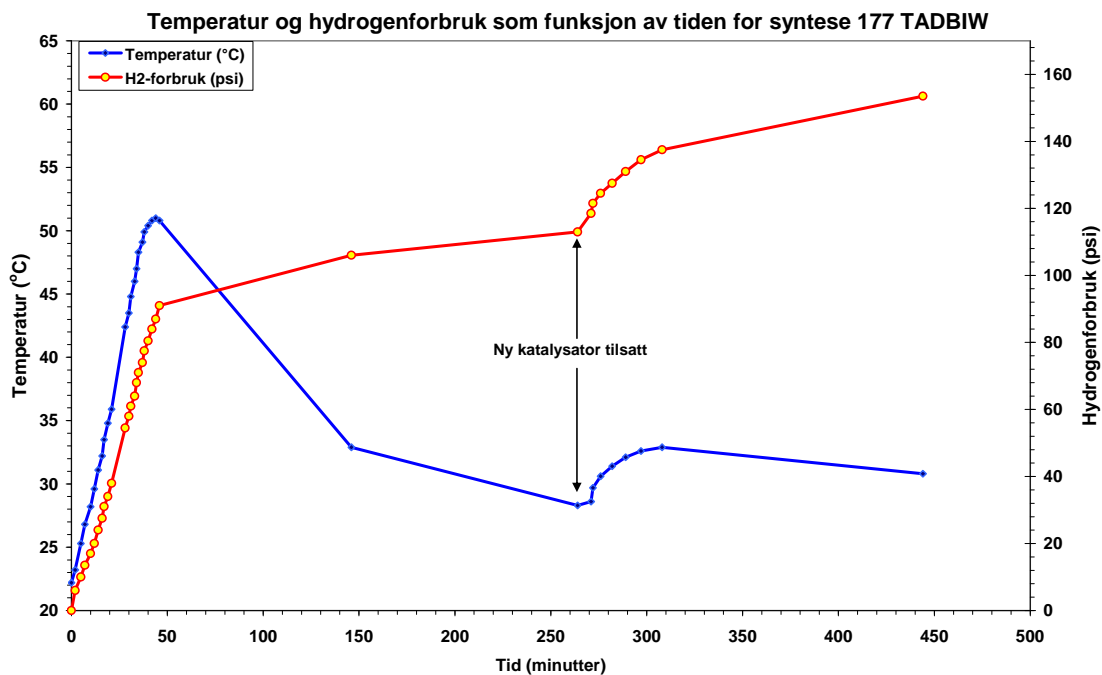
For syntese 176 ble ny katalysator tilsatt etter 5 timer. Den første tilsetningen var mislykket mens det i det andre forsøket var god reaksjon og forbruk av hydrogen og utbytte endte på et forventet nivå. Figur 3.21 viser temperatur i reaksjonsblandingen og forbruket av hydrogen som funksjon av tiden fra tilførsel av hydrogen startet. Figuren viser at maks temperatur inntreffer etter omlag 40 minutter og ikke er urovekkende høy.



Figur 3.21 Hydrogen forbruk og temperatur for syntese 176.

3.3.4 Syntese 177

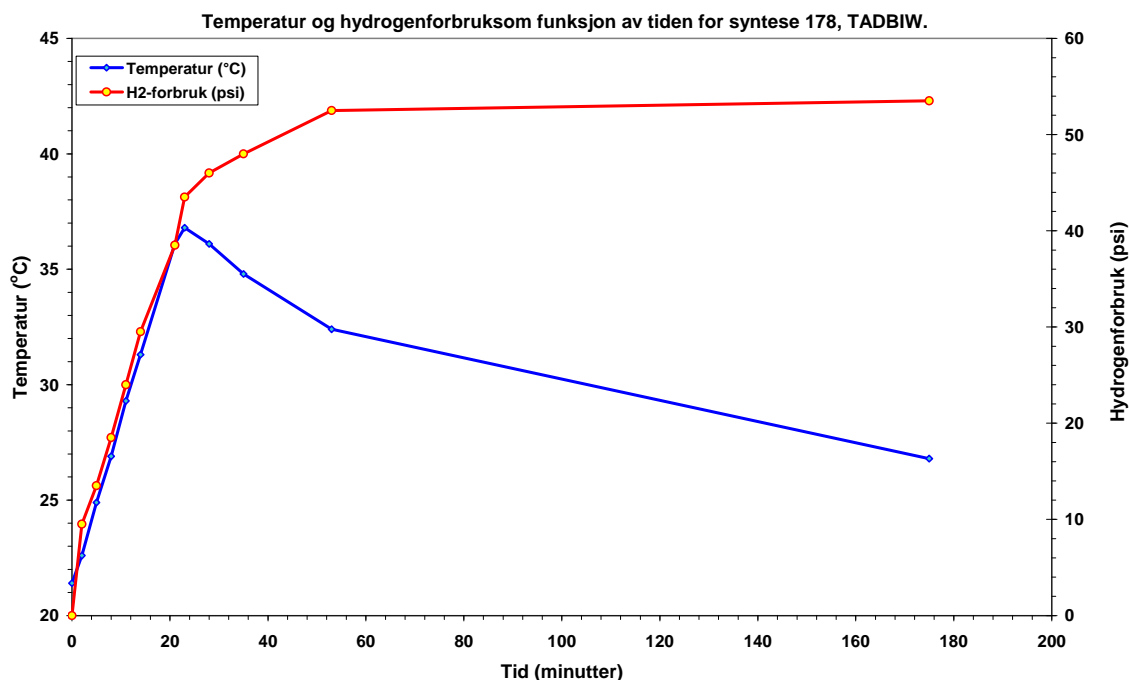
Prosedyren for syntese 177 var identisk med den benyttet for syntese 176. Figur 3.22 viser temperatur i reaksjonsblandingen og forbruket av hydrogen som funksjon av tiden fra hydrogenringen startet. Temperaturen stiger når hydrogenforbruket øker og maksimal temperaturen holder seg innenfor akseptabelt nivå.



Figur 3.22 Hydrogen forbruk og temperatur for syntese 177.

3.3.5 Syntese 178

I syntese 178 ble det benyttet rester av HBIW gjenvunnet fra moderluten. Produktet inneholder mest sannsynlig HBIW med tre acetylgrupper. Med andre ord et produkt som ikke er fullt ut acetyleret. Reaksjonsforløpet er den samme, temperaturstigning så lenge som hydrogenforbruket er stort for så å synke når konsumet avtar. Figur 3.23 viser temperatur og hydrogenforbruk som funksjon av tiden fra reaksjon start.

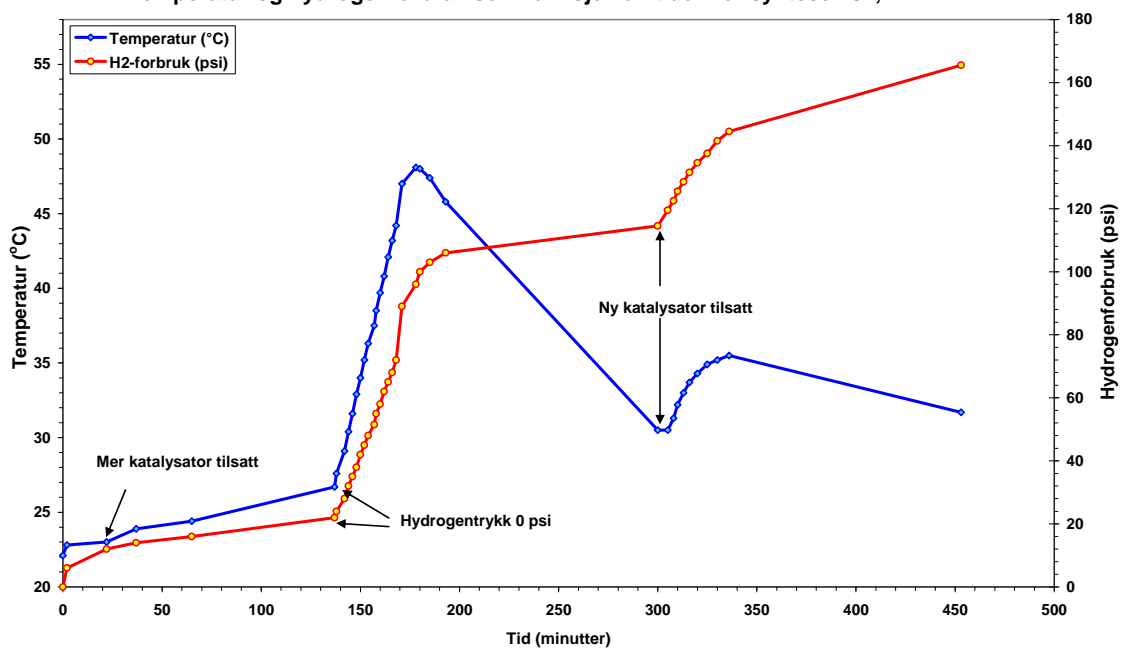


Figur 3.23 Hydrogenforbruk og temperatur for syntese 178.

3.3.6 Syntese 181

For syntese 181 var det en meget treg start og forbruket av hydrogen stoppet nærmest opp. Det ble derfor tilsatt mer ny katalysator etter omlag 30 minutter. Dette ga imidlertid ingen umiddelbar økning i hydrogenforbruket og etter 2 timer ble reaksjonsblandingen forlatt for en times tid. Ved tilbakekomst var reaksjonen tiltatt og all hydrogen forbrukt. Tilførsel av hydrogen ble raskt konsumert og resten av forløpet gikk som normalt. Figur 3.24 viser temperatur og hydrogenforbruk som funksjon av tid fra reaksjonen ble i gang satt. Totalt utbytte på 189.17 g er som for majoriteten av de andre syntesene i denne serien.

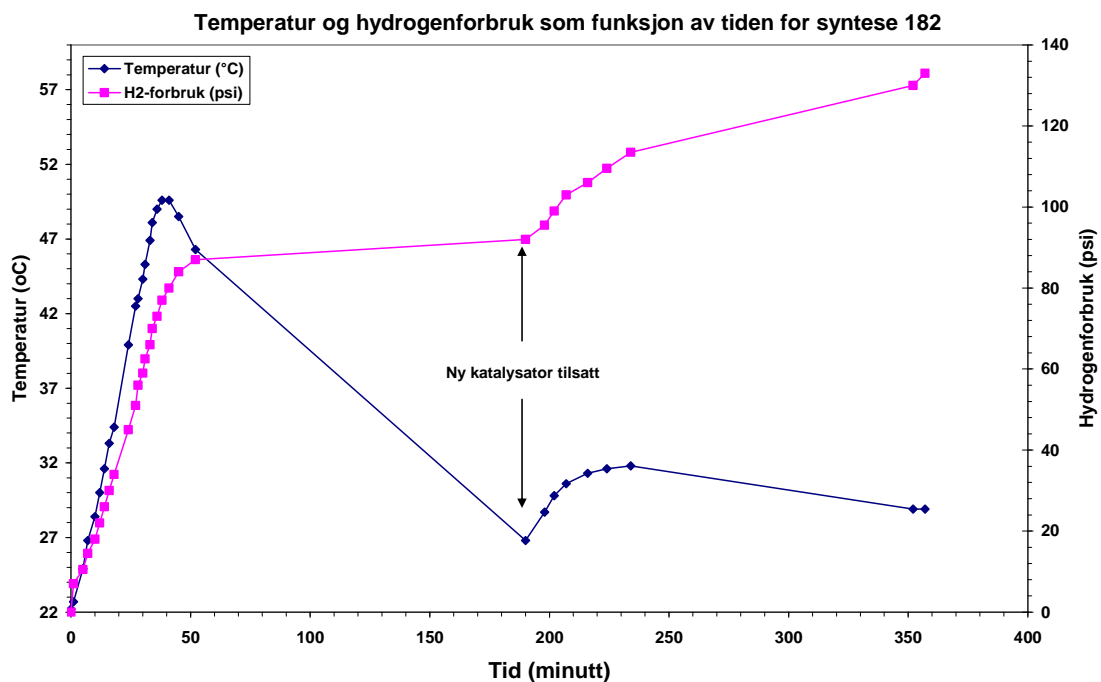
Temperatur og hydrogenforbruk som funksjon av tiden for syntese 181, TADBIW.



Figur 3.24 Hydrogenforbruk og temperatur som funksjon av tiden for syntese 181.

