



УКРАЇНА

(19) UA (11) 12373 (13) U

(51) МПК (2006)

C06B 47/00

C01B 21/16 (2006.01)

C01B 21/20 (2006.01)

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС

ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ УТИЛІЗАЦІЇ АЗОТНОКИСЛОТНИХ ОКИСЛЮВАЧІВ РІДИННОГО РАКЕТНОГО ПАЛИВА З ОТРИМАННЯМ ДЕЯКИХ АРОМАТИЧНИХ ПОЛІНІТРОПОХІДНИХ ТА ДЕЯКИХ СОЛЕЙ НА ОСНОВІ НІТРОВАНИХ ВУГЛЕВОДНЕВИХ МАТЕРІАЛІВ

1

2

(21) u200504415

(22) 11.05.2005

(24) 15.02.2006

(46) 15.02.2006, Бюл. № 2, 2006 р.

(72) Шестозуб Анатолій Борисович, Панасюк Олександр Григорович, Волошин Микола Дмитрович

(73) Дніпродзержинський державний технічний університет

(57) 1. Спосіб утилізації азотнокислотних окислювачів рідинного ракетного палива з отриманням деяких ароматичних полінітропохідних та деяких солей на основі нітрованих вуглеводневих матеріалів, який включає ректифікацію окислювачів (без видалення або з попереднім видаленням з них H_3PO_4 та HF) з отриманням водного розчину азотної кислоти з домішками ортофосфорної кислоти та дистилату - нітроолеуму або 90-95% HNO_3 , який **відрізняється** тим, що переробці підлягають також йодовмісні меланжі, отриманий нітроолеум розділяють повторною ректифікацією на зріджені оксиди азоту (IV) та 95-99,5% HNO_3 , яку використовують для нітрації деяких ароматичних сполук з отриманням полінітропохідних та нітрації олив і мастил з наступним отриманням на їх основі поліфункціональних присадних матеріалів до мастил та олив, причому отримання полінітропохідних ароматичних сполук проводять в одну або кілька стадій при $t=20-130^\circ C$ протягом 30-400 хв. при масовому співвідношенні

$\frac{m(HNO_3)}{m(субстрат_1)} = 0,2 - 10$, де

субстрат₁ - вихідна речовина при нітрації, або дією нітруючої суміші (НС) при $t=20-130^\circ C$ протягом 30-400хв. з фактором нітруючої активності (ФНА) НС, який дорівнює 60-98, при коефіцієнті надлишку HNO_3 відносно теоретично необхідного, який дорівнює 1,5-2,0, а нітрацію мастил та/або олив проводять в одну або кілька стадій при $t=10-80^\circ C$ протягом 0,2-7,0год. при масовому співвідношенні

$\frac{m(HNO_3)}{m(субстрат_2)} = 0,1 - 0,7$, або дією нітруючої суміші

при $t=0-80^\circ C$ протягом 0,2-6,0год. з ФНА НС, який дорівнює 50-95 при масовому співвідношенні

$\frac{m(НС)}{m(субстрат_2)} = 0,1 - 1,0$ або дією суміші H_2SO_4 та

MNO_3 за тих же умов, або дією суміші HNO_3 з октотим ангідридом чи з октотювою кислотою при $t=20-100^\circ C$ протягом 0,5-10,0год. при

$\frac{m(HNO_3)}{m(субстрат_2)} = 0,1 - 1,0$, (де субстрат₂ - олива чи

мастило, що підлягає нітрації), продукти нітрації після промивання водою нейтралізують органічними основами та аміаком, відпрацьовану кислоту після кожної стадії нітрації використовують на наступних стадіях нітрації, а також нейтралізують органічними основами та аміаком за наступними схемами:

