



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

253429
(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴
C 07 D 251/50

(22) Prihlášené 15 03 86

(21) [PV 1807-86.B]

(40) Zverejnené 12 03 87

(45) Vydané 15 10 88

(75)
Autor vynálezu

HAUSKRECHT PETER ing., VAVRINEC FERINAND dipl. tech.,
BRATISLAVA, MRAVEC JÁN, IVÁNKA pri Dunaji,
MARKÚSEK JÚLIUS dipl. tech., SVITEK IMRICH ing.,
POÓR RÓBERT ing. CSc., BRATISLAVA

(54) Spôsob výroby 2-izopropylamíno-4-etylamíno-6-chlór-s-triazínu

1

Rieši sa výroba 2-izopropylamíno-4-etyl-
amíno-6-chlór-s-triazínu kondenzáciou kya-
nurchloridu s etylamínom, izopropylamínom
a hydroxidom sodným.

Kondenzácia sa prevádza vo vodnom pro-
stredí s prídavkom chloridu alkalického ko-
vu, najčastejšie chloridu sodného. Po ukon-
čení reakcie sa triazín z reakčnej zmesi od-
filtruje a spracuje bežným spôsobom.

2-izopropylamíno-4-etylamíno-6-chlór-s-
triazín sa používa ako herbicíd v poľnohos-
podárstve.

2

Vynález rieši výrobu 2-izopropylamíno-4-etylamíno-6-chlór-s-triazínu reakciou kyanurchloridu s etylamínom, izopropylamínom a hydroxidom sodným vo vodnom prostredí s prídavkom chloridu alkalického kovu.

Medzi najznámejšie a najviac vyrábané s-triazínové herbicidy patrí 2-izopropylamíno-4-etylamíno-6-chlór-s-triazín (atrazín). Herbicídne účinky boli objavené v roku 1954 vo Švajčiarsku a sú popísané v švajčiarskom patente 229 227. Príprava atrazínu reakciou kyanurchloridu, etylamínu, izopropylamínu a hydroxidu sodného vo vodnochlórbenzénovom prostredí je popísaná v československom patente 110 352. Príprava atrazínu reakciou kyanurchloridu a etylamínu, izopropylamínu v prostredí bezvodého organického rozpúšťadla, pričom na viazanie vzniklého chlorovodíka sa použije bezvodého amoniaku popisuje švajčiarsky patent 508 640. Získaný produkt obsahuje 92 % atrazínu. Vplyv hodnoty pH na výťažok atrazínu popisujú patentové spisy NDR a NSR. Podľa NDR pat. 51 646 sa najlepší výťažok dosiahne vtedy, ak v prvom reakčnom stupni, t. j. po pridaní prvého amínu a hydroxidu alkalického kovu sa udržiava hodnota pH 6 až 8, v druhom reakčnom stupni, t. j. po pridaní druhého amínu a hydroxidu alkalického kovu sa udržiava hodnota pH na 8,5 — 9. Výťažok atrazínu je 96 %. V NSR patente číslo 2 032 861 sa udáva hodnota pH v prvom stupni 6,5 — 10. V USA pat. 3 328 399 a číslo 3 586 679 je popísaný spôsob prípravy atrazínu z kyanurchloridu, etylamínu, izopropylamínu v bezvodom prostredí pri teplote 120 — 170 °C za oddestilovania vzniknutého chlorovodíka. Výhoda spôsobu je, že odpadne problém odpadných vôd s obsahom minerálnych solí. V švajčiarskom patente č. 546 247 sa popisuje adiobotický spôsob výroby atrazínu vo vodonerozpustnom rozpúšťadle reakciou etylamínu, izopropylamínu, alkalického hydroxidu s kyanurchloridom. Vo francúzskom patente 2 296 628, rumunskom patente 68 016, japonskom patente č. 131 592 (1977) sa doporučuje pri dávkovaní amínov pri výrobe atrazínu dávkovať prvý izopropylamín. Banks C. a spol. J. Am. Chem. Soc. **66**, 1771 (1944) a Friedheim E., J. Am. Chem. Soc. **66** 1725 (1944) doporučujú pri prvom reakčnom stupni výroby atrazínu teplotu okolo 0 °C a druhý reakčný stupeň pri teplotách 30 až 50 °C. Pri prvom reakčnom stupni sa ako reakčné prostredie používa zmes vody a ľadu, prípadne voda, ľad a organické rozpúšťadlo.

