

ČESKOSLOVENSKÁ  
SOCIALISTICKÁ  
REPUBLIKA  
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

**254686**

(11) (B1)

(51) Int. Cl.<sup>4</sup>  
C 07 D 251/50

(22) Prihlášené 15 03 86  
(21) (PV 1809-86.F)

(40) Zverejnené 14 05 87

(45) Vydané 15 11 88

[75]

Autor vynálezu

HAUSKRECHT PETER ing., VAVRINEC FERDINAND dipl. tech.,  
BRATISLAVA, MRAVEC JÁN, IVANKA pri Dunaji,  
MARKÚSEK JÚLIUS dipl. tech., SVITEK IMRICH ing.,  
POÖR RÓBERT ing. CSc., BRATISLAVA

**(54) Spôsob prípravy technického 2-izopropylamíno-4-etylamíno-6-chlór-s-triazínu**

**1**

**2**

Rieši sa príprava atrazínu reakciou kyanurchloridu s etylamínom, izopropylamínom a hydroxidom sodným. Reakcia prebieha vo vodnom prostredí alebo v prostredí vodného roztoku alkalického chloridu a v prítomnosti tenzidu. Po ukončení reakcie sa k reakčnej zmesi pridá odpeňovač a atrazín sa odfiltruje od roztoku solí.

Riešenie nájde uplatnenie pri výrobe atrazínu, ktorý sa používa ako herbicíd v poľnohospodárstve.

Vynález rieši spôsob prípravy technického 2-izopropylamíno-4-etylamíno-6-chlór-s-triazínu reakciou kyanurchloridu s vodnými roztokmi etylamínu, izopropylamínu, hydroxidu sodného vo vodnom prostredí v prítomnosti tenzidu a po ukončení reakcie s prídavkom odpeňovača.

Medzi najznámejšie a najviac vyrábané s-triazínové herbicídy patrí 2-izopropylamíno-4-etylamíno-6-chlór-s-triazín (atrazín). Herbicídne účinky boli objavené v roku 1954 vo Švajčiarsku a sú popísané vo švajčiarskom patente 229 227. Príprava atrazínu reakciou kyanurchloridu, etylamínu, izopropylamínu a hydroxidu sodného vo vodnochlórbenzénovom prostredí je popísaná v československom patente 110 352. Príprav atrazínu reakciou kyanurchloridu a etylamínu, izopropylamínu v prostredí bezvodého organického rozpúšťadla, pričom sa viazanie vzniknutého chlorovodíka sa použije bez vodného 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 — 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 3 586 679 je popísaný spôsob prípravy atrazínu z kyanurchloridu, etylamínu, izopropylamínu v bezvodnom prostredí pri teplote 120 až 170 stupňov Celzia za oddestilovania vzniknutého chlorovodíka. Výhoda spôsobu je, že odpadne problém odpadných vôd s obsahom minerálnych solí. V švajčiarskom patente číslo 546 247 sa popisuje adiabatický 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 — 50 °C. Pri prvom reakčnom stupni sa ako reakčné prostredie používa zmes vody a ľadu, prípadne voda, ľad a organické rozpúšťadla.

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

Na reakciu použitý kyanurchlorid ako i vzniknutý technický atrazín sú čiastočne

hydrofóbne, čo môže sťažovať reakciu kyanurchloridu s roztokmi amínov, ako i znižovať reakčnú rýchlosť samotnej reakcie. Pri použití tenzidov pri oddeľovaní technického atrazínu od vodného roztoku môže vzniknúť pena, ktorá robí problémy pri odstreďovaní.

Vyššie uvedené nedostatky sú zmiernené spôsobom prípravy technického 2-izopropylamíno-4-etylamíno-6-chlór-s-triazínu, podstatu ktorého spočíva v tom, že reaguje kyanurchlorid s vodnými roztokmi etylamínu, izopropylamínu a hydroxidu sodného vo vodnom prostredí alebo v prostredí vodného roztoku alkalického chloridu. Reakcia prebieha v prítomnosti tenzidu. Po ukončení reakcie sa k reakčnej zmesi pridá odpeňovač a technický atrazín sa oddelí od roztoku solí.

Postupom prípravy technického atrazínu podľa vynálezu sa dosiahne pri použití tenzínu lepšie zmáčanie kyanurchloridu a vzniknutého atrazínu, čím sa zlepšia reakčné podmienky pri výrobe atrazínu.

Pridaním odpeňovača k reakčnej zmesi po ukončení reakcie sa zlepši oddeľovanie atrazínu od roztoku solí a pri odstreďovaní sa zabráni tvorbe peny, ktorá spôsobuje ťažkosti pri doprave suspenzie atrazínu.

#### Príklad 1

Do reakčnej banky sa dalo 250 ml vody. Po ochladení na 5 °C sa k vode dalo 30 g kyanurchloridu. K zmesi sa pridalo 0,1 ml kopolyméru etylénoxidu a propylénoxidu známeho pod obchodným názvom Slovanik T 610. Potom sa postupne pridalo 50 ml 20,2 percent. hmot. vodného izopropylamínu a po 30 minútach 55 ml 10,0 % hmot. vodného roztoku hydroxidu sodného. Teplota sa udržiavala v rozmedzí 5 až 10 °C. Po 50 minútach sa k reakčnej zmesi pridalo 21,5 ml 39 % hmot. vodného roztoku etylamínu a po 40 minútach sa pridalo 50 ml 10,1 % hmot. vodného roztoku hydroxidu sodného. Zmes sa nechala 50 minút doreagovať. K reakčnej zmesi sa pridalo 0,03 g odpeňovača na báze polymetylsiloxanu (Lukosan S). Potom sa technický atrazín odfiltroval na Büchnerovom lieviku, premyl s 300 ml vody a vysušil pri 105 °C. Získalo sa 33,4 g technického atrazínu s obsahom 96,4 % hmot. atrazínu, 1,6 % hmot. 2,4-dietylami-6-chlór-s-triazínu (simazínu) a 0,8 % hmot. 2,4-diizopropylamíno-6-chlór-s-triazínu (propazínu).

#### Príklad 2

Postupovalo sa podľa príkladu 1 s tým rozdielom, že sa miesto vody pridalo do banky 250 ml 10 % hmot. roztoku chloridu sodného. Získalo sa 33,8 g technického atrazínu s obsahom 96,9 % hmot. atrazínu, 1,3 % hmot. simazínu a 1,1 % hmot. propazínu.

## Príklad 3

Postupovalo sa podľa príkladu 1 s tým rozdielom, že sa do banky miesto vody dalo 250 ml 5 % hmot. roztoku chloridu draselného a miesto Slovaniku T 610 sa pridalo 0,1 ml vodného roztoku sodnej soli dodecylbenzénsulfónovej kyseliny známej pod ob-

chodným názvom Abeson NAM. Získalo sa 34,3 g technického atrazínu s obsahom 96,4 percenta hmot. atrazínu, 1,3 % hmot. simazínu a 1,8 % hmot. propazínu.

Vynález nájde uplatnenie pri výrobe technického atrazínu, ktorý sa používa ako herbicíd v poľnohospodárstve.

## PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob prípravy technického 2-izopropylamíno-4-etylamíno-6-chlór-s-triazínu reakciou kyanurchloridu s vodnými roztokmi etylamínu, izopropylamínu a hydroxidu sodného vo vodnom prostredí alebo v prostre-

dí vodného roztoku alkalického chloridu a tenzidu, vyznačujúci sa tým, že po ukončení reakcie sa k reakčnej zmesi pridá odpeňovač a technický atrazín sa oddelí od roztoku solí filtráciou.