$R^1R^2R^3N + HNO_3 \rightarrow R^1R^2R^3N \cdot HNO_3$
 $R^1R^2N(CH_2)_mR^4 + nHNO_3 \rightarrow R^1R^2N(CH_2)_mR^4 \cdot nHNO_3$
 $(CH_2)_6N_4 + nHNO_3 \rightarrow (CH_2)_6N_4 \cdot nHNO_3$
 $NN(CH_2CH_2)_2NH + nHNO_3 \rightarrow NN(CH_2CH_2)_2NH \cdot nHNO_3$,
 де $n=1-3$; $m=2,8-12$; $R^1=H, CH_3$; $R^2=H, CH_3, C_2H_5$,
 Alk; $R^3=H, CH_3, C_2H_5$; Alk= $C_3H_7 - C_{19}H_{39}$; $R^4=N^1R^2$,
 $NHCH_2CH_2NR^1R^2$, яку проводять при $t=-10-120^\circ C$
 протягом 5-500хв. у водному, спиртовому - водному
 або спиртовому середовищах, а отримані солі або
 їх суміші використовують у вигляді концентрованих
 розчинів та/або у твердому стані після упарювання.

2. Спосіб за п.1, який **відрізняється** тим, що оксиди азоту, які отримані при ректифікації нітроолеуму, та/або аміл, використовують для отримання 80-85% HNO_3 методом "прямого синтезу", яку, за необхідності, ректифікують з отриманням 90-99% HNO_3 та 68-72% HNO_3 та використовують для отримання полінітропохідних ароматичних сполук та/або нітрації мастил та олив, або поєднують, за необхідності, з відпрацьованою HNO_3 .

3. Спосіб за п.1, який **відрізняється** тим, що кубовий залишок після ректифікації меланжів нейтралізують органічними основами чи аміаком або поєднують з відпрацьованою HNO_3 .

4. Спосіб за пп.1, 3, який **відрізняється** тим, що відпрацьовану HNO_3 та/або нітросуміш після останньої стадії нітрації ароматичних сполук, за

(19) UA (11) 12373 (13) U

необхідності, використовують для нітрації олив та мастил.

5. Спосіб за пп.1, 2, який **відрізняється** тим, що полінітропохідні ароматичних сполук відносяться до ряду: 1,3-динітробензол, 2,4-динітротолуол, 2,6-динітро-м-ксилол, 2,6-динітротолуол, 2,4,6-тринітротолуол, 2,4,6-тринітро-м-ксилол, 1,5-динітронафталін, 1,8-динітронафталін, 1,3,8-тринітронафталін, 1,5,8-тринітронафталін, 2,4,2',4'-тетранітродифеніламін, 2,4,6,2',4',6'-

гексанітродифеніламін, 2,4,6-тринітроанілін, N,2,4,6-тетранітроанілін.

6. Спосіб за пп.1, 2, 5, який **відрізняється** тим, що воду, яку відганяють при випарюванні розчинів солей складу $R^1R^2R^3N \cdot HNO_3$, $R^1R^2N(CH_2)_mR^4 \cdot nHNO_3$, $(CH_2)_6N_4 \cdot nHNO_3$, $NN(CH_2CH_2)_2NH \cdot nHNO_3$, використовують для промивання осаду полінітропохідних деяких ароматичних сполук та/або нітрованих олив чи мастил, та/або розведення реакційної маси після проведення нітрації.

Корисна модель відноситься до галузі хімічних технологій та являє собою спосіб утилізації некондиційних азотнокислотних окислювачів рідинного ракетного палива (РРП) з одночасним отриманням деяких полінітропохідних ароматичної будови та нітруванням вуглеводневих матеріалів. Винахід може бути задіяний для знешкодження токсичних речовин з використанням отриманих хімічних продуктів у виробництві промислових вибухових речовин (ВР), у тому числі водовмісних, а також поліфункціональних присадних матеріалів до олив, палив тощо (зокрема, як інгібіторів корозії, а також протизносних та антифрикційних присадок).

Відомий спосіб отримання 2,3,4,6-тетранітро-N-нітро-N-метиланіліну (м-нітротетрилу) у дві стадії, причому на першій стадії 1 ваг.ч. N,N-диметиланіліну розчиняють у 37 ваг.ч. H_2SO_4 з подальшим нітруванням нітросумішшю з 1,2 ваг.ч. 89,6% HNO_3 та 6 ваг.ч. H_2SO_4 при $-2^\circ C$, на другій стадії отриманий інтермедіат донітровують дією 22,5 ваг.ч. 89,6% HNO_3 на протязі 7 діб. м-нітротетрил, який утворюється, випадає з розчину, а утворений одночасно тетрил залишається в розчиненому стані у відпрацьованій нітросуміші. [P. Romburgh / Recueil. Trav. Chim. - 1889. - N8, 215. - P.274].

