



УКРАЇНА

(19) UA (11) 15442 (13) U

(51) МПК

C01B 21/38 (2006.01)

C01B 21/16 (2006.01)

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ
НА КОРИСНУ МОДЕЛЬвидається під
відповідальність
власника
патенту(54) СПОСІБ СУМІСНОЇ УТИЛІЗАЦІЇ АЗОТНОКИСЛОТНИХ ОКИСЛЮВАЧІВ ТА ГІДРАЗИНОВІСНИХ РРП
З ОТРИМАННЯМ ДЕЯКИХ ПОЛІНІТРОСПОЛУК

1

2

(21) u200501620

(22) 30.12.2004

(24) 17.07.2006

(62) 2004010046, 08.01.2004

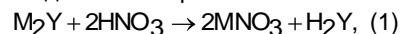
(46) 17.07.2006, Бюл. № 7, 2006 р.

(72) Панасюк Олександр Григорович, Шестозуб
Анатолій Борисович(73) Панасюк Олександр Григорович, Шестозуб
Анатолій Борисович

(57) 1. Спосіб сумісної утилізації азотнокислотних окислювачів та гідразиновісних компонентів рідинних ракетних палив (РРП) з отриманням деяких полінітросполук, 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 утилізують також йодовмісні меланжі та аміл, отриманий нітроолеум розділяють ректифікацією на зріджені оксиди азоту (IV) та 95-99,5 % HNO_3 , яку використовують для отримання полінітросполук класу А, отримання яких ведуть при $t = -5 \div 100^\circ\text{C}$ протягом 0,1-300 годин при масовому співвідношенні $\frac{m(\text{HNO}_3)}{m(\text{субстрат})} = 1,5 \div 10$, де "субстрат" - вихідна

речовина (субстрат) при нітруванні; та/або полінітросполук класу Б з відповідних вихідних реагентів, отримання яких ведуть при $t = -5 \div 100^\circ\text{C}$ протягом 0,1-5 годин при коефіцієнті надлишку HNO_3 відносно теоретично необхідної кількості речовини $k = 1,1 \div 7,0$;

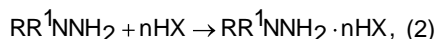
відпрацьовану HNO_3 обробляють оксидами, гідроксидами або карбонатами металів за схемою (1):



де:

$\text{M} = 1/2\text{Mg}^{++}, 1/2\text{Ca}^{++}, 1/2\text{Sr}^{++}, 1/2\text{Ba}^{++}, \text{Pb}^{++}, 1/2\text{Hg}^{++}, \text{Ag}^+, \text{Na}^+, \text{K}^+, \text{Li}^+, \text{NH}_4^+; \text{Y} = \text{O}^{--}, (\text{OH})_2^{--}, \text{CO}_3^{--};$

компоненти РРП обробляють кислотами HX в водному, спиртово-водному або спиртовому середовищі за схемою (2):

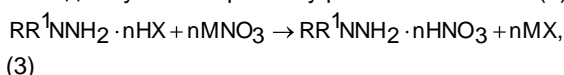


де:

$\text{HX} = \text{HF}, \text{HCl}, \text{HBr}, 1/3\text{H}_3\text{PO}_4, 1/2\text{H}_2(\text{HPO}_4), \text{H}(\text{H}_2\text{PO}_4), 1/2\text{H}_2\text{SO}_4, \text{H}(\text{HSO}_4), 1/2\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4, \text{H}(\text{HC}_2\text{O}_4); n = 1-2;$

з наступною обробкою розчинів солей

$\text{RR}^1\text{NNH}_2 \cdot n\text{HX}$ солями MNO_3 в водному, спиртово-водному або спиртовому розчині за схемою (3):



та виділення солей $\text{RR}^1\text{NNH}_2 \cdot n\text{HNO}_3$ в твердому стані та/або у вигляді концентрованих розчинів, а як компоненти РРП використовують гідразин (можливо суміш з гідразин-гідратом), монометилгідразин (ММГ), несиметричний диметилгідразин (НДМГ), аерозин-50.

2. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що оксиди азоту, які отримані при ректифікації меланжів, використовують для отримання 80-85 % HNO_3 методом прямого синтезу, яку, можливо, ректифікують з отриманням 90-99 % HNO_3 та 68-72 % HNO_3 та використовують для отримання полінітросполук класу А або Б та/або для отримання селітр складу MNO_3 .

3. Спосіб за пп. 1, 2, який **відрізняється** тим, що кубовий залишок після ректифікації меланжів використовують для отримання полінітросполук класу Б та/або для отримання селітр складу MNO_3 .

4. Спосіб за пп. 1, 2, 3, який **відрізняється** тим, що відпрацьовану HNO_3 після отримання полінітросполук класу А використовують при отриманні полінітросполук класу Б.

5. Спосіб за пп. 1, 2, 4, який **відрізняється** тим, що отримані полінітросполуки класу А відносяться до ряду: гексанітродифеніламін; N,2,4,6-тетранітро-N-метиланілін; N,2,4,6-тетранітро-N-етиланілін; N¹,N²-динітро-N¹,N²-етилеоксамід; N¹,N²-динітроетилеосечовина; N¹,N²-динітро-N¹,N²-біс(карбетоксі)-етилендіамін.

6. Спосіб за пп. 1-4, який **відрізняється** тим, що отримані полінітросполуки класу Б відносяться до

(13) U

(11) 15442

(19) UA

ряду: 2,4,2',4'-тетранітродифеніламін; 2,4,6-тринітромонометиланілін; 2,4,6-тринітромоноетиланілін; 2,4-динітро-N,N-диметиланілін; 2,4-динітро-N,N-діетиланілін; 2,4,6-тринітро-N,N-диметиланілін.

7. Спосіб за пп. 1-4, який **відрізняється** тим, що оксиди азоту, які виділяються при нітруванні, підлягають доокисленню та об'єднанню з оксидами азоту, що отримані при дистиляції меланжу.

8. Спосіб за пп. 1-4, який **відрізняється** тим, що воду, яку відганяють при випарюванні розчинів солей $R^1R^2NNH_2 \cdot nHNO_3$, використовують для промивання осаду полінітросполук та/або для розведення реакційної маси після нітрування для приготування розчинів солей складу MNO_3 та/або $R^1R^2NNH_2 \cdot nHX$.

Корисна модель відноситься до галузі хімічних технологій та являє собою спосіб комплексної утилізації некондиційних азотнокислотних окислювачів рідинного ракетного палива (РРП) та РРП на основі гідразину та його похідних з одночасним отриманням деяких полінітропохідних ариламінів, алкіламінів та алкіламідів й може бути задіяний для знешкодження некондиційних високотоксичних речовин з використанням отриманих продуктів у виробництві промислових вибухових речовин (ВР), у тому числі водовмісних (ВВР) та т. зв. вторинних засобів ініціювання.

Відомий спосіб отримання гексанітродифеніламіну ("гексилу") дією надлишку 98% HNO_3 на технічний 2,4,2',4'-тетранітродифеніламін (ТНДФА) при $t=40-90^\circ C$ [Орлова Е.Ю. Химия и технология бризантных взрывчатых веществ. М.: Оборонгиз. - 1960. - 396с.], а також самого ТНДФА дією надлишку 52% HNO_3 на 2,4-динітродифеніламін при $t=40-100^\circ C$ [Англ. пат. №694490 (1949); Датский патент №76326 (1953)]. Недоліками способу є великі питомі витрати HNO_3 на одиницю маси отриманих полінітропродуктів (~ 7 ваг.ч. HNO_3 на 1ваг.ч. гексилу та ~ 3,5ваг.ч. HNO_3 на 1ваг.ч. ТНДФА (у перерахунку на діючу речовину)), необхідність утилізації великої кількості відпрацьованої HNO_3 , що призводить до значного подорожчання цільового продукту - "гексилу", значна кількість відходів, що містять азотну кислоту та інші токсичні речовини.

Відомий спосіб отримання 2,4,6-тринітро-N-метиланіліну дією 50% HNO_3 на монометиланілін [Орлова Е.Ю. Химия и технология бризантных взрывчатых веществ. М.: Оборонгиз. - 1960. - 396с.]. Недоліками способу є також великі питомі витрати HNO_3 (10ваг.ч. 50% HNO_3 на 1ваг.ч. вихідного монометиланіліну) при отриманні енергоємного напівпродукту, відсутність використання азотнокислотних окислювачів РРП для нітрування.

