



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

**232643**  
(11) (B1)

(51) Int. Cl.<sup>5</sup>  
C 07 D 251/50

(22) Prihlášené 27 07 83  
(21) (PV 5624-83)

(40) Zverejnené 18 06 84

(45) Vydané 15 12 86

(75)  
Autor vynálezu

DEMOVIČ STANISLAV ing., PEZINOK, BABÍK VLADIMÍR, ŠENKVICE,  
HAUSKRECHT PETER ing., BRATISLAVA

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

1

2

Vynález rieši čistenie 2-izopropylamíno-4-etylamíno-6-chlór-s-triazínu znečisteného organickými a anorganickými látkami.

Znečistený 2-izopropylamíno-4-etylamíno-6-chlór-s-triazín sa rozpustí a/alebo rozťaví vo vodonerozpustnom organickom rozpúšťadle pri teplote varu zmesi, nerozpustné nečistoty sa oddelia a rozpúšťadlo sa oddestiluje od 2-izopropylamíno-4-etylamíno-6-chlór-s-triazínu s vodnou parou. Na oddelenie slúži filtrácia alebo sedimentácia. Hrdza sa výhodne oddelí magneticky.

Vynález možno použiť pri čistení 2-izopropylamíno-4-etylamíno-6-chlór-s-triazínu, ktorého znečistenie znižuje jeho kvalitu. 2-izopropylamíno-4-etylamíno-6-chlór-s-triazín sa používa ako herbicíd v poľnohospodárstve, najmä v kukuričných porastoch.

Vynález sa týka čistenia 2-izopropylamíno-4-etylami-6-chlór-s-triazínu znečisteného organickými a anorganickými látkami.

Medzi najznámejšie a najviac vyrábané s-triazínové herbicídy patrí 2-izopropylamíno-4-etylami-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 v vodnochlórbenzénovom prostredí je popísaná v čs. pat. 110 352. Príprava atrazínu reakciou kyanurchloridu s etylamínom, izopropylamínom 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 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 až 9. Výťažok atrazínu je 96 %. V NSR patente 2 032 861 sa udáva hodnota pH v prvom stupni 6,5 až 10. V USA pat. 3 328 399 a 3 586 679 je popísaný spôsob prípravy atrazínu z kyanurchloridu, etylamínu, izopropylamínu v bezvodovom prostredí pri teplote 120 až 170 °C za oddestilovania vzniklého chlorovodíka. Výhoda spôsobu je, že odpadne problém odpadných vôd s obsahom minerálnych solí. V švajčiarskom patente č. 546 247 sa popisuje adiabatický spôsob výroby atrazínu vo vodonerozpustnom rozpúšťadle reakciou etylamínu, izopropylamínu, alkalického hydroxidu s kyanurchloridom. Vo franc. pat. 2 296 628, rum. pat. 60 016, jap. pat. 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 rozpúšťadla.

V literárnych odkazoch sa nevenuje pozornosť čisteniu silne znečisteného odpadu a atrazínu vznikajúceho pri jeho výrobe.

Vyššie uvedené nedostatky sú odstránené spôsobom čistenia 2-izopropylamíno-4-etylami-6-chlór-s-triazínu, podstata ktorého spočíva v tom, že 2-izopropylamíno-4-etylami-6-chlór-s-triazín znečistený organickými alebo anorganickými látkami nerozpustnými v organických rozpúšťadlách, roz-

pustí a/alebo roztaví v organických vodone rozpustných rozpúšťadlách ako napr. alifatických, aromatických uhlovodíkov, alebo ich derivátov, výhodne pri teplote bodu varu rozpúšťadla, pričom sa nerozpustné nečistoty oddelia od roztoku a alebo emulzie 2-izopropylamíno-4-etylami-6-chlór-s-triazínu v organickom rozpúšťadle. Organické vodonerozpustné rozpúšťadla sa oddelia destiláciou. Výhodne sa môže použiť destilácia s vodnou parou. Nečistoty sa výhodne oddelia z roztoku alebo emulzie filtráciou, pričom sa dá použiť filtrácia cez jemné sito. Anorganické zlúčeniny sa môžu oddeliť sedimentáciou. Nečistoty, ktoré obsahujú železo, sa môžu oddeliť magneticky.

Čistenie 2-izopropylamíno-4-etylami-6-chlór-s-triazínu možno robiť z vodonerozpustným organickým rozpúšťadlom v prítomnosti vody.

Spôsobom podľa vynálezu sa dosiahne vyčistenie znečisteného 2-izopropylamíno-4-etylami-6-chlór-s-triazínu a zvýšenie jeho kvality. Znečistenie musí byť spôsobené v organických vodonerozpustných rozpúšťadlách nerozpustnými látkami. Rozpustnosť 2-izopropylamíno-4-etylami-6-chlór-s-triazínu je vo väčšine rozpúšťadiel silne závislá od teploty. Pri teplote varu rozpúšťadla sa časť 2-izopropylamíno-4-etylami-6-chlór-s-triazínu roztopí a spôsobuje nepriehľadnosť zmesi látok. Na oddelenie väčšiny nečistôt postačuje filtrácia cez jemné sito. Väčšie anorganické častice sa oddelia výhodne sedimentáciou, ktorá sa dá urobiť na jednoduchom zariadení. Jemné častice obsahujúce železo sa výhodne oddelia magnetom. Vzhľadom k tomu, že rozpustnosť 2-izopropylamíno-4-etylami-6-chlór-s-triazínu je vo vodonerozpustnom rozpúšťadle najväčšia pri bode varu zmesi, pri vyššej teplote vplyva na jemné častice význačne Brownov pohyb, čo im zabraňuje v sedimentácii. U feromagnetických častíc sa táto nevýhoda odstráni pomocou magnetu. Čistenie sa môže prevádzať v prítomnosti vody, pričom sa môže použiť na čistenie vlhký materiál, ktorý netreba pred čistením sušiť.