Відомий спосіб нітрування мінеральних олив, причому в якості нітруючого агента використовують азотну кислоту різних концентрацій [Шехтер Ю.Н., Калашников В.П., Горячева В.И. Нитрование минеральных масел. / Химия и технология топлив и масел. - 1962. - №11. - С.40-45], також нітруючи суміші на основі H_2SO_4 та HNO_3 [А.Л. Дольберг. Определение азота в нитрованных нефтепродуктах. / Химия и технология топлив и масел. - 1966. - №7. - С.47-50] або аналогічні суміші - H_2SO_4 та $NaNO_3$ або навіть суміші H_2SO_4 та $NaNO_2$, сумішами HNO_3 та оцтового ангідриду або HNO_3 та оцтової кислоти. [Бурмистров В.И. / Нефтепереработка и нефтехимия. - 1963. - №2. - С.44; 1964. - №9. - С.38].

Отримані так звані "нітровані оливи" в якості діючої основи містять суміш нітровуглеводнів (нітроаренів та нітронафтенів), а також вищі жирні кислоти різної будови (продукти окислення вуглеводнів HNO_3). Обидва класи цих сполук є ПАР і надають вуглеводневим системам властивості інгібіторів корозії чорних та деяких кольорових металів у різних середовищах.

Недоліками вищевказаної групи способів є значні витрати HNO_3 на одиницю маси отриманої "нірованої оливи" (помітна кількість HNO_3 не витрачається на нітрування, а залишається у нижньому, водному, шарі після розділення емульсійної реакційної суміші), або отриманого полінітропродукту.

Відомий також факт, що при сполученні амінів з нітрованими оливами та деякими солями Zn отримують присадки до олив та палив, які захищають не тільки чорні метали, але й мідь, свинець та деякі сплави від електрохімічної корозії. [Шехтер Ю.Н. и др. / Химия и технология топлив и масел. - 1964. - №12. - С.47; Шехтер Ю.Н., Евстратова Н.И., Чуршуков В.С., Крейн С.Э. и др. / Нефтепереработка и нефтехимия. - 1969. - №4. - С.24].

Відомий спосіб утилізації азотнокислотних окислювачів РРП, який включає виділення сполук фтору, фосфору, йоду та використання очищеного розчину оксидів азоту в азотній кислоті для виробництва концентрованої азотної кислоти [Казаков В.В., Созонтов В.И., Бондарев В.Н. Переработка фторсодержащих меланжей на основе азотной кислоты в полезные продукты / Мат. Всеукраїн. науково-методичної конф. "Екологія та інженерія. Стан, наслідки, шляхи утворення екологічно чистих технологій". - Дніпродзержинськ. - 1996. - С.63-64]. Недоліком вказаного способу є те, що розчини, отримані в результаті утилізації, мають обмежене застосування та невелику цінність.

Найближчим за технічною суттю та результатом, що досягається, до корисної моделі, що заявляється, є спосіб переробки некондиційних розчинів азотної кислоти та оксидів азоту, які містять фтороводень та ортофосфорну кислоту, й який полягає в їх регенерації методом ректифікації (без видалення або з попереднім видаленням H_3PO_4 та HF) з отриманням водного розчину азотної кислоти з домішками ортофосфорної та кондиційного нітроолеуму або ж 90-95% HNO_3 з подальшим використанням одержаних продуктів в виробництвах мінеральних добрив та концентрованої азотної кислоти (найближчий аналог) [Созонтов В.Г. Технологічні схеми переробки некондиційних розчинів азотної кислоти та оксидів азоту, які містять фтороводень та ортофосфорну кислоту. - Хімічна промисловість України. - 1999. - №3. - С.10-13].

Недоліком способу є те, що отримані в процесі ректифікації нітроолеум або 90-95% HNO_3 використовують для одержання малоцінних продуктів -

мінеральних добрив, а також значна тривалість (до 8 годин) процесу видалення H_3PO_4 та HF через гетерогенність взаємодії меланжів з твердими $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ або $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$.