Nevýhodou vyššie uvedených postupov je, že kondenzácia prebieha v prítomnosti organického rozpúšťadla, ktoré sa musí po ukončení kondenzácie od produktu oddeliť.

Vyššie uvedené nedostatky sú zmiernené spôsobom výroby 2-izopropylamíno-4-etylamíno-6-chlór-s-triazínu, podstata ktorého spočíva v tom, že zreaguje kyanurchlorid s vodnými roztokmi etylamínu, izopropylamínu a hydroxidu sodného. Reakcia prebieha

vo vodnom prostredí s prídavkom chloridu alkalického kovu, najčastejšie chloridu sodného.

Výhodou podľa vynálezu je, že ako reakčné prostredie sa použije voda s prídavkom alkalického chloridu. Po ukončení reakcie sa atrazín z reakčnej zmesi odfiltruje a chloridy alkalického kovu sa vymyjú s vodou. Postup je omnoho jednoduchší ako pri použití organického rozpúšťadla, ktoré je potrebné regenerovať, čo si vyžaduje veľa energie. Prídavkom chloridu alkalického kovu k vodnému prostrediu sa znižuje teplota tuhnutia vodných roztokov, čo je výhodné hlavne pri reakčných teplotách v okolí 0 °C, pričom pri chladení reakčnej zmesi so soľankou nevytvára sa na chladiacich plochách námraza, ktorá zhoršuje prestup tepla, a tým aj chladenie reakčnej zmesi. Prídavkom chloridu sodného k vodnému prostrediu sa znížia straty kyanurchloridu spôsobené hydrolýzou s vodou. Podľa postupu sa získa atrazín s vysokou čistotou, ktorá sa vyrovná produktu, získanému reakciou v prítomnosti organického rozpúšťadla. Bežne sa získa atrazín o obsahu 96 až 99 % hmot.

Príklad 1

Do reakčnej banky sa dalo 225 ml vody, v ktorej sa rozpustilo 23 g chloridu sodného. Potom sa k roztoku pridalo 30 g kyanurchloridu. Obsah banky sa ochladil na 10 °C. Do banky sa potom začal dávkovať 48 ml 21 % hmot. vodného roztoku izopropylamínu. Potom sa zmes nechala 30 minút doreagovať pri teplote 15 °C. K reakčnej zmesi sa následne pridalo 50 ml 10,6 % hmot. vodného roztoku hydroxidu sodného a zmes sa nechala reagovať 1 hodinu pri teplote 15 °C. Hodnota pH suspenzie po doreagovaní bola 7,4. Potom sa k reakčnej zmesi pridalo 21,4 mililitra 39 % hmot. etylamínu a reakčná zmes sa nechala miešať pri teplote 20 °C. Potom sa opätovne k nej pridalo 50 ml 10,6 % hmot. vodného roztoku hydroxidu sodného a zmes sa nechala doreagovať 1 hodinu pri teplote 20 °C. Zo suspenzie sa odfiltroval získaný atrazín, premyl vodou a vysušil. Získalo sa 31,6 g technického atrazínu s obsahom 97,6 % hmot. atrazínu, 1,6 % hmot. simazínu a 0,7 % hmot. propazínu.

Príklad 2

Postupovalo sa podľa príkladu 1 s tým rozdielom, že sa miesto chloridu sodného použilo 25 g chloridu draselného. Teplota v prvom reakčnom stupni miesto 15 °C bola iba 5 °C a v druhom reakčnom stupni miesto 20 °C bola iba 10 °C. Získalo sa 31,5 g technického atrazínu, ktorý obsahoval 97,4 % hmot. atrazínu, 0,9 % hmot. simazínu a 1,6 percenta hmot. propazínu.

Vynález je možno použiť pri výrobe technického atrazínu, ktorý sa používa ako herbicíd v poľnohospodárstve.

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob výroby 2-izopropylamíno-4-etylámíno-6-chlór-s-triazínu kondenzáciou kyanurchloridu s vodnými roztokmi etylamínu, izopropylamínu a hydroxidu sodného vo vod-

nom prostredí, vyznačujúci sa tým, že kondenzácia sa prevádza vo vodnom prostredí s prídavkom chloridu alkalického kovu.