Відомий спосіб утилізації гідразинвмісних компонентів РРП, зокрема, несиметричного диметилгідразину (НДМГ) взаємодією з галогенангідрідами карбонових кислот з утворенням відповідних гідразидів. [Chemical transformation and utilization of a rocket fuel (1,1-Dimethylhydrazine). STCU First Annual Report. 1996.- p.36]. Отримані гідразиди, а також їх комплекси з солями 3d-металів запропоновані як бактерицидні присадні матеріали до фарб, гербіциди.

Однак, цей спосіб передбачає "жорстку" хімічну взаємодію НДМГ з іншими реагентами, що вимагає створення спеціальних технологічних й сані-

тарно-гігієнічних умов для синтезу сполук та переробки відходів. Крім цього, запропоноване рішення передбачає утилізацію обмежених кількостей НДМГ.

Відомий спосіб утилізації азотнокислотних окислювачів РРП, який включає взаємодію окислювача з розчинами HNO_3 та видалення струмом повітря розчинених оксидів азоту при температурі $10-25^\circ C$ в апаратурі зі сталі класу 18-10 з отриманням 55-60% розчину HNO_3 [Патент України 28482А МКВ5 С06С47/04, 21/40 Спосіб утилізації азотнокислотних окислювачів ракетного палива / Барабаш І.І., Мороховский Б.К., Охрімець С.Д., Скворцов О.Б., Тур Ю.Ю., Хіжниченко Л.П., Шестозуб А.Б. Заявл. 19.04.1997, №97041884; опубл.16.10.2000, Бюл. №5-11]. Недоліком вказаного способу є те, що в результаті утилізації отримують малоцінну неконцентровану азотну кислоту, забруднену сполуками фтору, фосфору, йоду, що обмежує її використання.

Найближчим за технічною суттю та результатом, що досягається, до заявленої корисної моделі 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 (прототип) [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 $Ca(NO_3)_2$ або $Al(NO_3)_3$.

Завданням корисної моделі є сумісна утилізація азотнокислотних окислювачів та гідразинвмісних компонентів РРП таким чином, щоб уникнути багатостадійності та/або складності або жорсткості хімічної взаємодії та дати змогу зберегти хімічну енергію вихідних утилізуємих речовин, отримати при цьому енергоємні сполуки та мінімізувати кіль-

кість шкідливих відходів запропонованою технологією.

Поставлене завдання вирішується тим, що в відомому способі сумісної утилізації азотнокислотних окислювачів та гідразиновмісних компонентів РРП з отриманням деяких полінітросполук, 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 дистилляту - "нітроолеуму" або 90-95% HNO_3 , згідно корисної моделі відрізняється тим, що утилізують також йодвмісні "меланжі" та "аміл", отриманий нітроолеум розділяють ректифікацією на зріджені оксиди азоту (IV) та 95-99,5% HNO_3 , яку використовують для отримання полінітросполук класу А, отримання яких ведуть при $t = -5 \div 100^\circ C$ протягом 0,1-300 годин при масовому співвідношенні

$$\frac{m(HNO_3)}{m(\text{субстрат})} = 1,5 \div 10, \text{ де "субстрат" - вихідна}$$

речовина (субстрат) при нітруванні;

та/або полінітросполук класу Б з відповідних вихідних реагентів, отримання яких ведуть при $t = -5 \div 100^\circ C$ протягом 0,1-5 годин при коефіцієнті надлишку HNO_3 відносно теоретично необхідної кількості речовини $k = 1,1 \div 7,0$;

відпрацьовану HNO_3 обробляють оксидами, гідрооксидами або карбонатами металів за схемою (1):

де $M_2Y + 2HNO_3 \rightarrow 2MNO_3 + H_2Y$ (1)
де $M = 1/2Mg^{++}, 1/2Ca^{++}, 1/2Sr^{++}, 1/2Ba^{++}, 1/2Pb^{++}, 1/2Hg^{++}, Ag^+, Na^+, K^+, Li^+, NH_4^+, Y = O^{--}, (OH)_2^{--}, CO_3^{--}$;
компоненти РРП обробляють кислотами HX в водному, спиртово-водному або спиртовому середовищі за схемою (2):