Задача корисної моделі - утилізація азотнокислотних окислювачів РРП ("меланжів" та "амілу") шляхом використання утилізуємих окислювачів для багатостадійного нітрування ароматичних речовин та олів з нейтралізацією відпрацьованих нітруючих сумішей, що дозволить отримати корисні хімічні продукти з мінімальними кількостями токсичних відходів.

Поставлена задача вирішується тим, що в відомому способі переробки некондиційних меланжів - окислювачів РРП, який включає ректифікацію окислювачів (без видалення або з попереднім видаленням з них H_3PO_4 та HF) з отриманням водного розчину азотної кислоти з домішками ортофосфорної кислоти та дистильату - "нітроолеуму" або 90-95% HNO_3 , відповідно корисної моделі, переробці підлягають також йодовмісні меланжі, отриманий нітроолеум розділяють повторною ректифікацією на зріджені оксиди азоту (IV) та 95-99,5% HNO_3 , яку використовують для нітрації деяких ароматичних сполук з отриманням полінітропохідних та нітрації вуглеводневих олів та мастил з подальшим отриманням на їх основі поліфункціональних присадних матеріалів до мастил та олів, причому отримання полінітропохідних ароматичних сполук ведуть в одну або кілька стадій при $t=20-130^\circ\text{C}$ протягом 30-400 хвилин при масовому

співвідношенні $\frac{m(\text{HNO}_3)}{m(\text{субстрат}_1)} = 0,2-10$, де суб-

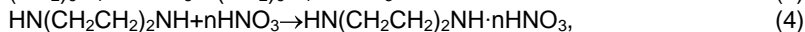
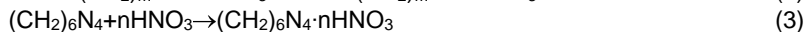
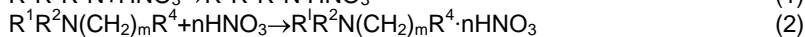
страт₁ - вихідна речовина при нітрації, або дією нітруючої суміші (НС) при $t=20-130^\circ\text{C}$ протягом 30-400хв з фактором нітруючої активності (ФНА) НС, рівним 60-98, при коефіцієнті надлишку HNO_3 відносно теоретично необхідного, рівному 1,5-2,0, а нітрацію вуглеводневих мастил та/або олів проводять в одну або кілька стадій при $t=10-80^\circ\text{C}$ протягом 0,2-7,0год при масовому співвідношенні $\frac{m(\text{HNO}_3)}{m(\text{субстрат}_2)} = 0,1-0,7$, або дією НС при $t=0-80^\circ\text{C}$

протягом 0,2-6,0год з ФНА НС, який дорівнює 50-95, при масовому співвідношенні $\frac{m(\text{HNO}_3)}{m(\text{субстрат}_2)} = 0,1-1,0$, або дією суміші H_2SO_4 та

MNO_3 при тих же умовах, або дією суміші HNO_3 з оцтовим ангідридом чи з оцтовою кислотою при $t=20-100^\circ\text{C}$ протягом 0,5-10,0год при

$\frac{m(\text{HNO}_3)}{m(\text{субстрат}_2)} = 0,1-1,0$ (де субстрат₂ - олива чи

мастило, що підлягає нітрації), продукти нітрації після промивання водою нейтралізують органічними основами та аміаком, відпрацьовану кислоту після кожної стадії нітрації використовують на наступних стадіях нітрації, а також нейтралізують органічними основами та аміаком за схемами (1-4):



де $n=1-3$; $m=2,8-12$; $\text{R}^1=\text{H}$, CH_3 ; $\text{R}^2=\text{H}$, CH_3 , C_2H_5 , Alk ; $\text{R}^3=\text{H}$, CH_3 , C_2H_5 ; $\text{Alk}=\text{C}_3\text{H}_7-\text{C}_{19}\text{H}_{39}$; $\text{R}^4=\text{N}^1\text{R}^2$, $\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NR}^1\text{R}^2$, яку проводять при $t=-10-120^\circ\text{C}$ протягом 5-500хв. у водному, спиртово-водному або спиртовому середовищах, а отримані солі або їх суміші використовуються у вигляді концентрованих розчинів та/або у твердому стані після упарювання.