#### Príklad 1

Do banky sa dal 200 ml technického chlórbenzenu a 100 g znečisteného 2-izopropylamíno-4-etylami-6-chlór-s-triazínu, s obsahom 52,1 % hmot. technického 2-izopropylamíno-4-etylami-6-chlór-s-triazínu, 0,6 % hmot. polypropylenových vlákien z filtračnej plachty, 0,4 % hmot. hrdze vyjadrenej ako Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a 0,9 % piesku. Banka sa dala na elektromagnetické miešadlo a zahriala sa na teplotu varu a preliala cez sito 0,355 × 0,355 mm z nehrdzavujúcej ocele. Na site sa zachytili vlákna a väčšie anorganické

ké nečistoty. Chlórbenzén sa oddestiloval s vodnou parou. Získaný 2-izopropylamíno-4-etylami-6-chlór-s-triazín po vysušení obsahoval 0,13 % hmot. popola.

#### Príklad 2

Postupovalo sa podľa príkladu 1 s tým rozdielom, že ako rozpúšťadlo sa použil toluén. Množstvo 2-izopropylamíno-4-etylami-6-chlór-s-triazínu bolo 50 g. Po preliatí cez sito sa zvyšné feromagnetické látky odstránili pomocou magnetu. Získaný 2-izopropylamíno-4-etylami-6-chlór-s-triazín obsahoval 0,11 % hmot. popola.

#### Príklad 3

Postupovalo sa podľa príkladu 2 s tým rozdielom, že sa ako rozpúšťadlo použil technický benzín s frakciou uhľovodíkov s bodom varu 50 až 80 °C. Získaný 2-izopropylamíno-4-etylami-6-chlór-s-triazín obsahoval 0,14 percenta popola.

#### Príklad 4

Postupovalo sa podľa príkladu 2 s tým rozdielom, že ako vodonerozpustné rozpúšťadlo sa použil nitrobenzén. Získal sa 2-izopropylamíno-4-etylami-6-chlór-s-triazín s obsahom 0,22 % hmot. popola.

#### Príklad 5

Postupovalo sa podľa príkladu 2 s tým rozdielom, že sa nerozpustné látky oddelili filtráciou na vyhrievanom lieviku. Získaný 2-izopropylamíno-4-etylami-6-chlór-s-triazín obsahoval 0,02 % popola.

#### Príklad 6

Postupovalo sa podľa príkladu 1 s tým rozdielom, že sa použil technický 2-izopropylamíno-4-etylami-6-chlór-s-triazín znečistený pieskom. Piesok sa po vedení do roztoku oddelil sedimentáciou počas 10 minút. Získaný 2-izopropylamíno-4-etylami-6-chlór-s-triazín obsahoval 0,35 % hmot. popola.

Postupom podľa vynálezu sa zregeneruje 2-izopropylamíno-4-etylami-6-chlór-s-triazín na plnohodnotnú surovinu, ktorá sa dá ďalej spracovať na herbicídne prípravky. Doteraz sa znečistený 2-izopropylamíno-4-etylami-6-chlór-s-triazín nečistil a bol ako odpad odvážaný na skládku odpadov. Regenerácia je jednoduchá, nenáročná na zariadenie a suroviny a dá sa veľmi ľahko včleniť do výrobného procesu výroby 2-izopropylamíno-4-etylami-6-chlór-s-triazínu.

#### PREDMET VYNÁLEZU

1. Spôsob čistenia 2-izopropylamíno-4-etylami-6-chlór-s-triazínu znečisteného organickými alebo anorganickými látkami, ako je piesok, hrdza, vyznačený tým, že znečistený 2-izopropylamíno-4-etylami-6-chlór-s-triazín sa rozpustí a/alebo roztaví vo vodonerozpustnom organickom rozpúšťadle, s výhodou pri teplote varu zmesi, pričom sa nerozpustné nečistoty oddelia a rozpúšťadlo sa oddestiluje od 2-izopropylamíno-4-etylami-6-chlór-s-triazínu-vodnou parou.

2. Spôsob podľa bodu 1 vyznačený tým, že sa nečistoty oddelia filtráciou.

3. Spôsob podľa bodu 1 vyznačený tým, že sa anorganické nečistoty oddelia sedimentáciou.

4. Spôsob podľa bodu 1 vyznačený tým, že hrdza sa oddelí magneticky, prípadne elektromagneticky.

5. Spôsob podľa bodov 1 až 4 vyznačený tým, že čistenie prebieha za prítomnosti vody.