3.3.7 Syntese 182

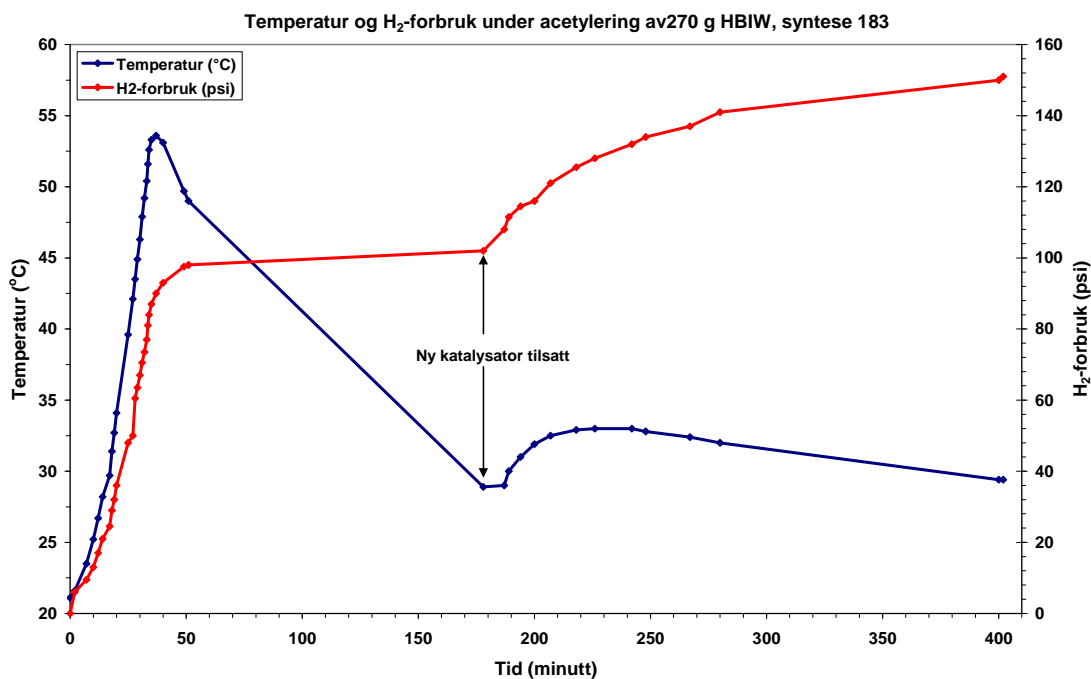
Temperatur og hydrogenforbruk for syntese 182 er gitt i figur 3.25 og viser normal temperatur og hydrogenforbruk ved begge startpunktene. Utbyttet for denne syntesen er gitt i tabell 3.7 og viser at det ligger i det nedre sjiktet med sine totalt 175.31 g.



Figur 3.25 Temperatur og hydrogenforbruk for syntese 182 av TADBIW fra HBIW.

3.3.8 Syntese 183

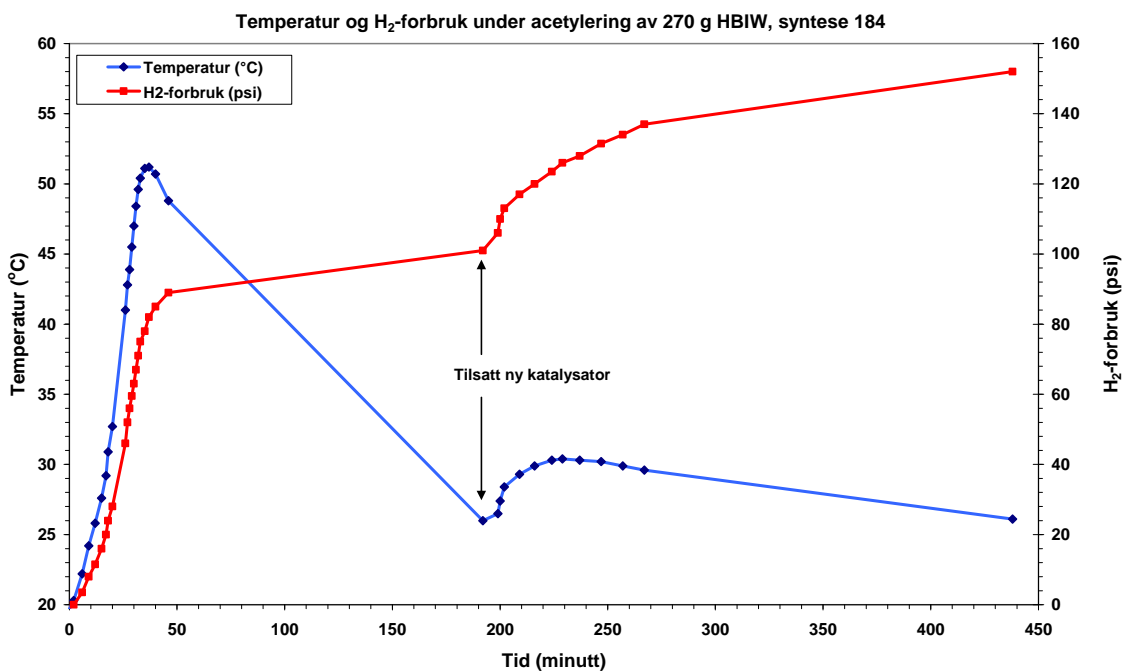
Syntese 183 var den første av 4 synteser med HBIW syntetisert av Chemring Nobel. Materialet fra Chemring inneholdt meget små krystaller i motsetning til vårt krystalliserte materiale som innehold massive nåler på flere millimeter lengde. Figur 3.26 viser en normal temperatur kurve med maksimum temperatur på 53.6°C noe høyere enn for andre synteser men som tabell 3.7 viser inneholdt syntese 183 10 % mer HBIW. Tabell 3.7 viser et utbytte på 188.28 g som ligger i det nedre sjiktet.



Figur 3.26 Hydrogenforbruk og temperatur for syntese 183.

3.3.9 Syntese 184

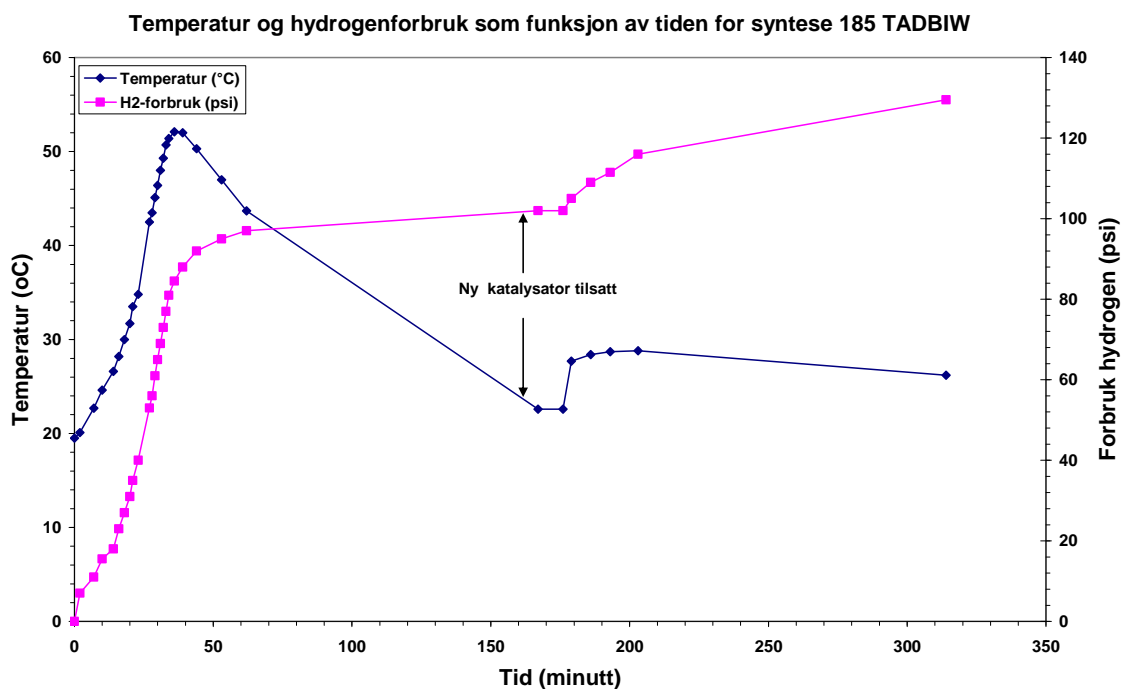
Figur 3.27 viser temperaturkurven for syntese 184 med en maksimal temperatur på 51.2 °C. Hydrogenforbruket både ved start og etter at ny katalysator er tilsatt er som normalt med omlag 2/3 i første fase og 1/3 etter at ny katalysator er tilsatt. Utbytte for denne syntesen er i det midtre sjiktet med sine 186.48 g, men med en høy andel som faststoff sammen med katalysator. Benyttet mengder materialer og forbruk av hydrogen er gitt sammen med utbytte i tabell 3.7.



Figur 3.27 Hydrogenforbruk samt temperatur under acetylering av HBIW i syntese 184.

3.3.10 Syntese 185

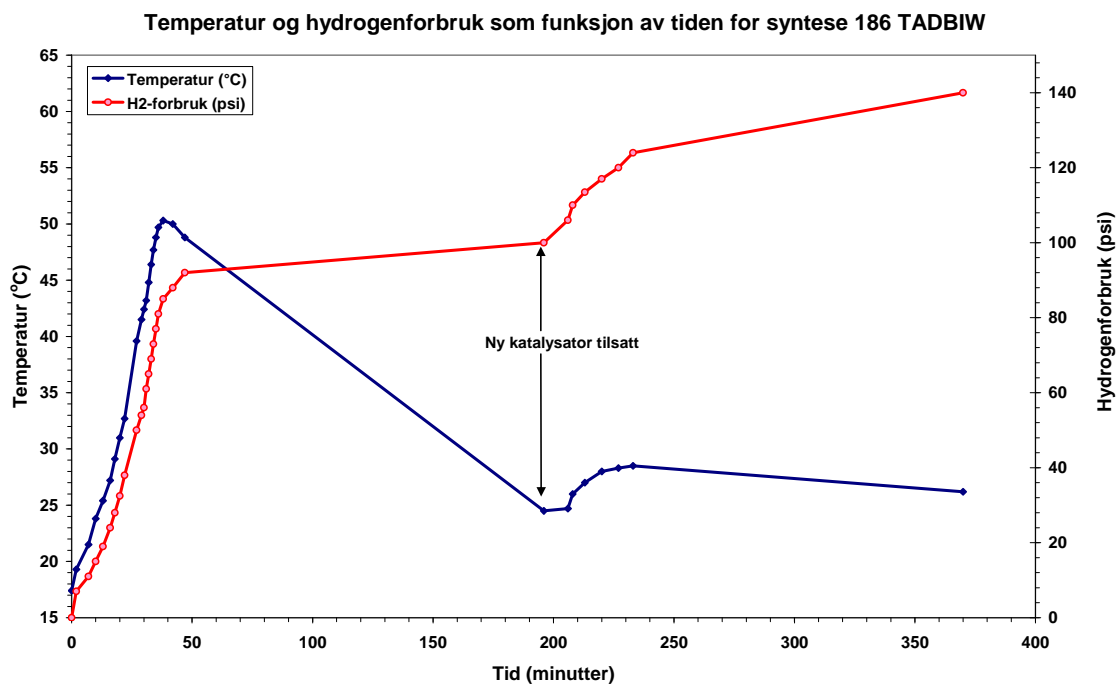
Figur 3.28 viser temperaturkurven for syntese 185 med en maksimal temperatur på 52.1 °C. Hydrogenforbruket både ved start og etter at ny katalysator er tilsatt er som normalt med omlag 2/3 i første fase og 1/3 etter at ny katalysator er tilsatt. Benyttet mengder materialer og forbruk av hydrogen er gitt sammen med utbytte i tabell 3.7.



Figur 3.28 Hydrogenforbruk samt temperatur under acetylering av HBIW i syntese 185.

3.3.11 Syntese 186

Utbytte for denne syntesen er i det øvre sjiktet med sine 185.54 g med en høy andel som faststoff sammen med katalysator. Benyttet mengder materialer og forbruk av hydrogen er gitt sammen med utbyttet i tabell 3.7. Figur 3.2 viser temperaturkurven for syntese 186 med en maksimal temperatur på 50.3 °C. Hydrogenforbruket både ved start og etter at ny katalysator er tilsatt er som normalt med omlag 2/3 i første fase og 1/3 etter at ny katalysator er tilsatt.



Figur 3.29 Hydrogenforbruk samt temperatur under acetylering av HBIW i syntese 186.