$RR'NNH_2 + nHX \rightarrow RR'NNH_2 \cdot nHX$, (2);
де $HX = HF, HCl, HBr, 1/3 H_3PO_4, 1/2 H_2(HPO_4), H(H_2PO_4), 1/2 H_2SO_4, H(HSO_4), 1/2 H_2C_2O_4, H(HC_2O_4); n = 1-2$;

з наступною обробкою розчинів солей $RR'NNH_2 \cdot nHX$ солями MNO_3 в водному, спиртово-водному або спиртовому розчині за схемою (3):

$RR'NNH_2 \cdot nHX + nMNO_3 \rightarrow RR'NNH_2 \cdot nHNO_3$ (3)
+ nMX ,

та виділенням солей $RR'NNH_2 \cdot nHNO_3$ в твердому стані та/або в вигляді концентрованих розчинів, а в якості компонентів РРП використовують гідразин (можливо суміш з гідразин-гідратом), нометилгідразин (ММГ), несиметричний диметилгідразин (НДМГ), "аерозин - 50".

Оксиди азоту, отримані при ректифікації меланжів, використовують для отримання 80-85% HNO_3 методом "прямого синтезу", яку, можливо, ректифікують з отриманням 90-99% HNO_3 та 68-72% HNO_3 та використовують для отримання полінітросполук класу А або Б та/або для отримання селітр складу MNO_3 .

А кубовий залишок після ректифікації меланжів використовують для отримання полінітросполук класу Б та/або для отримання селітр складу MNO_3 .

Крім того, відпрацьовану HNO_3 після отримання полінітросполук класу А використовують при отриманні полінітросполук класу Б.

Отримані полінітросполуки класу А відносяться до ряду: "гексанітродифеніламін; N,2,4,6-тетранітро-N-метиланілін; N,2,4,6-тетранітро-N-етиланілін; N^1, N^2 -динітро- N^1, N^2 -етиленоксамід; N^1, N^2 -динітроетиленосечовина; N^1, N^2 -динітро- N^1, N^2 -біс(карбетокси)-етилендіамін", а отримані полінітросполуки класу Б відносяться до ряду: "2,4,2',4'-тетранітродифеніламін; 2,4,6-тринітромоноетиланілін; 2,4,6-тринітромоноетиланілін; 2,4-динітро-N,N-диметиланілін; 2,4-динітро-N,N-диетиланілін; 2,4,6-тринітро-N,N-диметиланілін".

Оксиди азоту, що виділяються при нітруванні, підлягають доокисленню та об'єднанню з оксидами азоту, які отримані при дистилляції меланжу.

Причому воду, яку відганяють при випарюванні розчинів солей $R^1R^2NNH_2 \cdot nHNO_3$, використовують для промивання осаду полінітросполук та/або для розведення реакційної маси після нітрування та/або для приготування розчинів солей складу MNO_3 та/або $R^1R^2NNH_2 \cdot nHX$.

Суттєвою відмінністю корисної моделі, що заявляється, у порівнянні з прототипом є:

- Сумісна утилізація високотоксичних компонентів РРП на основі гідразину і його похідних та азотнокислотних окислювачів;

- Отримання полінітросполук - похідних деяких амінів ароматичної, жирноароматичної та аліфатичної будови;

- Проведення процесу нітрування вихідних сполук в дві стадії, що дає змогу значно знизити питомі витрати азотної кислоти;

- Можливість використання відпрацьованих водних розчинів HNO_3 , які утворюються в результаті нітрування, для нейтралізації гідразиновмісних компонентів РРП шляхом проведення реакції йонного обміну;

- Можливість проведення сумісної утилізації з використанням меланжів, які містять HIO_3 , а також H_3PO_4 та HF одночасно.

Наводимо конкретні приклади виконання корисної моделі.

Приклад 1. Утилізація меланжу та "аерозину-50" з отриманням азотнокислого N,N-диметилгідразинію, азотнокислого гідразинію, тетрилу та 2,4,6-тринітро-N-метиланіліну.