Оксиди азоту, які отримані при ректифікації нітроолеуму та/або "амілу", використовують для отримання 80-85% HNO_3 методом "прямого синтезу", яку, за необхідності, ректифікують з отриманням 90-99% HNO_3 та 68-72% HNO_3 та використовують для отримання полінітропохідних ароматичних сполук та/або нітрації мастил та олів, або об'єднують, за необхідності, з відпрацьованою HNO_3 .

А кубовий залишок після ректифікації меланжів нейтралізують органічними основами чи аміаком або об'єднують з відпрацьованою HNO_3 .

До того ж відпрацьовану HNO_3 та/або нітросуміш після останньої стадії нітрації ароматичних сполук за необхідністю використовують для нітрації олів та мастил.

Полінітропохідні ароматичних сполук відносяться до ряду: 1,3-динітробензол, 2,4-динітротолуол, 2,6-динітро-м-ксилол, 2,6-динітротолуол, 2,4,6-тринітротолуол, 2,4,6-тринітро-м-ксилол, 1,5-динітронафталін, 1,8-

динітронафталін, 1,3,8-тринітронафталін, 1,5,8-тринітронафталін, 2,4,2',4'-тетранітродифеніламін, 2,4,6,2',4',6'-гексанітродифеніламін, 2,4,6-тринітроанілін, N,2,4,6-тетранітроанілін.

Воду, яку відганяють при випарюванні розчинів солей складу $\text{R}^1\text{R}^2\text{R}^3\text{N} \cdot \text{HNO}_3$, $\text{R}^1\text{R}^2\text{N}(\text{CH}_2)_m\text{HNO}_3$, $(\text{CH}_2)_6\text{N}_4 \cdot n\text{HNO}_3$, $\text{HN}(\text{CH}_2\text{CH}_2)_2\text{NH} \cdot n\text{HNO}_3$, використовують для промивання осаду полінітропохідних деяких ароматичних сполук, та/або "нітрованих олів чи мастил", та/або розведення реакційної маси після проведення нітрації.

Суттєвими відмінностями корисної моделі, що заявляється, у порівнянні з найближчим аналогом є:

можливість використання якості окислювачів, що утилізуються, - високої концентрації діючої речовини (HNO_3) - для отримання полінітроаренів - енергоємних речовин;

можливість використання відпрацьованої HNO_3 після отримання полінітропродуктів (першої стадії) для проведення нітрування олів (другої стадії), що зменшує питомі витрати HNO_3 , що утилізується, на одиницю маси отриманих речовин;

можливість утилізації, окрім "фторвмісних" та "фосфорвмісних" меланжів, також "йодовмісних" меланжів.

Приклади виконання корисної моделі.

Приклад 1

Утилізація некондиційного меланжу з отриманням 2,4,6,2',4',6'-гексанітродифеніламіну ("гексилу"), нейтралізованої нітрованої оливи ДС-11 та азотнокислого метил амонію.

Утилізації підлягає 196,9г некондиційного меланжу наступного складу, мас. %: HNO_3 - 70; N_2O_4 - 25,6; H_3PO_4 - 0,7; HF - 0,5; вода - решта. Ректифікацією цього меланжу отримують дистиллят (176,4г), який містить (мас. %) 69,4 HNO_3 , 28,6 N_2O_4 , 1,4 води та ~0,6 HF , та кубовий залишок (~20,5г), який складається із 74,7% HNO_3 , 6,7% H_3PO_4 , та 18,6% води. Повторна ректифікація дистилляту дає змогу відділити N_2O_4 та HF , в кубі отримують 82,8мл 98% HNO_3 .

Отриману 98% HNO_3 заливають у реактор, устаткований термометром та механічною мішалкою, який розташований у бані з теплоносієм. Потім її нагрівають до 40-45°C та протягом ~40хв. при перемішуванні додають 23,3г технічного 2,4,2',4'-тетранітродифеніламіну так, щоб температура у реакційній масі наприкінці процесу дорівнювала ~85-90°C
$$\frac{m(\text{HNO}_3)}{m([\text{(O}_2\text{N)}_2\text{C}_6\text{H}_3\text{]}_2\text{NH})} = 5,26$$
.