3.4 Oppskalert TADBIW

Neste serie av TADBIW synteser ble gjennomført uten måling av temperatur siden vi var komfortable med at temperaturen under hydrogeneringen ville holde seg på et nivå som ikke medførte ukontrollerbare forhold. I disse syntesene og senere synteser ble det benyttet en ny batch katalysator med vanninnhold på 51.6 % og aktivitet på 1434 ml/min·g, se appendiks A.4.3 for analysesertifikat.

Prosedyre og opparbeidelse av produkt var som for syntesene gitt i 3.3. Tabell 3.8 oppsummerer benyttet mengder av de ulike ingrediensene samt utbyttet oppnådd for hver enkel syntese. Generelt var dette en serie syntese hvor utbytte i form av faststoff utfelt sammen med katalysator og krystallisert ut fra væskedel har liten variasjon. I tillegg er utbyttet høyt sammenlignet både med tidligere og senere synteser.

Dato	Syntese Nr	HBIW (g)	Katalysator (g)	Eddiksyre anhydrid (g)	Bromo-benzen (g)	N.N-Dimethylformamid (g)	Forbruk H ₂ (mol) ²	Utbytte		
								TADBIW+ Katalysator (g)	TADBIW ? (g) ^a	Totalt (g)
29/10-07	191	270.88	35.14 15.22	450.16	7.23	695.66 60.20	103 57	183.16	2.43	185.59
30/10-07	192	270.55	35.07 15.02	450.79	7.25	662.44 61.62	102.5 56	182.65	3.08	185.73
31/10-07	193	270.87	34.42 14.94	452.02	7.20	650.70 82.67	107 50.5	186.68	2.23	188.91
1/11-07	194	270.37	34.95 15.08	450.93	7.19	647.82 73.03	101 57	180.53	2.91	183.44
2/11-07	195	270.50	34.91 14.90	450.84	7.27	651.22 60.50	102.5 54	183.99	3.28	187.27
5/11-07	196	270.46	34.27 15.11	451.94	7.23	658.76 68.44	107 49	187.44	2.94	190.38
6/11-07	197	270.67	35.19 15.00	452.29	7.20	652.40 41.83	111 45	188.69	2.89	191.58
20/11-07	198	270.38	34.88 15.39	451.90	7.20	653.62 47.70	105 51.5	188.63	3.05	191.68
21/11-07	199	270.27	34.92 13.64	450.81	7.30	641.30 82.27	105 51	184.16	3.79	187.85
22/11-07	200	270.41	33.70 15.71	450.99	7.21	642.66 86.86	102.5 54.5	184.50	3.77	188.27
23/11-07	201	270.65	33.74 13.63	450.15	7.19	648.72 67.19	102 54.5	185.59	3.32	188.91
27/11-07	202	270.83	34.99 15.16	450.21	7.22	644.84 69.53	103.5 53	186.00	3.22	189.22
12/12-07	206 ¹	271.39	35.64 13.38	451.56	7.20	643.56 67.81	122 34.5	187.86	3.44	191.30
13/12-07	207 ¹	270.67	35.04 7.12	450.43	7.12	643.78 83.76	121 36	188.63	2.94	191.57
3/1-08	208	158.55*	12.40	116.82	1.72	295.11	25			
Totalt forbruk		3947.45	698.56	6431.84	102.73	10386	2223.5			
Totalt utbytte								2598.51	43.29	2641.7
Gjennomsnitt utbytte								185.61	3.09	188.69

^a Krystallisert fra inndampet væske. ¹Produsert av Chemring Nobel AS. ² 1 psi=0.011 mol.

* Rester fra acetyleringsreaksjonen syntesene 174-207 (TADBIW?)

Tabell 3.8 Forbruk av ulike råvarer samt utbytte av TADBIW + katalysator for oppskalerte synteser.

3.5 Avsluttende synteser

En siste runde med acetylering av HBIW ble gjennomført april-mai 2008. Forbruk av råvarer samt utbyttet for hver syntese er oppsummert i tabell 3.9. Utbyttet varierer noe fra syntese til syntese med et gjennomsnittlig utbytte på 179±9 g. Utelates de to syntesene 217 og 239 som har lavest utbytte blir gjennomsnittet 180.9±6.2 g. Ved å anta at 25 g av utbytte kommer fra katalysatoren utgjør TADBIW omlag 155 g av utbytte som i mol tilsvarer 300 mmol. Utgangspunktet var 270 g HBIW eller 380.8 mmol. Et utbytte på 155 g TADBIW svarer til 78.8 %. Et konservativt overslag som er på nivå med eller høyere enn hva vi oppnådde ved ekstraksjon med kloroform.

Dato	Syntese Nr	HBIW (g)	Katalysator (g)	Eddiksyre anhydrid (g)	Bromobenzen (g)	N.N-Dimethylformamid (g)	Forbruk H ₂ (mol)	Utbytte		
								TADBIW+ katalysator (g)	TADBIW ? (g)	Totalt (g)
25/3-08	211	272.85	36.78 13.00	450.26	7.32	651.18 53.60	102 62	172.62	4.28	176.90
26/3-08	212	270.12	35.42 12.56	452.08	7.33	651.29 59.28	96 61	164.15	4.29	168.44
27/3-08	213	270.64	33.77 12.93	451.57	7.24	658.78 66.17	108 60	170.44	3.12	173.56
28/3-08	214	270.13	35.86 12.44	450.84	7.24	653.56 50.96	102 58	174.96	3.79	178.75
29/3-08	215	270.09	36.90 12.31	450.86	7.32	669.15 48.13	98 64	173.22	3.41	176.63
1/04-08	216	270.39	35.59 13.56	453.40	7.33	654.42 84.55	98 50.5	174.25	2.54	176.79
2/04-08	217	270.23	36.16 13.91	450.62	7.16	650.67 89.78	91 64.5	153.23	5.83	159.06
3/04-08	218	270.63	36.77 12.88	452.39	7.16	651.16 90.17	97.5 59.5	165.85	2.88	168.73
7/4-08	219	270.36	36.29 15.28	451.41	7.24	656.49 45.65	102.5 60	181.33	2.87	184.20
8/4-08	220	270.91	37.50 17.59	452.57	7.23	652.20 89.90	93.5 70	182.18	2.85	185.03
9/4-08	221	270.80	37.37 14.24	451.03	7.20	655.17 70.70	114 50	185.44	2.30	187.74
10/4-08	222	270.66	38.21 16.16	450.22	7.20	650.76 53.87	99.5 64.5	191.50	2.61	194.11
11/4-08	223	271.22	37.79 17.35	454.71	7.20	653.86 71.67	100 64.5	187.21	5.25	192.46
29/4-08	226	270.58	36.82 19.27	454.69	7.22	652.98 79.99	99 67	183.67	3.16	186.83
30/4-08	227	271.92	36.61 15.42	450.98	7.39	648.50 63.74	97 67	176.93	2.78	179.71
2/5-08	228	271.22	35.78 15.70	451.79	7.28	649.89 59.41	97 66.5	184.96	1.84	186.80
4/5-08	229	270.34	35.61 19.64	451.48	7.29	664.93 84.87	106 62	179.36	3.35	182.71
5/5-08	230	271.01	35.59 15.49	452.81	7.19	650.12 68.45	104 61	177.58	2.48	180.06
6/5-08	231	270.70	34.77 15.57	451.41	7.40	649.87 95.76	100 65	178.92	2.41	181.33
7/8-08	232	270.96	34.76 15.47	452.99	7.39	660.07 83.14	97 66	175.60	3.54	179.14
8/5-08	233	270.62	33.91 14.85	453.13	7.44	659.31 47.06	96 69	175.58	1.98	177.56
9/5-08	234	270.74	36.96 15.13	451.99	7.26	654.41 52.69	97 64	177.36	2.92	180.28
12/5-08	235	270.27	34.51 15.82	452.24	7.41	651.33 52.76	112.5 59.5	184.58	1.16	185.74
13/5-08	236	270.53	36.10 14.17	452.34	7.34	662.21 73.43	110 50	179.77	1.47	181.24
14/5-08	237	270.17	34.33 15.42	452.11	7.32	655.35 58.80	101 62	176.95	2.03	178.98
15/5-08	238	270.13	34.94 15.29	451.15	7.35	659.02 48.97	97 63	176.95	1.40	178.35
16/5-08	239	271.15	36.11 15.78	454.65	7.31	657.29 61.73	90 62.5	147.75	4.18	151.93
Forbruk		7309.37	1378.44	12205.72	196.76	19489.20				
								Utbytte		4833.06

Tabell 3.9 Forbruk av utgangsstoff samt utbytte av TADBIW.

Appendix A Råvarer

A.1 Eddiksyreanhydrid

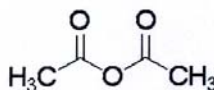
A.1.1 Egenskaper til eddiksyreanhydrid

Benyttet eddiksyreanhydrid er levert av Chemring Nobel AS som benytter den i produksjon av HMX og RDX.

© www.sigma-aldrich.com

110043 Acetic anhydride

Aldrich $\geq 99\%$



Molecular Formula	(CH ₃ CO) ₂ O
Molecular Weight	102.09
CAS Number	108-24-7
Bellstein Registry Number	385737
MDL number	MFC00008705
PubChem Substance ID	24846953
EG/EC Number	203-564-8

[Expand/Collapse All](#)

Price and Availability

available only in EU

Product Number	Your Price NOK	Available to Ship	Quantity	Actions
110043-1L	322.87	14.08.2008 details...	<input type="text"/>	
110043-2.5L	680.60	14.08.2008 details...	<input type="text"/>	

Properties

vapor density	3.5 (vs air)
vapor pressure	10 mmHg (36 °C) 4 mmHg (20 °C)
assay	$\geq 99\%$
autoignition temp.	629 °F
expl. lim.	10.3 %
availability	available only in EU
refractive index	<i>n</i> ₂₀ ^D 1.390(lit.)
bp	138-140 °C(lit.)
mp	-73 °C(lit.)
density	1.08 g/mL(lit.)

References

Merck	Merck 13,57
Bellstein	Bell. 2,IV,386
Fieser	Fieser 1,3 / Fieser 2,7 / Fieser 5,3 / Fieser 6,1 / Fieser 7,1 / Fieser 8,1 / Fieser 9,1 / Fieser 11,1
reference	Aldrich MSDS 1, 10:C / Corp MSDS 1 (1), 17:D / FT-IR 2 (1), 1204:D / FT-IR 1 (1), 711:A / FT-NMR 1 (1), 1165:A / IR-Spectra (3), 416:A / IR-Spectra (2), 368:A / NMR-Reference 2 (1), 601:A / RegBook 1 (1), 827:H / Sax 6, 85 / Sigma FT-IR 1 (2), 232:A / Structure Index 1, 129:A:1 / Vapor Phase 3, 760:C

Safety

Hazard Codes	C
Risk Statements	10-20/22-34
Safety Statements	26-36/37/39-45
RIDADR	UN1715 8 / PG 2
WGK Germany	1
RTECS	AK1925000
UEL	10.30%
LEL	2.70%
Flash Point(F)	127.4
Flash Point(C)	53
F	21

Related Products

Replaced by [539996](#), Acetic anhydride

Figur App. 1 Egenskaper til eddiksyreanhydrid.

A.1.2 HMS datablad for eddiksyreanhydrid

HMS databladet for eddiksyreanhydrid er hentet fra Sigma-Aldrich databasen.