Утилізації підлягає 196,9г меланжу, який містить 70% HNO_3 , 25,6% N_2O_4 , 1,0% H_3PO_4 , 0,5% HF та 2,9% води. Ректифікацією цього меланжу отримують 176,4г дистилляту, який складається із 69,4% HNO_3 , 28,6% N_2O_4 , 0,6% HF , решта - вода та кубовий залишок (20,5г), який містить 74,7% HNO_3 , 9,6% H_3PO_4 , вода - решта. Дистиллят підлягає повторній ректифікації, при цьому отримують, видаляючи HF , N_2O_4 та 82,5мл 98% HNO_3 .

У реактор, устаткований механічною мішалкою, термометром, який розташований у бані з теплоносієм, заливають отриману 98% HNO_3 , потім при перемішуванні протягом 100хв додають 13г N,N-диметиланіліну так, щоб температура протягом нітрування не перевищувала

$$30^\circ C \frac{m(HNO_3)}{m(C_6H_5NHCH_3)} = 9,39.$$

Після чого реакційну масу витримують ще 20хв., потім додають 45г суміші води та льоду, перемішують. Осад тетрилу, що утворився, відфільтровують, віджимають. Відпрацьовану кислоту відділяють. Потім тетрил ретельно промивають водою, висушують. Вихід складає 25,9г (84%).

Відпрацьовану кислоту - 97мл ~ 52% HNO_3 - заливають у реактор (див. вище), потім при перемішуванні протягом 60-70хв додають 12,5г N-метиланіліну при $t=10-20^\circ\text{C}$, $k=3$. Потім перемішують реакційну масу ще 30хв при $t=20-25^\circ\text{C}$, осад 2,4,6-тринітро-N-метиланіліну відфільтровують, віджимають. Відпрацьовану кислоту відділяють. Потім продукт висушують. Вихід - 20,9г (74%). Оксиди азоту, які утворилися при отриманні тетрилу, доокисляють та об'єднують з 50,4г N_2O_4 , які виділяються при ректифікації. Дією надлишку повітря та 32мл води отримують 78мл ~ 84% HNO_3 , яку піддають ректифікації. При цьому отримують дистилат - 37,7мл 98% HNO_3 та кубовий залишок - 70% HNO_3 . Дистилат заливають у реактор (див. вище), потім при перемішуванні при $t=45-55^\circ\text{C}$ протягом 30хв додають отриманий раніше 2,4,6-тринітро-N-метиланілін

$$\left(\frac{m(\text{HNO}_3)}{m((\text{O}_2\text{N})_3\text{C}_6\text{H}_2\text{CH}_3)} = 2,67 \right),$$

витримують ще 30-40хв, додають 50г суміші води та льоду. Осад тетрилу, що утворився, фільтрують, віджимають, відпрацьовану HNO_3 відокремлюють. Потім тетрил ретельно промивають водою, висушують. Вихід - 22,3г (90%).

Усю відпрацьовану HNO_3 об'єднують з кубовими залишками ректифікації меланжу та ректифікації 84% HNO_3 , при цьому отримують 212мл ~ 53% HNO_3 .

Цю кислоту знову використовують для нітрування N-метиланіліну, для чого кислоту заливають у реактор (див. вище), потім при перемішуванні протягом 60хв додають 21,4г $\text{CH}_3\text{NHC}_6\text{H}_5$ ($k=3,94$) при $t=10-20^\circ\text{C}$, потім реакційну масу витримують ще 20-30хв. Осад 2,4,6-тринітро-N-метиланіліну, що утворився, відфільтровують, промивають водою, висушують. Вихід - 22,2г (78%).

Відпрацьовану HNO_3 нейтралізують надлишком (~96г) технічного кальциту (~96% CaCO_3), перемішують до закінчення утворення CO_2 . Твердий залишок, який містить ~ 3,1г $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, відфільтровують, промивають водою. Фільтрат містить ~ 145,5г $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$.