Потім реакційну масу витримують при цій температурі ще 20-15хв, охолоджують до кімнатної температури, витримують ~20хв. Осад гексилу, що утворився, відфільтровують, віджимають, відпрацьовану кислоту відділяють. Потім осад гексилу промивають водою, висушують на повітрі. Вихід 25,4г (87%).

Дією води та повітря на попередньо виділений N_2O_4 під тиском 8,0атм отримують 85% кислоту, яку об'єднують із відпрацьованою HNO_3 . Отриманий розчин кислоти заливають у краплинну лійку, 600г оливи ДС-11 заливають в реактор. При перемішуванні та охолодженні водою додають із краплинної лійки HNO_3 , потім витримують при $t=40-50^\circ\text{C}$ протягом 2,5год. Реакційну масу відстоюють ~1год. Верхній шар - 650г "нітрованої оливи" - відділяють, багаторазово промивають водою, визначають його кислотне число та нейтралізують 48,0г дициклогексиламіну, отримуючи оливу, що містить розчинені поліфункціональні присадки, в тому числі солі відповідних кислот з дициклогексиламіном.

Нижній шар містить 68мл 60% HNO_3 , яку об'єднують із кубовим залишком ректифікації меланжу. Отриманий розчин HNO_3 нейтралізують при перемішуванні та охолодженні додаванням краплями розчину 123,6г 28% метиламіну ($t<40^\circ\text{C}$). утворений розчин упарюють, отримуючи 108г 97%-азотнокислого метиламонію.

Приклад 2

Утилізація "амілу" з отриманням технічного "ксилілу", технічного динітроксилолу, нейтралізованої нітрованої оливи та суміші сульфату та нітрату амонію.

Утилізації підлягає 330,0г "амілу". Дією мл води та повітря під тиском Па отримують 513г 88% HNO_3 , яку розділяють на чотири порції - 394г 88% HNO_3 , 54,5г, 13,6г та 50,5г. 54,5г 88% HNO_3 заливають у реактор, який устаткований механічною мішалкою, термометром, краплинною лійкою, розташований у бані з теплоносієм, потім додають при перемішуванні 161г 18%-ного олеуму та 70мл 98% H_2SO_4 (ФНА суміші) та послідовно додають

евтектичну суміш 92,4г технічних динітроксилолів протягом 1,8год так, щоб температура коливалась в інтервалі від 65°C до 95° наприкінці. Потім реакційну суміш нагрівають до 100-105°C та витримують ще 1год, після чого охолоджують. Осад технічного тринітроксилолу ("ксилілу") відфільтровують, віджимають, відпрацьовану нітруючу суміш (НС) відокремлюють. Потім "ксиліл" ретельно промивають водою, висушують на повітрі. Вихід 112г (96,8%).

Відпрацьовану НС заливають в реактор (див. вище), додають 13,6г 88% HNO_3 . До утвореної НС (ФНА=93) при перемішуванні додають з краплинної лійки при охолодженні 24,0мл м-ксилолу протягом 2,5год таким чином, щоб температура наприкінці процесу не перевищувала ~70°C. Потім охолоджують НС, відділяють верхній шар суміші технічних динітроксилолів, промивають водою, висушують. Вихід 35г (96%).

Відпрацьовану нітросуміш об'єднують із 50,5г 88% HNO_3 , отримують НС з ФНА ~87,0, яку заливають у краплинну лійку, а у реактор завантажують 150г оливи АС-9,5. При перемішуванні та кімнатній температурі додають НС, потім витримують при 35-40°C 4год при перемішуванні, охолоджують, відстоюють, віддаляють верхній шар - 158г "нітрованої" оливи АС-9,5, визначають її кислотне число та нейтралізують 18,2г 78%-розчину алкіламінів (фракція $\text{C}_{16}\text{H}_{33}\text{NH}_2\text{-C}_{18}\text{H}_{37}\text{NH}_2$) в метанолі. Отримують оливу, модифіковану присадками, в тому числі відповідними солями деяких алкіламінів.

Відпрацьовану НС розводять водою та нейтралізують 428мл 25%-аміачної води, упарюють розчин, отримуючи суміш 15,0г аміачної селітри та 363,7г сірчанокислого амонію.