SIGMA-ALDRICH											
HMS-DATABLAD i henhold til bestemmelse (EU) nr. 1907/2006 Utgave 3.0 Revisjonsdato 12.07.2007 Trykkingsdato 14.08.2008											
1. IDENTIFIKASJON AV KJEMIKALIET OG ANSVARLIG FIRMA											
Produktnavn	: Acetic anhydride										
Produktnr.	: 110043										
Merke	: Aldrich										
Selskap	: Sigma-Aldrich Norway AS Tevlingvn. 23 N-1081 OSLO										
Telefon	: +47 23 176000										
Faks	: +47 23 176010										
Nødtelefon	: Giftinformasjonssentralen 22 59 13 00										
E-post adresse	: eurtechserv@sial.com										
2. VIKTIGSTE FAREMOMENTER											
Sikkert råd for mennesker og for miljøet Brannfarlig. Farlig ved innånding og svelging. Etsende.											
3. STOFFBLANDINGERS SAMMENSETNING OG STOFFENES KLASSIFISERING											
Formel	: C ₄ H ₆ O ₃										
Molekylvekt	: 102,09 g/mol										
<table border="1"><thead><tr><th>CAS-Nr.</th><th>EF-Nr.</th><th>Indeks-Nr.</th><th>Klassifisering</th><th>Konsentrasjon [%]</th></tr></thead><tbody><tr><td>108-24-7</td><td>203-564-8</td><td>607-008-00-9</td><td>C, R10- R20/22- R34</td><td>-</td></tr></tbody></table>		CAS-Nr.	EF-Nr.	Indeks-Nr.	Klassifisering	Konsentrasjon [%]	108-24-7	203-564-8	607-008-00-9	C, R10- R20/22- R34	-
CAS-Nr.	EF-Nr.	Indeks-Nr.	Klassifisering	Konsentrasjon [%]							
108-24-7	203-564-8	607-008-00-9	C, R10- R20/22- R34	-							
4. FØRSTEHJELPSTILTAK											
Generelt råd Konsulter lege. Vis dette produktdatablad til tilstedeværende lege.											
Dersom produktet inhaleres Hvis pustet inn, fjern personen til frisk luft. Ved åndedrettsstans, gi kunstig åndedrett. Konsulter lege.											
I tilfelle hudkontakt Ta øyeblikkelig av forurenset tøy og sko. Vask med såpe og mye vann. Konsulter lege.											
I tilfelle øyenkontakt Skyll grundig med rikelig med vann i minst 15 minutter og konsulter lege.											
Dersom produktet svelges Fremkall IKKE brekninger. Gi aldri noe gjennom munnen til en bevisstløs person. Skyll munnen med vann. Konsulter lege.											
Aldrich - 110043	www.sigma-aldrich.com										
Side 1 of 5											

5. TILTAK VED BRANNSLUKKING

Passende brannslukningsmiddel

For små begynnende branner, bruk brannslukkingsmiddel som "alkohol" skum, tørrkemikalier eller karbondioksid. For større branner, overfyll med vann som tåke eller spray i veldig store mengder fra en avstand så langt unna som mulig. Solide vannstrømmer kan være ineffektive. Avkjøl alle berørte beholdere med overfylte mengder av vann.

Spesielt beskyttelsesutstyr for brannmenn

Bruk om nødvendig trykkluftmaske ved brannslukning.

Utfyllende opplysninger

Vannspray kan brukes for å avkjøle uåpnede beholdere.

6. TILTAK VED UTILSIKTET UTSLIPP

Sikkerhetstiltak for å beskytte personer

Bruk eget verneutstyr. Unngå å puste inn damp/dugg/gass. Sørg for skikkelig ventilasjon. Fjern alle kilder til antennelse. Evakuer personalet til sikkert område. Vis forsiktighet for oppsamling av damper som danner eksplosive konsentrasjoner. Damper kan samles på lave områder.

Sikkerhetstiltak for å beskytte ytre miljø

La ikke produktet gå i avløpsystemet.

Metoder til opprydding og rengjøring

Oppbevar og samle spill med absorberende materiale som ikke er brennbart, (f.eks. sand, jord, diatomejord, vermikulitt) og plasser i beholder for avskaffelse i henhold til lokale / nasjonale bestemmelser (se seksjon 13). Oppbevares i egnede, lukkede beholdere for avhending.

7. HÅNTERING OG OPPBEVARING

Håndtering

Unngå å puste inn damp eller tåkedis.

Holdes vekk fra antennelseskilder - Røyking forbudt. Ta forholdsregler for å forhindre oppbygging av elektrostatisk ladning.

Oppbevaring

Lagre på en kjølig plass. Hold beholderen tett lukket på et tørt og godt ventilert sted. Åpne beholdere må forsegles på nytt med forsiktighet og oppbevares i loddrett stilling for å forhindre lekkasje.

Reagerer voldsomt med vann.

8. EKSPONERINGSKONTROLL OG PERSONLIG VERNEUTSTYR

Bestanddelere med arbeidsplassrelaterte, for overvåking

Komponenter	CAS-Nr.	Verdi	kontrollparametere	Oppdater	Bas
Acetic anhydride	108-24-7	TWA	5 ppm 20 mg/m ³	1998-02-01	Norge. Administrative normer for forurensning i arbeidsatmosfære 2003. best. nr. 361
Bemerkning	For en del stoffer med fare for akutt forgiftning eller med irriterende ubehagelig virkning er det angitt en maksimalkonsentrasjon som ikke må overskrides. For disse stoffene kan en følgelig ikke bruke overskridelsesfaktorene.				
		CEIL	5 ppm 20 mg/m ³	1998-02-01	Norge. Administrative normer for forurensning i arbeidsatmosfære 2003. best. nr. 361
	Takverdier				

Personlig beskyttelse

Åndedrettsvern

Når risikovurdering viser at åndedrettsvern med filterapparat er hensiktsmessig, bruk helmaske med kombinasjonsfilter eller type ABEK-filter (EN 14387) som støtte til eksterne ventilasjonssystemer. Dersom åndedrettsvern er den eneste beskyttelsen, bruk luftforsynt åndedrettsvern med helmaske. Bruk åndedrettsvern og komponenter som er testet og godkjent etter standarder som NIOSH (US) or CEN (EU).

Håndvern

Håndteres med vernehansker. De valgte vernehanskene må tilfredsstillende spesifikasjonene til EU Direktiv 89/689/EØF og standarden EN 374 derivert fra direktivet.

Øyevern

Vernebriller

Hud og kroppsbeskyttelse

Velg kroppsbeskyttelse i henhold til mengden og konsentrasjonen av farlige stoffer på arbeidssedet.

Hygieniske forhåndsregler

Må behandles i henhold til alle forskrifter vedrørende industriell hygiene og sikkerhetstiltak. Vask hendene før arbeidspauser og etter arbeidstidens slutt.

9. FYSISKE OG KJEMISKE EGENSKAPER

Utseende

Form	væske
Farge	fargeløs
Lukt	påtrengende

Sikkerhetsdata

pH	ingen data tilgjengelig
Smeltepunkt	-73 °C
Kokepunkt	138 - 140 °C ved 1.013 hPa
Flammepunkt	49 °C - lukket skål
Antennelsestemperatur	332 °C
Nedre eksplosjonsgrense	2,7 %(V)
Øvre eksplosjonsgrense	10,3 %(V)
Damptrykk	5 hPa ved 20 °C 13 hPa ved 36 °C 6,69 hPa
Tetthet	1,080 g/cm ³
Vannoppløselighet	lite oppløselig
Damptetthet	3,52 - (Luft = 1.0)

10. STABILITET OG REAKTIVITET

Lagerstabilitet

Stabil under anbefalte lagringsforhold.

Forhold som skal unngås

Varme, flammer og gnister.

Vann må ikke komme inn i beholderen på grunn av voldsom reaksjon.

Materialer som skal unngås
syrer, Alkoholer, Baser, Oksyderingsmidler, Reduksjonsmidler, Pulveriserte metaller

Farlige spaltningsprodukter

Farlige nedbrytningsprodukter dannet under branntilstander.
Karbonoksider

11. OPPLYSNINGER OM HELSEFARE

Akutt giftighet

LD50 Oral - rotte - 1.780 mg/kg

LC50 Innåndning - rotte - 4 t - 4.200 mg/m³

LD50 Hud - kanin - 4,32 g/kg

Irritasjon og tæring

Hud - kanin - Lett hudirritasjon

Øyne - kanin - Alvorlig øyeirritasjon

Sensibilisering

ingen data tilgjengelig

Kronisk eksponering

ingen data tilgjengelig

Potensielle helsevirkninger

Innåndning	Skadelig hvis pustet inn. Stoffet er ekstremt skadelig for slimhinner og øvre luftveier.
Hud	Kan være skadelig hvis det absorberes gjennom huden. Forårsaker forbrenning av huden.
Øyne	Forårsaker forbrenning av øyne.
Inntak	Farlig ved svelging. Etsende.

12. MILJØOPPLYSNINGER

Opplysninger om eliminering (persistanse og nedbrytbarhet)

ingen data tilgjengelig

Økotoxikologiske effekter

Giftighet for fisk LC50 - *Leuciscus idus melanotus* - 265 mg/l - 48 t

Toksisitet til dafnia og andre virvelløse dyr som lever i vann.
EC50 - *Dafnia* - 55 mg/l - 96 t

Videre informasjon om økologi

ingen data tilgjengelig

13. FJERNING AV KJEMIKALIEAVFALL

Produkt

Dette brennbare materialet kan brennes i en kjemisk forbrenningsovn utstyrt med etterbrenningskammer og skrubber. Overhold alle statlige, kommunale og lokale miljøbestemmelser. Kontakt en godkjent behandlings- eller mottaksstasjon for farlig avfall for destruksjon av dette materialet.

Forurenset emballasje

Avhend på samme måte som ubrukt produkt.

Aldrich - 110043

www.sigma-aldrich.com

Side 4 of 5

14. OPPLYSNINGER OM TRANSPORT

ADR/RID

UN-Nr.: 1715 Klasse: 8 (3) Emballasjegruppe: II
Varenavnet: ACETIC ANHYDRIDE

IMDG

UN-Number: 1715 Class: 8 (3) Packing group: II EMS-No: F-E, S-C
Proper shipping name: ACETIC ANHYDRIDE
Marine pollutant: No

IATA

UN-Number: 1715 Class: 8 (3) Packing group: II
Proper shipping name: Acetic anhydride

15. OPPLYSNINGER OM LOVER OG FORSKRIFTER

Merking i henhold til EF direktiver

EF merking

Faresymboler

C Etsende

R-setning(er)

R10 Brannfarlig.
R20/22 Farlig ved innånding og svelging.
R34 Etsende.

S-setning(er)

S26 Får man stoffet i øynene, skylk straks grundig med store mengder vann og kontakt lege.
S36/37/39 Bruk egnede verneklær, vernehansker og vernebriller/ansiktsskjerm.
S45 Ved uhell eller illebefinnende er omgående legebehandling nødvendig; vis etiketten om mulig.

16. ANDRE OPPLYSNINGER

Utfyllende opplysninger

Copyright 2007 Sigma-Aldrich. Det er kun tillatt å lage ubegrenset papirkopier til internt bruk.
Informasjonen over antas å være korrekt, men inkluderer ikke nødvendigvis all informasjon om stoffet og skal derfor bare brukes som veiledning. Sigma-Aldrich skal ikke bli holdt ansvarlig for noen som helst skade som følge av håndtering eller kontakt med produktet over. Se baksiden på fakturaen eller pakkseddelen for ytterligere betingelser for salg.

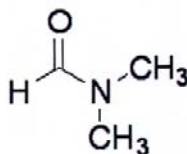
A.2 N,N-dimethylformamid

A.2.1 Egenskaper til DMF

© www.sigma-aldrich.com

15440 N,N-Dimethylformamide

Sigma-Aldrich ≥99% (GC)



Synonym	DMF
Molecular Formula	HCON(CH ₃) ₂
Molecular Weight	73.09
CAS Number	68-12-2
Beilstein Registry Number	605365
MDL number	MFCD00003284
PubChem Substance ID	24849438
EG/EC Number	200-679-5

[Expand/Collapse All](#)

Price and Availability

Descriptions

Application

Solvent for many hydrophobic organic compounds.

Other Notes

This former Riedel-de Haën product is now being offered as Sigma-Aldrich brand. During the transition, you still may receive the Riedel product. The rebranding has no impact on product performance or quality. For further information see www.sigma-aldrich.com/rebranding. Printing link to product [rebranding statement](#).

Properties

vapor density	2.5 (vs air)
vapor pressure	2.7 mmHg (20 °C)
assay	≥99% (GC)
autoignition temp.	833 °F
expl. lim.	15.2 %
total impurities	≤0.1% water (Karl Fischer)
refractive index	n ₂₀ /D 1.430(lit.)
bp	153 °C(lit.)
mp	-61 °C(lit.)
density	0.944 g/mL(lit.)

References

Merck	Merck 13,3269
Beilstein	Beil. 4.IV,171
Fieser	Fieser 1,273 / Fieser 1,278 / Fieser 2,153 / Fieser 3,115 / Fieser 4,184 / Fieser 5,247 / Fieser 7,124 / Fieser 8,189 / Fieser 9,182 / Fieser 11,198 / Fieser 12,203 / Fieser 14,148 / Fieser 16,144
reference	Aldrich MSDS 1, 770:A / Corp MSDS 1 (1), 1374:A / FT-IR 2 (1), 1278:A / FT-IR 1 (1), 758:D / FT-NMR 1 (1), 1239:C / IR-Spectra (3), 443:E / IR-Spectra (3), 443:D / IR-Spectra (2), 392:D / NMR-Reference 2 (1), 639:A / RegBook 1 (1), 891:A / Sax 6, 1163 / Sigma FT-IR 1 (2), 500:D / Structure Index 1, 136:D:7 / Vapor Phase 3, 781:B

Safety

Hazard Codes	T
Risk Statements	61-20/21-36
Safety Statements	53-45
RIDADR	UN 2265 3/PG 3
WGK Germany	1
RTECS	LQ2100000
UEL	15.20%
LEL	2.20%
Flash Point(F)	136 °F
Flash Point(C)	58 °C

Related Categories

... [Carbonyl Compounds](#) > [Amides](#)

Figur App. 2 Egenskaper for DMF gitt av produsent.

