



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

252898
(11) (31)

(51) Int. Cl.⁴
C 07 D 251/50

(22) Prihlášené 10 03 86
(21) (PV 1601-86.H)

(40) Zverejnené 12 02 87

(45) Vydané 15 10 88

[75]

Autor vynálezu

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

[54] Spôsob prípravy 2-izopropylamíno-4-etyl-6-chlór-s-triazínu

1

Rieši sa výroba 2-izopropylamíno-4-etyl-
amíno-6-chlór-s-triazínu kondenzáciou kyan-
urchloridu s etylamínom, izopropylamínom
a hydroxidom sodným. Kondenzácia sa robí
v prostredí vodného roztoku chloridu sod-
ného z predchádzajúcej kondenzácie. Po
ukončení kondenzácie sa atrazín odfiltruje
a spracuje bežnými metódami.

2-izopropylamíno-4-etyl-6-chlór-
-s-triazín sa používa ako herbicíd v poľno-
hospodárstve.

2

Vynález rieši spôsob prípravy 2-izopropylamíno-4-etylamíno-6-chlór-s-triazínu reakciou kyanurchloridu s etylamínom, izopropylamínom a hydroxidom sodným v prostredí vodného roztoku chloridu sodného z predchádzajúcej kondenzácie.

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 vodnochlorbenzénovom prostredí je popísané v československom patente 110 352. Príprava atrazínu reakciou kyanurchloridu s etylamínom, izopropylamínom v prostredí bezvodého organického rozpúšťadla, pričom na viazanie vzniknutého 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 bezvodom prostredí pri teplote 120 až 170 °C za oddestilovania vzniknutého chlorovodíka. Výhoda spôsobu je v tom, že odpadne problém odpadných vôd s obsahom minerálnych solí. V švajčiarskom patente 564 247 sa popisuje adiabatický spôsob výroby atrazínu vo vodonerozpustnom rozpúšťadle reakciou etylamínu, izopropylamínu, alkalického hydroxidu s kyanurchloridom. Vo francúzskom patente 2 296 628, rumunskom patente č. 60 016, japonskom patente 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 Friedmeim 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 vo vyššie uvedených postupoch je to, že kondenzácia prebieha v prítomnosti organického rozpúšťadla, ktoré sa musí po ukončení kondenzácie oddeliť od produktu najčastejšie destiláciou.

Vyššie uvedené nedostatky sú zmiernené spôsobom prípravy 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 chloridu sodného, ktorý sa pripraví z matečného roztoku chloridu sodného z predchádzajúcej kondenzácie.

Výhodou podľa vynálezu je, že ako reakčné prostredie sa použije vodný roztok chloridu sodného. Po ukončení reakcie sa atrazín z reakčnej zmesi odfiltruje od matečného roztoku chloridu sodného a matečný roztok sa použije na prípravu vodného roztoku chloridu sodného na následnú kondenzáciu. Postup je významnejší ako pri použití kondenzácie v prostredí organického rozpúšťadla. Chlorid sodný snižuje teplotu tuhnutia vodných roztokov, čo je výhodné hlavne pri reakčných teplotách v okolí 0 °C, pričom pri chladení reakčnej zmesi sa na chladiacich plochách nevytvára námraza, ktorá zhoršuje chladenie reakčnej zmesi. V prostredí vodného roztoku chloridu sodného sa zníži hydrolýza kyanurchloridu. Postupom sa získa atrazín vysokej čistoty, ktorá sa vyrovná produktu získaného reakciou v prítomnosti organického rozpúšťadla. Bežne sa získa atrazín o čistote 96 až 99 % hm. Spôsob je energeticky menej náročný ako pri kondenzácii v prítomnosti organického rozpúšťadla, ktoré treba regenerovať destiláciou.

Príklad 1

Do reakčnej banky sa dalo 240 ml 10 % hm. vodného roztoku chloridu sodného. Po ochladení na 10 °C sa k roztoku pridalo 30 g kyanurchloridu. Do banky sa nadávalo 48 ml 21 % hm. vodného roztoku izopropylamínu. Zmes sa nechala 30 minút miešať pri teplote 15 °C. Potom sa k reakčnej zmesi pridalo 50 ml 10,6 % hm. vodného roztoku hydroxidu sodného a zmes sa nechala miešať 60 minút. Potom sa k reakčnej zmesi pridalo 21,5 ml 39 % hm. etylamínu a reakčná zmes sa nechala miešať pri teplote 20 °C 20 minút. Potom sa k reakčnej zmesi opätovne pridalo 50 ml 10,5 % hm. vodného roztoku hydroxidu sodného a zmes sa nechala doreagovať 50 minút pri teplote 20 °C. Zo suspenzie sa odfiltroval atrazín od matečného roztoku chloridu sodného, ktorý obsahoval 11,6 % hm. chloridu sodného. Filtračný koláč sa potom premyl 200 ml vody a vysušil pri teplote 105 °C. Získalo sa 32,4 g technického atrazínu s obsahom 96,4 % hm. atrazínu, 1,9 % hm. simazínu a 1,5 % hm. propazínu.

Príklad 2

Postupovalo sa podľa príkladu 1 s tým rozdielom, že sa vodný roztok chloridu sodného pripravil z matečného roztoku chloridu sodného z príkladu 1 a jeho riedením

s vodou na koncentráciu 10,2 % hm. chloridu sodného. Získalo sa 32,4 g technického atrazínu s obsahom 97,7 % hm. atrazínu, 1,6 % hm. simazínu a 0,5 % hm. propazínu.

Príklad 3

Postupovalo sa podľa príkladu 1 s tým

rozdielom, že teplota počas reakcie izopropylamínu bola 10 °C a pri reakcii etylamínu 5 °C. Získalo sa 32,1 g technického atrazínu s obsahom 96,9 % hm. atrazínu, 1,3 % hm. simazínu a 1,5 % hm. propazínu.

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

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob prípravy 2-izopropylamíno-4-etyl-amíno-6-chlór-s-triazínu kondenzáciou kyan-urchloridu s vodnými roztokmi etylamínu, izopropylamínu, hydroxidu sodného v prostredí vodného roztoku chloridu sodného

vyznačujúci sa tým, že na prípravu vodného roztoku chloridu sodného sa použije matčný vodný roztok chloridu sodného z predchádzajúcej kondenzácie.