Утилізації підлягає 74,5г аерозину наступного складу, мас. %: $(\text{CH}_3)_2\text{NNH}_2$ - 49,5; N_2H_4 - 49,0; $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ - 1,5. В реактор (див. вище) заливають 100мл води, потім при перемішуванні та зовнішньому охолодженні додають з краплинної лійки 50мл ~96% H_2SO_4 , після чого протягом 30хв при перемішуванні та охолодженні ($t \leq 30^\circ\text{C}$ у реакційній масі) доливають аерозин. Далі приливають отриманий розчин $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$, перемішують. Осад $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ відфільтровують, промивають водою (3х50мл). Об'єднані фільтрати випаровують під вакуумом при $t \leq 50^\circ\text{C}$ до маси кубового залишку ~220г, що являє собою розчин 45,2% $\text{N}_2\text{H}_5\text{NO}_3$ та 30,5% $(\text{CH}_3)_2\text{NNH}_2 \cdot \text{HNO}_3$, решта - вода.

Приклад 2. Утилізація "амілу" з отриманням N,N-диметилгідразину азотнокислого, 2,4,6-тетранітро-N-етиланіліну та 2,4,6-тринітро-N-етиланіліну.

Утилізації підлягає 179,5мл "амілу", який ділять на дві частини - 63,0мл та 116,5мл. Першу частину дією надлишку кисню та 20,6мл води під тиском переводять у 85,2мл 98% HNO_3 , другу частину дією 100мл води та повітря під тиском переводять у 300г 78% HNO_3 .

У реактор, устаткований механічною мішалкою, краплинною лійкою, зворотним холодильником, заливають 98,0% HNO_3 , охолоджують до $0 \pm 5^\circ\text{C}$ та при перемішуванні прикапують 100мл 96% H_2SO_4 , потім 14,9г N,N'-диетиланіліну з такою швидкістю, щоб температура в реакційній масі спочатку дорівнювала $40-45^\circ\text{C}$, а наприкінці не перевищувала $60-65^\circ\text{C}$. Після чого реакційну масу витримують при $t=60 \pm 5^\circ\text{C}$ ще 20хв, охолоджують до 5°C , додають 15мл льодяної води. Осад технічного "етилтетрилу" відфільтровують, віджимають, промивають 15мл льодяної води, фільтрати відділяють. Потім осад ретельно промивають водою, осад висушують. (За необхідності перекристалізують з ацетону). Вихід некристалізованого продукту 24,7г (82%).

Відпрацьовану нітруючу суміш заливають у реактор (див. вище), після чого прикапують 21,4мл N,N'-диетиланіліну з такою швидкістю, щоб температура наприкінці процесу не перевищувала 30°C , після чого витримують при $t=30 \pm 5^\circ\text{C}$ 20хв, охолоджують, додають 200мл льодяної води. Осад 2,4,6-тринітро-N-етиланіліну відфільтровують, промивають ретельно водою, висушують. Вихід 27,4г (80%).

Об'єднану відпрацьовану нітросуміш заливають у краплинну лійку.

Утилізації підлягає 286мл 97% $(\text{CH}_3)_2\text{NNH}_2$ - НДМГ, який при охолодженні розводять 150мл води, заливають у реактор (див. вище). При перемішуванні та охолодженні доливають розчин H_2SO_4 та HNO_3 з краплинної лійки так, щоб температура в розчині не перевищувала 10°C .

Другу частину - 208мл 78% HNO_3 розводять 200мл води, нейтралізують при перемішуванні 190г CaCO_3 , нерозчинний осад відфільтровують. Отриманий розчин $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ додають до розчину солей N,N'-диметилгідразонію (див. вище), витримують кілька годин, осад $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ фільтрують, промивають ретельно водою, об'єднані фільтрати впарюють під вакуумом при температурі не вище $35-40^\circ\text{C}$, отримують 556г 77% розчину азотнокислого N,N'-диметилгідразину умовної формули $(\text{CH}_3)_2\text{NNH}_2 \cdot 1,1\text{HNO}_3$ (вихід 89%).

Наведені приклади свідчать про можливість комплексної утилізації азотно-кислотних окислювачів та гідразиновмісних компонентів РПП з отриманням при цьому деяких полінітросполук та азотнокислих солей гідразину та його похідних. Полінітросполуки, які виготовляються у промислових об'ємах, можуть застосовуватися як бризантні ВР та компоненти вторинних ініціаторів, а вище-згадані азотнокислі солі - у складі водовмісних та емульсійних ВР.