A.2.2 HMS datablad for DMF

SIGMA-ALDRICH																			
HMS-DATABLAD i henhold til bestemmelse (EU) nr. 1907/2006 Utgave 3.1 Revisjonsdato 15.08.2007 Trykkingsdato 14.08.2008																			
1. IDENTIFIKASJON AV KJEMIKALIET OG ANSVARLIG FIRMA																			
Produktnavn	: N,N-Dimethylformamide																		
Produktnr.	: 15440																		
Merke	: Sigma-Aldrich																		
Selskap	: Sigma-Aldrich Norway AS Tevlingvn. 23 N-1081 OSLO																		
Telefon	: +47 23 178000																		
Faks	: +47 23 178010																		
Nødtelefon	: Giftinformasjonssentralen 22 59 13 00																		
E-post adresse	: eurtechserv@sial.com																		
2. VIKTIGSTE FAREMOMENTER																			
Sikkert råd for mennesker og for miljøet Kan gi fosterskader. Også farlig ved innånding og hudkontakt. Irriterer øynene.																			
3. STOFFBLANDINGERS SAMMENSETNING OG STOFFENES KLASIFISERING																			
Formel	: C3H7NO																		
Molekylvekt	: 73,09 g/mol																		
<table border="1"> <thead> <tr> <th>CAS-Nr.</th> <th>EF-Nr.</th> <th>Indeks-Nr.</th> <th>Klassifisering</th> <th>Konsentrasjon [%]</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td colspan="5">N,N-Dimethylformamide</td> </tr> <tr> <td>68-12-2</td> <td>200-679-5</td> <td>616-001-00-X</td> <td>T, Repr.Cat.2, R61- R20/21- R36</td> <td>-</td> </tr> </tbody> </table>					CAS-Nr.	EF-Nr.	Indeks-Nr.	Klassifisering	Konsentrasjon [%]	N,N-Dimethylformamide					68-12-2	200-679-5	616-001-00-X	T, Repr.Cat.2, R61- R20/21- R36	-
CAS-Nr.	EF-Nr.	Indeks-Nr.	Klassifisering	Konsentrasjon [%]															
N,N-Dimethylformamide																			
68-12-2	200-679-5	616-001-00-X	T, Repr.Cat.2, R61- R20/21- R36	-															
4. FØRSTEHJELPSTILTAK																			
Generelt råd Konsulter lege. Vis dette produktdatablad til tilstedeværende lege.																			
Dersom produktet inhaleres Hvis pustet inn, fjern personen til frisk luft. Ved åndedrettsstans, gi kunstig åndedrett. Konsulter lege.																			
I tilfelle hudkontakt Vask med såpe og mye vann. Konsulter lege.																			
I tilfelle øyenkontakt Skyll grundig med rikelig med vann i minst 15 minutter og konsulter lege.																			
Dersom produktet svelges Gi aldri noe gjennom munnen til en bevisstløs person. Skyll munnen med vann. Konsulter lege.																			
5. TILTAK VED BRANNSLUKKING																			
Passende brannslukningsmiddel Bruk vannspreder, alkohol-resistent skum, tørt kjemisk, eller kuldioksid.																			
Sigma-Aldrich - 15440	www.sigma-aldrich.com	Side 1 of 5																	

Spesielt beskyttelsesutstyr for brannmenn
Bruk om nødvendig trykkluftmaske ved brannslukning.

6. TILTAK VED UTILSIKTET UTSLIPP

Sikkerhetstiltak for å beskytte personer

Bruk eget verneutstyr. Unngå å puste inn damp/dugg/gass. Sørg for skikkelig ventilasjon. Evakuer personalet til sikkert område.

Sikkerhetstiltak for å beskytte ytre miljø

Forhindre ytterligere lekkasje eller søl dersom det er forsvarlig. La ikke produktet gå i avløpsystemet.

Metoder til opprydding og rengjøring

Sug opp med inaktivt oppsugende stoff og kast som spesialavfall. Oppbevares i egnede, lukkede beholdere for avhending.

7. HÅNTERING OG OPPBEVARING

Håndtering

Unngå direkte kontakt - innhent spesielle opplysninger før bruk. Unngå å puste inn damp eller tåkedis. Holdes vekk fra antennelseskilder - Røyking forbudt. Ta forholdsregler for å forhindre oppbygging av elektrostatisk ladning.

Oppbevaring

Lagre på en kjølig plass. Hold beholderen tett lukket på et tørt og godt ventilert sted. Åpne beholdere må forsegles på nytt med forsiktighet og oppbevares i loddrett stilling for å forhindre lekkasje.

8. EKSPONERINGSKONTROLL OG PERSONLIG VERNEUTSTYR

Bestanddelene med arbeidsplassrelaterte, for overvåking

Komponenter	CAS-Nr.	Verdi	kontrollparametere	Oppdater	Bas
N,N-Dimetylformamide	68-12-2	TWA	10 ppm 30 mg/m ³	1998-02-01	Norge. Administrative normer for forurensning i arbeidsatmosfære 2003. best. nr. 361

Personlig beskyttelse

Åndedrettsvern

Når risikovurdering viser at åndedrettsvern med filterapparat er hensiktsmessig, bruk helmaske med kombinasjonsfilter eller type ABEK-filter (EN 14387) som støtte til eksterne ventilasjonssystemer. Dersom åndedrettsvern er den eneste beskyttelsen, bruk luffforsynt åndedrettsvern med helmaske. Bruk åndedrettsvern og komponenter som er testet og godkjent etter standarder som NIOSH (US) or CEN (EU).

Håndvern

Håndteres med vernehansker. De valgte vernehanskene må tilfredsstillende spesifikasjonene til EU Direktiv 89/689/EØF og standarden EN 374 derivert fra direktivet.

Øyevern

Vernebriller

Hud og kroppsbeskyttelse

Velg kroppsbeskyttelse i henhold til mengden og konsentrasjonen av farlige stoffer på arbeidsstedet.

Hygieniske forhåndsregler

Unngå kontakt med hud, øyne og klær. Vask hendene før arbeidspauser og med en gang etter å ha håndtert stoffet.

9. FYSISKE OG KJEMISKE EGENSKAPER

Utseende

Form
Sigma-Aldrich - 15440

væske, klar
www.sigma-aldrich.com

Side 2 of 5

Farge	fargeløs
Lukt	som amin
Sikkerhetsdata	
pH	6,7
Smeltepunkt	-81 °C
Kokepunkt	153 °C ved 1.013 hPa
Flammepunkt	58 °C - lukket skål
Antennelsestemperatur	445 °C
Nedre eksplosjonsgrense	2,2 %(V)
Øvre eksplosjonsgrense	15,2 %(V)
Damptrykk	3,80 hPa ved 20 °C 5,16 hPa ved 25 °C
Tetthet	0,948 g/cm ³
Vannopløselighet	fullstendig blandbar
Fordelingskoeffisient (n-oktanol/vann)	log Pow: -1,01
Damptetthet	2,52 - (Luft = 1.0)

10. STABILITET OG REAKTIVITET

Lagerstabilitet

Stabil under anbefalte lagringsforhold.

Materialer som skal unngås

Sterke oksyderende midler

Farlige spaltningsprodukter

Farlige nedbrytningsprodukter dannet under branntilstander.

Karbonoksid, nitrogenoksid (NO_x)

11. OPPLYSNINGER OM HELSEFARE

Akutt giftighet

LD50 Oral - rotte - 2.800 mg/kg

LD50 Hud - kanin - 4.720 mg/kg

Irritasjon og tæring

Hud - Menneske - Lett hudirritasjon - 24 t

Sensibilisering

ingen data tilgjengelig

Kronisk eksponering

Dette produktet er eller inneholder en forbindelse som ikke kan klassifiseres med hensyn på kreftfremkallende egenskaper basert på dets IARC, ACGIH, NTP, eller EPA- klassifisering.

Genotoksisitet in vitro - mus - lymfocyt

Mutasjon i somatiske celler hos pattedyr.

Kan forårsake medfødte misdannelser hos fosteret.

Symptomer på eksponering

Advarsel: intoleranse for alkohol kan forekomme opp til 4 dager etter eksponering for dimetylformamid. N,N-dimetylformamid anses å være en sterk levergift., Kaster opp, Diare, Mavesmerter, Etter vår beste kjennskap er ikke de kjemiske, fysiske og toksikologiske egenskapene fullstendig undersøkt.

Potensielle helsevirkninger

Innåndning	Skadelig hvis pustet inn. Kan føre til irritasjon av pusterøret.
Hud	Skadelig hvis absorbert gjennom huden. Kan forårsake hudirritasjon.
Øyne	Forårsaker øyenirritasjon.
Inntak	Kan være skadelig ved svelging.
Målorganer	Nyre, Lever, Blod, Hjerte-karsystem., Sentralnervesystem,

12. MILJØOPPLYSNINGER

Opplysninger om eliminering (persistanse og nedbrytbarhet)

ingen data tilgjengelig

Økotoksikologiske effekter

Giftighet for fisk	LC50 - Oncorhynchus mykiss (Regnbueørret) - 9.000 - 13.000 mg/l - 96 t
	LC50 - Lepomis macrochirus - 6.700 - 7.500 mg/l - 96 t
	LC50 - Pimephales promelas (Storhodet ørekyte) - 10.400 - 10.800 mg/l - 96 t
Toksisitet til dafnia og andre virvelløse dyr som lever i vann.	EC50 - Daphnia magna - 9.800 - 13.100 mg/l - 48 t

Videre informasjon om økologi

ingen data tilgjengelig

13. FJERNING AV KJEMIKALIEAVFALL

Produkt

Dette brennbare materialet kan brennes i en kjemisk forbrenningsovn utstyrt med etterbrenningskammer og skrubber. Overhold alle statlige, kommunale og lokale miljøbestemmelser. Kontakt en godkjent behandlings- eller mottaksstasjon for farlig avfall for destruksjon av dette materialet.

Forurenset emballasje

Avhend på samme måte som ubrukt produkt.

14. OPPLYSNINGER OM TRANSPORT

ADR/RID

UN-Nr.: 2265 Klasse: 3 Emballasjegruppe: III
Varenavnet: N,N-DIMETHYLFORMAMIDE

IMDG

UN-Number: 2265 Class: 3 Packing group: III EMS-No: F-E, S-D
Proper shipping name: N,N-DIMETHYLFORMAMIDE
Marine pollutant: No

IATA

UN-Number: 2265 Class: 3 Packing group: III
Proper shipping name: N,N-Dimethylformamide

15. OPPLYSNINGER OM LOVER OG FORSKRIFTER

Merking i henhold til EF direktiver

EF merking

Faresymboler

T Giftig

R-setning(er)

R61 Kan gi fosterskader.
R20/21 Også farlig ved innånding og hudkontakt.
R36 Irriterer øynene.

S-setning(er)

S53 Unngå direkte kontakt - innhent spesielle opplysninger før bruk.
S45 Ved uhell eller illebefinnende er omgående legebehandling nødvendig; vis etiketten om mulig.

Begrenset til profesjonelle brukere.

16. ANDRE OPPLYSNINGER

Utfyllende opplysninger

Copyright 2007 Sigma-Aldrich. Det er kun tillatt å lage ubegrenset papirkopier til internt bruk. Informasjonen over antas å være korrekt, men inkluderer ikke nødvendigvis all informasjon om stoffet og skal derfor bare brukes som veiledning. Sigma-Aldrich skal ikke bli holdt ansvarlig for noen som helst skade som følge av håndtering eller kontakt med produktet over. Se baksiden på fakturaen eller pakkseddelen for ytterligere betingelser for salg.