Приклад 3

Утилізація неконденційного "меланжу" з отриманням технічного тринітро-м-ксилолу, нейтралізованої нітрованої оливи АС-9,5 та суміші нітрату та сульфату октадециламонію

Утилізації підлягає 100г некондиційного меланжу наступного складу, мас. %: HNO_3 71; N_2O_4 24,5; H_3PO_4 1,0; HF - 0,5; H_2O 3,0. Ректифікацією цього меланжу отримують 73,5г дистилляту (65,3% HNO_3 ; 33,3% N_2O_4 ; 0,7% HF ; 0,7% H_2O) та кубовий залишок 26,5г (86,8% HNO_3 , 3,8% H_3PO_4 , 9,4% H_2O). Повторною ректифікацією дистилляту видаляють HF , N_2O_4 та в кубі - 31,7мл 99% HNO_3 .

Отриману 99% HNO_3 заливають у реактор, який устаткований механічною мішалкою, термометром, краплинною лійкою, розташований у бані з теплоносієм, потім додають при перемішуванні 16,4мл 98% H_2SO_4 та послідовно доливають евтектичну суміш технічних динітроксилолів (92,4г) протягом 2 годин так, щоб температура спочатку дорівнювала 70°C, а наприкінці - 90°C. Потім реакційну масу нагрівають до 100-110°C та витримують ще 1год, потім охолоджують до кімнатної температури. Осад технічного ксилолу відфільтровують, віджимають. Відпрацьовану нітросуміш відділяють. Потім нітропродукт ретельно промивають водою, висушують на повітрі. Вихід неочищеного ксилілу 111г (96%). При необхідності його очищають відомими способами.

Дією води та повітря на попередньо виділений N_2O_4 під тиском 7,5атм отримують 40г 84% HNO_3 .

Відпрацьовану нітросуміш заливають у реактор (див. вище), потім додають 14,3г 84% HNO_3 . До утвореної суміші при перемішуванні додають з краплинної лійки при охолодженні м-ксилол 21,2г протягом 2,5 годин так, щоб температура наприкінці процесу не перевищувала $\sim 70-75^\circ C$. Потім охолоджують нітросуміш, відділяють верхній шар технічного динітроксилолу (суміш ізомерів), промивають водою. Вихід ≈ 35 г (96%).

Об'єднують 17,5мл 84% HNO_3 з кубовим залишком ректифікації меланжу та доливають при перемішуванні до відпрацьованої нітросуміші. Новоутворену нітросуміш (Ф.Н.А.=87,0) заливають у краплинну лійку, а у реактор завантажують 150г оливи АС-9,5. При перемішуванні та кімнатній температурі додають НС. Реакційну масу витримують при $35-50^\circ C$ протягом 3,5 годин (перемішування!). Отриману суміш відстоюють, віддаляють верхній шар - 158г "нітрованої" оливи АС-9,5, визначають її кислотне число, нейтралізують 18,3г 82%-розчину $C_{18}H_{37}NH_2$ в метанолі, отримуючи оливу, яка містить розчинені присадні матеріали,

втому числі солі деяких кислот з октадециламонієм.

Відпрацьовану НС розводять водою, нейтралізують 1864г 82%-розчину вищезазначеного аміну в метанолі. Реакційну масу упарюють, відганяючи розчинник (водний метанол). Залишок - напівтверда маса, яка містить $\sim 5\%$ води, її розчиняють в 726мл 99% CH_3OH , отримують ~ 2483 г розчину, який містить 70,4% $(C_{18}H_{37}NH_3)_2SO_4$, 2,54% $C_{18}NH_3NO_3$, $\sim 23,0\%$ метанолу, решта-вода та домішки.

Наведені вище приклади виконання винаходу свідчать про можливість утилізації азотнокислотних окислювачів РРП з одночасним отриманням полінітропохідних ароматичних сполук та нейтралізованих "нітрованих" олив та/або мастил. Полінітропохідні можуть бути використані як індивідуальні ВР, так і компоненти промислових ВР ("амоналів", "амонітів", водовмісних ВР тощо), а нітрати органічних амінів - як компоненти водовмісних та сумішевих ВР, деяких пропелантів та як поліфункціональні присадні матеріали для олив та/або мастил.