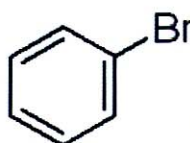
A.3 Brombenzen

A.3.1 Egenskaper til brombenzen

© www.sigma-aldrich.com

16350 Bromobenzene

Fluka puriss., ≥99.5% (GC)



Molecular Formula	C ₆ H ₅ Br
Molecular Weight	157.01
CAS Number	108-86-1
Beilstein Registry Number	1236661
MDL number	MFC000000055
PubChem Substance ID	24849751
EG/EC Number	203-623-8

[Expand/Collapse All](#)

Price and Availability

Properties

vapor density	5.41 (vs air)
vapor pressure	10 mmHg (40 °C)
grade	puriss.
assay	≥99.5% (GC)
autoignition temp.	1051 °F
expl. lim.	36.5 %
refractive index	<i>n</i> _{20/D} 1.559(lit.) <i>n</i> _{20/D} 1.559
bp	156 °C(lit.)
mp	-31 °C(lit.)
density	1.491 g/mL at 25 °C(lit.)

References

Merck	<i>Merck</i> 13,1390
Beilstein	<i>Beil.</i> 5,IV,670
reference	<i>Aldrich MSDS</i> 1, 232:A / <i>Corp MSDS</i> 1 (1), 501:A / <i>FT-IR</i> 2 (2), 1680:C / <i>FT-IR</i> 1 (1), 971:C / <i>FT-NMR</i> 1 (2), 61:C / <i>IR-Spectra</i> (3), 588:C / <i>IR-Spectra</i> (2), 524:C / <i>NMR-Reference</i> 2 (1), 773:C / <i>RegBook</i> 1 (1), 1165:C / <i>Sax</i> 6, 2178 / <i>Sigma FT-IR</i> 1 (2), 332:D / <i>Structure Index</i> 1, 179:C:1 / <i>Vapor Phase</i> 3, 889:C

Safety

Hazard Codes	Xi,N
Risk Statements	10-38-51/53
Safety Statements	61
RIDADR	UN 2514 3/PG 3
WGK Germany	2
RTECS	CY9000000
UEL	36.50%
LEL	6.00%
Flash Point(F)	124 °F
Flash Point(C)	51 °C

Related Categories

... [Aryl](#) > [C6](#)

Figur App. 3 Egenskaper for brombenzen gitt av produsent.

A.3.2 HMS datablad for brombenzen

SIGMA-ALDRICH

Helse- . miljø- og sikkerhetsdatablad

Utskriftsdato: 08/AUG/2008

Revisjonsdato: 11/FEB/2006

Utgave 1.5

Forordning (EF) nr 1907/2006

1 - Identifikasjon av kjemikaliet og ansvarlig firma

Handelsnavn	Brombenzen
Produktnr.	16350
Leverandør	Sigma-Aldrich Norway AS Tevlingveien 23 1081 Oslo Norge
Telefon	47 23 17 60 00
Faks	47 23 17 60 10
E-post adresse	eurtechserv@sial.com
Nødtelefon	Giftinformasjonssentralen 22 59 13 00

2 - Viktigste faremomenter

VIKTIGSTE FAREMOMENTER FOR HELSE OG MILJØ.

Brannfarlig. Irriterer huden. Giftig for vannlevende organismer.kan forårsakeuønskede langtidsvirkninger i vannmiljøet.

3 - Opplysninger om kjemisk sammensetning

Handelsnavn	CAS nr.	EC nr.	Annex I
Indeksnr.			
BROMOBENZENE		108-86-1	203-623-8 602-060-00-9
Formel	C6H5Br		
Molekylvekt	157.02 AMU		
Synonymer	Monobromobenzene	* NCI-C55492	* Phenyl bromide

4 - Førstehjelpstiltak

INNÅNDING

Ved innånding. flytt straks den eksponerte til frisk luft. Ved åndedrettsstans. gi kunstig åndedrett. Ved pustevansker. gi oksygen.

HUDKONTAKT

Ved hudkontakt. vask straks huden med såpe og store mengder vann.

ØYEKONTAKT

Ved øyekontakt. skylt straks med store mengder vann i minst 15 minutter.

SVELGING

Ved svelging. skylt munnen med vann forutsatt at den tilskadekomne ikke er bevisstløs. Kontakt lege.

5 - Tiltak ved brannslukning

BRANNSLUKNINGSMIDLER

Egnet: For små begynnende branner, bruk brannslukkingsmiddel som "alkohol" skum, tørrkemikalier eller karbondioksid. For større branner, overfyll med vann som tåke eller spray i veldig store mengder fra en avstand så langt unna som mulig. Solidevannstrømmer kan være ineffektive. Avkjøl alle berørte beholdere med overfylte mengder av vann.

SPESIELLE FARER

Spesielle faremomenter: Brennbar væske. Ved brann dannes giftig røyk.

SPESIELT VERNEUTSTYR FOR BRANNMANNSKAP.

Bruk luftforsynt åndedrettsvern og verneklær for å unngå kontakt med hud og øyne.

6 - Tiltak ved utilsiktet utslipp

PERSONLIGE FORHOLDSREGLER VED LEKKASJE ELLER SØL

Evakuer området.

PERSONLIGE VERNETILTAK.

Bruk åndedrettsvern, vernebriller, gummistøvler og solide gummihansker.

OPPRENSKNINGSMETODER

Dekk til med tørrkalk, sand, eller natriumkarbonat. Legg i tildekte beholdere med gnistfritt verktøy og transporter utendørs. Ventiler og vask området etter at produktet er samlet opp.

7 - Håndtering og oppbevaring

HÅNDBLING

Forholdsregler for sikker håndtering: Unngå innånding av damper. Unngå kontakt med øyne, hud og klær. Unngå langvarig eller gjentatt eksponering.

OPPBEVARING

Forholdsregler ved lagring: Hold beholderen tett lukket. Unngå varme og åpen ild. Myndighetenes retningslinjer og forskrifter for oppbevaring av brannfarlige varer skal nøye følges.

8 - Eksponeringskontroll og personlig verneutstyr

PROSESSFORHOLD

Nøddusj og øyedusj anbefales. Arbeid i avtrekkskap.

GENERELLE HYGIENISKE RUTINER

Vask tilsølt tøy før det brukes igjen. Vask grundig etter bruk.

PERSONLIG VERNEUTSTYR

Åndedrettsvern: Bruk åndedrettsvern og komponenter som er testet og godkjent etter standarder som NIOSH (US) or CEN (EU). Når risikovurdering viser at åndedrettsvern med filterapparat er hensiktsmessig, bruk helmaske med kombinasjonsfilter eller type ABEK-filter (EN 14387) som støtte til eksterne ventilasjonssystemer. Dersom åndedrettsvern er den eneste beskyttelsen, bruk luftforsynt åndedrettsvern med helmaske. Arbeidshansker: Bruk kjemikalieresistente vernehansker.

Øyevern: Kjemiske vernebriller.

9 - Fysiske og kjemiske egenskaper

Fysikalsk tilstand	Form/konsistens: Væske
	Farge: Nesten fargeløs
	Form: Klar væske
Egenskaper	Verdi Ved temperatur eller trykk
pH	Ikke tilgjengelig
Kokepunkt (intervall)	154.0 - 155.0 °C
Smeltepunkt (intervall)	- 31.0 °C
Flammepunkt	51 °C Metode: Lukket kopp
Brennbarhet	Ikke tilgjengelig
Selvantennelsestemperatur	566 °C
Oksiderende egenskaper	Ikke tilgjengelig
Eksplorative egenskaper	Ikke tilgjengelig
Eksplasjonsgrenser	Nedre: 6 %
Øvre:	36.5 %
Damptrykk	4 mmHg 25 °C
Tetthet (g/m ³)	1.494 g/cm ³
Fordelingskoeffisient	
log Kow	Log Kow: 2.99
Viskositet	Ikke tilgjengelig
Damptetthet	5.41 g/l
Mettet dampkonsentrasjon	Ikke tilgjengelig
Fordampningshastighet	Ikke tilgjengelig
Bulktetthet	Ikke tilgjengelig
Dekomponeringstemperatur	Ikke tilgjengelig
Innhold av løsningsmiddel	Ikke tilgjengelig
Vanninnhold	Ikke tilgjengelig
Overflatespenning	Ikke tilgjengelig
Ledningsevne	Ikke tilgjengelig
Diverse data	Ikke tilgjengelig
Løselighet	Ikke tilgjengelig

10 - Stabilitet og reaktivitet

STABILITET

Stabilitesforhold: Stabil.

Materialer som bør unngås: Sterke oksidasjonsmidler.

FARLIGE NEDBRYTNINGSPRODUKTER

Farlige nedbrytningsprodukter: Karbonmonoksid, karbondioksid.

Hydrogenbromidgass.

FARLIG POLYMERISERING

Farlig polymerisering: Vil ikke forekomme.

11 - Opplysninger om helsefare

RTECS-NR.: CY9000000

AKUTT TOKSISITET

LD50

Oral

Rotte

2383 mg/kg

Merknader: Sanseorganer og spesielle sanser (lukt, syn, hørsel og smak): Øye: Chromodacryorrhea. Mage-tarm: Hyperbevegelighet, diaré. Ernærings- og brutto metabolisme: Vekttap eller redusert vektøkning.

LC50

Innånding.

Rotte

20.411 mg/m³

LD50

Intraperitoneal

Rotte

3882 MG/KG

LD50

Oral

Mus

2700 mg/kg

Merknader: Atferd: Muskelsammentrekning eller spasmer. Atferd:

Søvnhighet (generelt nedsatt aktivitet).

LC50

Innånding.

Mus

21.000 mg/m³

2H

Merknader: Atferd: Søvnighet (generelt nedsatt aktivitet).

Atferd: Muskelsammentrekning eller spasmer.

LD50

Intraperitoneal

Mus

817 MG/KG

LD50

Subkutan

Mus

2 GM/KG

Merknader: Perifere nerver og følelse: Slapp lammelse uten

nestesi (vanligvis nevromuskulær blokkering). Lunger.

brystkasse eller åndedrett: Stimulering av åndedrett. Lunger.

brystkasse eller åndedrett: Andre forandringer.

LD50

Oral
Kanin
3300 mg/kg

LD50

Oral
Marsvin
1700 mg/kg

LD50

Oral
Pattedyr
2700 mg/kg

LC50

Innånding.
Pattedyr
14.400 mg/m³

SYMPTOMER PÅ EKSPONERING

Etter vår beste kjennskap er ikke de kjemiske, fysiske og toksikologiske egenskapene fullstendig undersøkt.

OPPTAKSVEI

Hudkontakt: Irriterer huden.

Hudabsorpsjon: Kan være farlig ved hudkontakt.

Øyekontakt: Kan irritere øynene.

Innånding: Kan irritere slimhinner og øvre luftveier. Kan være farlig ved innånding.

Svelging: Kan være farlig ved svelging.

MÅLORGAN

Nyrer. Lever.

KRONISK EKSPONERING - ARVESTOFFSKADELIG STOFF

Mus
125 MG/KG
Intraperitoneal
24H
Mikronukleustest

Hamster
500 MG/L
Celletype: eggstokk
Søsterkromatidutbytting.

12 - Opplysninger om miljøfare

BIOAKKUMULASJONSPOTENSIAL: Ingen indikasjon på bioakkumulasjon.

ØKOTOKSIKOLOGISKE EFFEKTER

Testtype: LC50 Fisk
Art: Pimephales promelas
Tid: 96 h
Verdi: 35.7 mg/l

13 - Fjerning av kjemikalieavfall

AVFALLSHÅNTERING

Kontakt en godkjent behandlings- eller mottaksstasjon for farlig avfall for destruksjon av dette materialet. Dette brennbare materialet kan brennes i en kjemisk forbrenningsovn utstyrt med etterbrenningskammer og skrubber. Overhold alle statlige, kommunale og lokale miljøbestemmelser.

14 - Opplysninger om transport

RID/ADR

UN nr.: 2514
Klasse: 3
PG: III
Proper Shipping Name (int. nasj.): Bromobenzene

IMDG

UN nr.: 2514
Klasse: 3
PG: III
Proper Shipping Name (int. nasj.): Bromobenzene
Forurenses akvatisk miljø: Ja
Forurenses sterkt akvatisk miljø: Nei

IATA

UN nr.: 2514
Klasse: 3
PG: III
Proper Shipping Name (int. nasj.): Bromobenzene
Innånding forpakningsgruppe I: Nei

15 - Opplysninger om lover og forskrifter

KLASSIFISERING OG MERKING I HENHOLD TIL EU-DIREKTIVER

ANNEX I INDEKSNR.: 602-060-00-9

FAREMOMENTER: Xi-N

Irriterende Miljøskadelig

RISIKOSETNINGER: 10-38-51/53

Brannfarlig. Irriterer huden. Giftig for vannlevende

organismer. kan forårsake uønskede langtidsvirkninger i vannmiljøet.

SIKKERHETSSETNINGER: 61

Unngå utslipp til miljøet. Se produkt datablad for ytterligere informasjon.

SPESIFIKK INFORMASJON FOR ET LAND

Tyskland

WGK: 2

Selvklassifisering

16 - Andre opplysninger av betydning for helse, miljø og sikkerhet

GARANTI

Informasjonen over antas å være korrekt, men inkluderer ikke

nødvendigvis all informasjon om stoffet og skal derfor bare brukes som veiledning. Sigma-Aldrich Inc. skal ikke bli holdt ansvarlig for noen som helst skade som følge av håndtering eller kontakt med produktet over. Se baksiden på fakturaen eller pakkseddelen for ytterligere betingelser for salg. Copyright 2008 Sigma-Aldrich Co. Det er kun tillatt å lage ubegrenset papirkopier til internt bruk.

ANVENDELSE/REFERANSER

Kun til forskning og analyse. Ikke til medisinsk bruk, husholdning eller annet bruk. Forskrift om klassifisering, merking m.v. av farlige kjemikalier. Statens forurensningstilsyn. Direktoratet for arbeidstilsynet. Direktoratet for brann og eksplosjonsvern.

Oljedirektoratet. Produktregisteret.

A.4 Palladium på aktivkullpulver

A.4.1 Produktspesifikasjon til Pd/C

degussa.

Product Information

Palladium-Catalyst

10-20% Pd on activated carbon,
waterwet

E 101 NE/W 20% Pd

Spec.-No.: 4379/1
Material-No./Bulk: 48.2951.4030.01
valid for all types of packaging

E 101 NE/W 20%

EC-KA-FA
Dr. Steffen Seebald
Tel. 06181/59 3854
Fax 06181/59 4691

Page 1 of 1
Printed on: 18.04.2006
Version of: 25.03.2004

Product Specification

Properties and Test Methods	Units	Specified Values
694/0100 Activity	ml/min·g	> = 1160
694/A101 Cinnamic acid hydrogenation		
694/1630 Loss on drying	%(wt)	45,0 - 57,0
694/P001 IR dryer / convection oven		

Physico Chemical Characteristics

Properties and Test Methods	Units	Typical Values
694/0002 Pd content	%(wt)	20,0 (+)
694/B004 Calculated to dry basis		
694/0406 Particle size fraction < 8 µm	%	14 (+)
694/JP01 Laser diffraction (CILAS)		
694/0409 Particle size fraction < 16 µm	%	29 (+)
694/JP01 Laser diffraction (CILAS)		
694/0413 Particle size fraction < 32 µm	%	55 (+)
694/JP01 Laser diffraction (CILAS)		
694/0420 Particle size fraction < 64 µm	%	84 (+)
694/JP01 Laser diffraction (CILAS)		
694/0426 Particle size fraction < 128 µm	%	99 (+)
694/JP01 Laser diffraction (CILAS)		
694/0434 Particle size d50	µm	28 (+)
694/JP01 Laser diffraction (CILAS)		

(+) Typical values, not specified

All warranty claims in respect of the conformance of our product are subject to our terms of contract and General terms and Conditions of Sale and Delivery. The data listed above reflects the criteria for our internal quality tests. We do not hereby make any express or implied warranty, whether for specific properties or for fitness for any particular application or purpose. All values are valid for the product when despatched from the plants.

ZKK_SPEZ/DEG/18.04.2006/14:52/dss0402p/001

degussa.

Degussa AG
 FI-EC-KA-RD
 Dr. Steffen Seebald
 Tel. +49(6181)59/3854
 Fax +49(6181)59-4691

Certificate of Analysis

according to EN 10204 3.1

Product: Palladium-Catalyst
 5-10% Pd on activated
 carbon, waterwet
 E 101 NE/W 10%

Material-No.: 48.1811.4020.00

Ship Date: 26.04.2006

Sample-No.: 2006-5006

Customer: Forsvarets forskningsinstitutt

Ship Amount: 1000 g

attn.: Gunnar Nevstad

Adress: Instituttveien 20
 2007 KJELLER
 Norway

Order No.: 31258503/2006

Order Date: 19.04.2006

Your Order-No.: 61600093/2006

Properties and Test Methods	Units	Test Values
A101 Hydrogenation activity Hydrogen Consumption for Cinnamic Acid Hydrogenation	ml/min·g	1678
P001 Loss on Drying IR drying	%	53

The data listed above constitute only a technical description of our products. We hereby do not assume any liability beyond the individual contract. All values refer to the material when leaving the plant. For manufacturing our precious metal catalysts, we use precious metals with a purity of at least 99.95 %.

Signed: Quality Assurance Business Line Catalysts
 This certificate was created automatically and is valid without signature.

degussa.**Certificate of Analysis**

acc. to EN 10204-3.1

Catalyst E 101 NE/W,
approx. 10% palladium
on activated carbon, waterwet

Forsvarets forskningsinstitutt
(Norwegian Defence Research
Establishment)
PO Box 25

2027 KJELLER
NORWEGEN

Specification no.: 4326/1
Material no: 48.2110.3000.00
Batch: 20076377
Customer order no: 61700163
Order no / pos.: 31511969 / 000010
Shipment / pos.: 41744206 / 000010
Ship quantity: 1,000 kg
Ship date EXW: 30.07.2007

Page 1 of 1
Printed on: 27.07.2007

Batch: 20076377/ batch size: 1,000 kg

Product Specification

Properties and Test Methods	Units	Specified Values	Results
694/0100 Activity	ml/min·g	> = 880	1434
694/A101 Cinnamic acid hydrogenation			
694/1630 Loss on drying	%(wt)	50,0 - 60,0	51,6
694/B004 Calculated to dry basis			

The data listed above constitute only a technical description of our products. We hereby do not assume any liability beyond the individual contract. All values refer to the material when leaving the plant. For manufacturing our precious metal catalysts, we use precious metals with a purity of at least 99,95 %.

Signed: Quality Assurance Business Line Catalysts
This certificate was created automatically and is valid without signature.

degussa.

Degussa AG
TS-EC-KA-RT
Dr. Konrad Möbus
Tel. +49(6181)59-3159
Fax +49(6181)59-4691

Certificate of Analysis

according to EN 10204 3.1

Product: Palladium-Catalyst
5-10% Pd on activated
carbon, waterwet
E 101 NE/W 10%

Material-No.: 48.1811.4020.00

Ship Date: 19.03.2008

Sample-No.: 2007-6546

Customer: Forsvarets forskningsinstitutt
attn.: Gunnar O Nevstad

Ship Amount: 1000 g

Address: Instituttveien 20
2007 KJELLER
Norway

Order No.: 31635680/2008

Order Date: 13.03.2008

Your Order-No.: 61800084

Properties and Test Methods	Units	Test Values
A101 Hydrogenation activity Hydrogen Consumption for Cinnamic Acid Hydrogenation	ml/min·g	1409
P001 Loss on Drying IR drying	%	53,1

The data listed above constitute only a technical description of our products. We hereby do not assume any liability beyond the individual contract. All values refer to the material when leaving the plant. For manufacturing our precious metal catalysts, we use precious metals with a purity of at least 99.95 %.

Signed: Quality Assurance Business Line Catalysts

This certificate was created automatically and is valid without signature.

A.4.5 HMS datablad for Pd /C

HMS-DATABLAD (91/155/EWG)			degussa.
Palladium-Katalysator 5-10% Pd på aktivkullpulver, vannvåt			
Material nr.	481811402000	Utgave	2.3 / NO
Spesifikasjon	134262	Frigivelsesdato	02.03.2006
VA-Nr	01512512	Trykkingsdato	26.04.2006
		Side	1 / 8

1. IDENTIFIKASJON AV KJEMIKALIET OG ANSVARLIG FIRMA

Produktinformasjon

Varemerke	:	Palladium-Katalysator 5-10% Pd på aktivkullpulver, vannvåt
Selskap	:	Degussa AG, EC-KA Exclusive Synthesis & Catalysts Produksisicherheit AS-FA-PS Postfach 1345 D-63403 Hanau
Telefon	:	+49 (0)6181 59-4787
Telefaks	:	+49 (0)6181 59-4205
Nødtelefon	:	+49 (0)89 455 60-273
Bruk av stoffet / preparatet	:	katalysator Til industriell bruk

2. STOFFBLANDINGERS SAMMENSETNING OG STOFFENES KLASSIFISERING

Kjemiske beskaffenhet

palladium - katalysator på aktivkull, vannvåt

Opplysninger om komponente / Farlige komponenter

• Karbon		>= 20%	
CAS-Nr.	7440-44-0	EF-Nr.	231-153-3
• Palladium		<= 6%	
CAS-Nr.	7440-05-3	EF-Nr.	231-115-6
• Palladiummonoksid		<= 7%	
CAS-Nr.	1314-08-5	EF-Nr.	215-218-3
• Vann		40% - 60%	
CAS-Nr.	7732-18-5	EF-Nr.	231-791-2

R-setningenes tekster, se kapittel 16

3. VIKTIGSTE FAREMOMENTER

På grunnlag av de data som foreligger hos oss er produktet ikke et farlig stoff etter kjemikalieleven eller farestofforordningen i dennes nåværende, gjeldende form.

HMS-DATABLAD (91/155/EWG)**Palladium-Katalysator 5-10% Pd på aktivkullpulver, vannvått****degussa.**

Material nr.	481811402000	Utgave	2.3 / NO
Spesifikasjon	134262	Frigivelsesdato	02.03.2006
VA-Nr	01512512	Trykkingsdato	26.04.2006
		Side	2 / 8

4. FØRSTEHJELPSTILTAK**Generelt råd**

Tilgriste eller fuktige klær skal tas av.

Innåndning

Hvis det frisettes produktstøv:
Mulige besvær: hoste, nysing
Berørte personer må bringes ut i frisk luft.

Hudkontakt

Vask med såpe og mye vann.

Øyenkontakt

Mulige besvær er forårsaket av fremmedlegemeeffekten.
Spyl grundig med mye vann med åpen øyelokkspalte.
Ved vedvarende besvær
Vises til øyenlegen.

Svelging

Skyll munnen.
Etter opptak av større mengder av substansen:
Konsulter lege

Kommentar til lege

Etter opptak av større mengder av substansen:
Akselerasjon av mage-tarm-passasjen

5. TILTAK VED BRANNSLUKKING**Passende brannslukningsmiddel**

vann, vanntåke, brannslukkingspulver, skum

Brannslukningsmiddel som av sikkerhetsmessige grunner ikke må benyttes

karbondioksyd (CO₂)

Spesielle farer ved brannslukking

I branntilfeller kan det frisettes: kullmonoksid, kulldioksid.

Spesielt beskyttelsesutstyr for brannmenn

I tilfelle av brann: bruk trykkluftmaske.
Bruk det verneutstyr som er vanlig ved brann.

6. TILTAK VED UTILSIKTET UTSLIPP**Sikkerhetstiltak for å beskytte personer**

Bær personlig beskyttelsesutstyr.

Sikkerhetstiltak for å beskytte ytre miljø

La ikke produktet komme ut i spillvann, grunnvann eller kanalisasjon.

Metoder til opprydding og rengjøring

Fukt materialet med følgende substans: vann. Samle det deretter opp mekanisk og ha det i egnede beholdere.

HMS-DATABLAD (91/155/EWG)**Palladium-Katalysator 5-10% Pd på aktivkullpulver, vannvått****degussa.**

Material nr.	481811402000	Utgave	2.3 / NO
Spesifikasjon	134262	Frigivelsesdato	02.03.2006
VA-Nr	01512512	Trykkingsdato	26.04.2006
		Side	3 / 8

Ytterligere råd

Katalysatoren skal alltid holdes fuktig.

7. HÅNTERING OG OPPBEVARING**Håndtering****Sikkert håndteringsråd**

Unngå støvutvikling.
Eventuelt: Objektavsugning.
Katalysatoren skal alltid holdes fuktig.

Forholdsregler for beskyttelse mot brann og eksplosjon

Selvantennelse ved oppvarming og tørking.
Oppbevares adskilt fra varme.
Unngå kontakt med brennbare gasser og lett antenkelige stoffer. Holdes på avstand fra antennelseskilder. Røyking forbudt.
Hvis det må utføres reparasjoner på produksjonsanlegget, hvis det f.eks. skulle bli påkrevd med sveising, må det området der reparasjonen finner sted være absolutt fritt for produktet.
Brannslukningsvann må ikke renne ut i kanalisasjon, jordsmonn eller vassdrag.
Brannrester og kontaminert brannslukningsvann må fjernes i overensstemmelse med de lokale myndigheters forskrifter.
Oppdemming av slukkevann i Tyskland: se direktiv for oppdemming av slukkevann "LÖRÜRL".

Oppbevaring**Krav til lagerrom og containere**

Lagre beholderen på et tørt og kjølig sted.
Hold beholderen tett lukket.

Samlagingsanvisninger

Lagres ikke sammen med: organiske løsningsmidler.

8. EKSPONERINGSKONTROLL OG PERSONLIG VERNEUTSTYR**Bestanddelene med arbeidsplassrelaterte, for overvåking****• Karbon**

CAS-Nr.	7440-44-0	EF-Nr.	231-153-3
kontrollparametere	2 mg/m ³		Terskelgrenseverdi:(ELV (NO))
Eksposisjonstype	innpustbart støv		
kontrollparametere	4 mg/m ³		Terskelgrenseverdi:(ELV (NO))
Eksposisjonstype	innpustbart støv		
kontrollparametere	5 mg/m ³		Terskelgrenseverdi:(ELV (NO))
Eksposisjonstype	Totalt støv.		
kontrollparametere	10 mg/m ³		Terskelgrenseverdi:(ELV (NO))
Eksposisjonstype	Totalt støv.		
kontrollparametere	5 mg/m ³		Terskelgrenseverdi:(ELV (NO))
Eksposisjonstype	innpustbart støv		
kontrollparametere	10 mg/m ³		Terskelgrenseverdi:(ELV (NO))
Eksposisjonstype	Totalt støv.		

Maskintekniske mål

Sørg for egnet avsugning/avlufing på arbeidsplassen eller ved arbeidsmaskinene.
se også avsnittet 7.

SDB(P04/001) / 02.03.2006 01:10

HMS-DATABLAD (91/155/EWG)**Palladium-Katalysator 5-10% Pd på aktivkullpuiver, vannvått****degussa.**

Material nr.	481811402000	Utgave	2.3 / NO
Spesifikasjon	134262	Frigivelsesdato	02.03.2006
VA-Nr	01512512	Trykkingsdato	26.04.2006
		Side	4 / 8

Personlig beskyttelse**Åndedrettsvern**

Pustevern med partikkelfilter P2

Håndvern

Bruk vernehansker av de følgende materialer.:

Hanskemateriale	nitrilgummi
Materialtykkelse	0,35 mm
Gjennombruddstid	> 480 min
Hanskemateriale	Naturlatøks (NR)
Materialtykkelse	0,5 mm
Gjennombruddstid	> 480 min
Hanskemateriale	PVC
Materialtykkelse	0,5 mm
Gjennombruddstid	> 480 min

Opplysningene om materialtykkelse og gjennombrytningstid kan ikke anvendes på ikke oppløste faste stoffer / støv.

Opplysningene er basert på egne kontroller, opplysninger i litteratur og informasjon fra hanskeprodusenter, eller de er avledet ved analoge konklusjoner fra liknende stoffer. Det bør avklares med vernehanskeprodusenten om hanskene er egnet for den spesielle arbeidsplassen.

Øyevern

beskyttelsesbriller

Hud og kroppsbeskyttelse

Intet spesielt beskyttende utstyr er nødvendig.

Ved forekomst av støv: engangs-vernedress støvtett beskyttelsesdrakt

Kontaminerte klær skal straks tas av. Katalysatoren må med vann spyles fullstendig av fra klærne og ned i en beholder.

Hygieniske forhåndsregler

De vanlige forsiktighetsregler for håndtering av kjemikalier skal følges. Ikke spis, drikk, røyk, ta snus under arbeidet. Vask hendene og / eller ansiktet før pauser og arbeidsslutt.

Det anbefales å bruke preventiv hudbeskyttelse.

Forholdsregler for beskyttelse

Anvendt personlig verneutstyr skal svare til kravene i direktiv 89/686/EØS og gjeldende endringer (CE-kjennemerking).

De skal fastsettes i forhold til den respektive arbeidsplass i rammen av en risikoanalyse i samsvar med direktiv 89/686/EØS og gjeldende endringer.

Hvis de arbeidsplassrelaterte grenseverdier overskrides og/eller større mengder settes fri (lökkasje, spill, støv), skal angitt pustevern benyttes.

Unngå kontakt med hud, øyne og klær.

Hvis det består mulighet for en kontakt med hud/øyne, skal angitt håndvern / øyevern / kroppsvern benyttes.

9. FYSISKE OG KJEMISKE EGENSKAPER**Utseende**

Form	pulver
Farge	svart
Lukt	uten lukt

SDB(P04/001) / 02.03.2006 01:10

HMS-DATABLAD (91/155/EWG)**Palladium-Katalysator 5-10% Pd på aktivkullpulver, vannvått****degussa.**

Material nr.	481811402000	Utgave	2.3 / NO
Spesifikasjon	134262	Frigivelsesdato	02.03.2006
VA-Nr	01512512	Trykkingsdato	26.04.2006
		Side	5 / 8

Sikkerhetsdata

pH	5 - 10 (12 g / l) (20 °C) suspensjon
Smeltepunkt/smeltepunktintervall	ikke anvendbar
Kokepunkt/kokepunktintervall	ikke anvendbar
Flammepunkt	ikke anvendbar
Antennelighet	ikke bestemt
Antennelsestemperatur	ikke bestemt
Automatisk antennelighet	> 180 °C Relativ selvantennelsestemperatur i Grewer-ovn
Nedre eksplosjonsgrense	ikke bestemt
Øvre eksplosjonsgrense	ikke bestemt
Damptrykk	ca. 23,5 hPa(20 °C) vann
Tetthet	ikke bestemt
Volumtetthet	200 - 800 kg/m ³
Vannopløselighet	uopløselig
Fordelingskoeffisient (n-oktanol/vann)	ikke anvendbar
Viskositet, dynamisk	ikke anvendbar

10. STABILITET OG REAKTIVITET

Materialer som skal unngås	Unngå kontakt med organiske løsningsmidler og løsningsmiddeldamper.
Farlige nedbrytningsprodukter	Karbonmonoksid, karbondioksyd (CO ₂)
Termisk nedbrytning	> 180 °C (Relativ selvantennelsestemperatur i Grewer-ovn)
Andre opplysninger	Ved kontakt med brennbare løsemidler eller løsemiddeldamp hhv. brennbar gass kan det i sammenheng med luft (surstoff) komme til antennelse.

11. OPPLYSNINGER OM HELSEFARE

Det foreligger ingen undersøkelser med denne tilberedningen på basis av forsøk med dyr.

Andre opplysninger Ved forskriftsmessig bruk:

Det er hittil ikke blitt kjent skadelige virkninger av omgang med dette

SDB(P04/001) / 02.03.2006 01 10

HMS-DATABLAD (91/155/EWG)		degussa.	
Palladium-Katalysator 5-10% Pd på aktivkullpulver, vannvått			
Material nr.	481811402000	Utgave	2.3 / NO
Spesifikasjon	134262	Frigivelsesdato	02.03.2006
VA-Nr	01512512	Trykkingsdato	26.04.2006
		Side	6 / 8

produktet.

12. MILJØOPPLYSNINGER

Opplysninger om eliminering (persistanse og nedbrytbarhet)

Forhold i miljøavdelinger

Økotoksikologiske effekter

Det foreligger ingen økotoksikologiske undersøkelser med denne tilberedningen.

Videre informasjon om økologi

Andre opplysningerr

Forhindre at produktet trenger inn i jordsmonn, vassdrag og kanalisasjon.

13. FJERNING AV KJEMIKALIEAVFALL

Produkt

Brukte katalysatorer kan ha andre farlige egenskaper enn de opprinnelige produktene. Derfor skal dette arket med sikkerhetsdatabladet ikke anvendes for bruke katalysatorer eller for katalysatorer som fortsatt er i bruk.

Kan bli brukt etter rekondisjonering.

I anledning recycling/avfallshåndtering konsulter produsenten.

Andre land: Overhold de nasjonale bestemmelser.

Ikke rengjort emballasje

Ikke forskriftsmessig kasting eller gjenbruk av denne beholderen er illegalt og kan være farlig.

Avfallsnøkkel nummer

For dette produktet kan det ikke fastsettes noe avfallskodenummer i samsvar med det europeiske avfallsregisteret, ettersom først forbrukerens bruksformål gir anledning til en tilordning. Avfallskoden skal fastsettes i samsvar med det europeiske avfallsregisteret (EU-vedtak over avfallsregister 2000/532/EC) i samråd med renovasjonsselskapet / produsenten / myndighetene.

14. OPPLYSNINGER OM TRANSPORT

Transport/andre opplysninger

Ikke kvalifisert som farlig gods i h.t. transportforskriftene.

15. OPPLYSNINGER OM LOVER OG FORSKRIFTER

Merking i henhold til EF direktiver

Andre opplysninger

På grunnlag av de data som foreligger hos oss er produktet ikke et farlig stoff etter kjemikalieloven eller farestofforordningen i dennes nåværende, gjeldende form.

Nasjonale forskrifter

Andre forskrifter

Overhold de nasjonale bestemmelser.

HMS-DATABLAD (91/155/EWG)**Palladium-Katalysator 5-10% Pd på aktivkullpulver, vannvått****degussa.**

Material nr.	481811402000	Utgave	2.3 / NO
Spesifikasjon	134262	Frigivelsesdato	02.03.2006
VA-Nr	01512512	Trykkingsdato	26.04.2006
		Side	8 / 8

=

SDB(P04/001) / 02.03.2006 01:10

Referanser

- 1) Arnold T. Nielsen. Caged Polynitramine Compound; US-A-5 693 794. patent granted Dec. 2. 1997. Filed Sep. 30. 1988.
- 2) Arnold T. Nielsen, Robin A. Nissan and David J. Vanderah, Clifford L. Coon, Richard D. Gilardi, Clifford F. George and Judith Flippen-Anderson (1990): Polyazapolycyclics by Condensation of Aldehydes with Amines. 2. Formation of 2,4,6,10,12-Hexabenzyl-2,4,6,8,10,12-hexaazatetracyclo[5.5.0.0⁵⁹.0^{3.11}]dodecanes from Glyoxal and Benzylamines. *J. Org. Chem.* **55**. 1459-1466.
- 3) Gunnar Ove Nevstad: Syntese av HBIW – 2,4,6,8,10,12-heksabenzyl-2,4,6,8,10,12-heksaazaisowurtzitane. FFI-rapport 2008/02303.
- 4) Synthesis of Nitrocompounds for Use in Energetic Materials, EUCLID- CEPA 14-RTP14.10, DDP/FFI-WPR-04-01, 28 February 2004.
- 5) Synthesis of Nitrocompounds for Use in Energetic Materials. EUCLID- CEPA 14-RTP14.10. DDP/FFI-AR-04-01. 4 August 2004.
- 6) Synthesis of Nitrocompounds for Use in Energetic Materials. EUCLID- CEPA 14-RTP14.10. DDP/FFI-IR-05-01. 28 February 2005.
- 7) Synthesis of Nitrocompounds for Use in Energetic Materials. EUCLID- CEPA 14-RTP14.10. DDP/FFI-AR-05-01. 8 September 2005.
- 8) Synthesis of Nitrocompounds for Use in Energetic Materials. EUCLID- CEPA 14-RTP14.10. UEE-IR-05-01, 28 February 2005
- 9) Synthesis of Nitrocompounds for Use in Energetic Materials. EUCLID- CEPA 14-RTP14.10. DDP/FFI-WPR-06-02. 1 March 2006.
- 10) Synthesis of Nitrocompounds for Use in Energetic Materials. EUCLID- CEPA 14-RTP14.10. DDP/FFI-WPR-06-03. 28 August 2006.
- 11) Synthesis of Nitrocompounds for Use in Energetic Materials. EUCLID- CEPA 14-RTP14.10. DDP/FFI-IR-07-02. 18 February 2007.
- 12) Synthesis of Nitrocompounds for Use in Energetic Materials. EUCLID- CEPA 14-RTP14.10. CN/FFI-AR-07-04. 3 September 2007.
- 13) Synthesis of Nitrocompounds for Use in Energetic Materials. EUCLID- CEPA 14-RTP14.10. CN/FFI-WPR-08-04. 12 March 2008.
- 14) Synthesis of Nitrocompounds for Use in Energetic Materials, EUCLID- CEPA 14-RTP14.10, CN/FFI-WPFR-08-05, 30 May 2008.