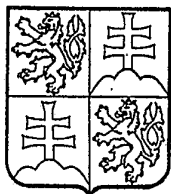


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATÍVNA
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNY ÚRAD
PRE VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

272 883

(21) PV 1184-89.M
(22) Prihlášené 24 02 89

(40) Zverejnené 13 06 90
(45) Vydané 16 12 91

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁵
C 07 D 251/50

(75) Autor vynálezu

HAUSKRECHT PETER, ing.,
VAVRINEC FERDINAND, d.t.,
ČERNÝ PETER, ing., BRATISLAVA,
MRAVEC JÁN, IVÁNKA PRI DUNAJI

(54)

Spôsob výroby 2-izopropylamíno-4-etylamíno-
-6-chlór-s-triazínu

(57)

2-izopropylamíno-4-etylamíno-6-chlór-
-s-triazín sa vyrábá kondenzáciou kyanur-
chloridu s etylamínom, izopropylamínom a
hydroxidom sodným v prostredí vodoneroz-
pustného rozpúšťadla a vodného roztoku chlo-
ridu alkalického kovu.

2-izopropylamíno-4-etylamíno-6-chlór-
-s-triazínu sa používa ako herbicíd v poľ-
nohospodárstve.

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 herbicídy 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 s etylamínom, izopropylamínom v prostredí bezvodného organického rozpúšťadla, pričom na viazanie vzniknutého chlorovodíka sa použije bezvodného 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 - 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 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 - 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 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 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 rozpúšťadlo. Pri vytváraní nízkych teplôt sa najčastejšie používa na chladenie solanka, pričom vo vodnom prostredí sa často vytvára na teplovýmenných plochách námraza, ktorá zhoršuje prestup tepla a tým znižuje i intenzitu chladenia.

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 v prostredí vodného roztoku chloridu sodného a vodonerozpustného rozpúšťadla. Po ukončení reakcie sa vodonerozpustné rozpúšťadlo oddestiluje s vodnou parou a atrazín sa od matečného roztoku odfiltruje. Matečný roztok obsahujúci chlorid sodný so zvyškami vodonerozpustného rozpúšťadla sa použije na prípravu vodného roztoku chloridu sodného v následnej reakcii kyanurchloridu s vodnými roztokmi etylamínu, izopropylamínu a hydroxidu sodného.

Výhodou podľa vynálezu je, že sa pri príprave atrazínu využijú výhody spôsobu jeho výroby vo vodnom prostredí ako i v prostredí vodonerozpustného rozpúšťadla. Pri výrobe podľa vynálezu prebieha reakcia v prostredí emulzie, čo je výhodnejšie ako v heterogénnom prostredí vodných roztokov, kde môže časť kyanurchloridu zostať nezreagovaná, hlavne ak je obalená atrazínom. V prostredí vodonerozpustného rozpúšťadla je časť kyanurchloridu rozpustená vo vodonerozpustnom rozpúšťadle a reakcia s vodným roztokom etylamínu, izopropylamínu a hydroxidu sodného prebieha v emulzii. Pri príprave atrazínu podľa vynálezu sa použije menšie množstvo vodonerozpustného rozpúšťadla ako pri výrobe atrazínu v prostredí iba vodonerozpustného rozpúšťadla, pričom na jeho oddestilovanie sa spotrebuje taktiež menej energie. Prítomnosť chloridu sodného vo vodných roztokoch sa znižuje ich teplota tuh-

nutia, čo je výhodné pri udržiavaní reakčnej teploty okolo 0 °C, pričom pri chladení reakčnej zmesi solankou sa nevytvára na chladiacich plochách námraza zhoršujúca prenos tepla. Použitie matečného roztoku NaCl na prípravu vodných roztokov NaCl pre prípravu atrazínu podľa vynálezu sa zníži až odstránia nutnosť pridávania čerstvého chloridu sodného, ale postačí chlorid sodný z predchádzajúcich príprav atrazínu.

P r í k l a d 1

Do reakčnej banky sa dalo 180 ml vody v ktorej sa rozpustilo 20 g chloridu sodného, k roztoku sa pridalo 200 ml chlórbenzénu a 57 g kyanurchloridu. Po ochladení na 15 °C sa do banky dalo 97 ml 20,1 % hmot. vodného roztoku izopropylamínu počas 40 minút. Potom sa do banky dalo 118 ml 10,1 % hmot. vodného roztoku NaOH po dobu 15 minút a zmes sa nechala miešať 20 minút. Ďalej sa do reakčnej banky dalo 40,2 ml 39,8 % hmot. vodného roztoku etylamínu počas 10 minút pri teplote 10 °C. Nakoniec sa do reakčnej banky pridalo 115 ml 10,1 % hmot. vodného roztoku NaOH a reakčná zmes sa nechala pri miešaní 45 minút doreagovať. Chlórbenzén sa oddestiloval s vodnou parou a zo suspenzie sa atrazín odfiltroval a premyl 500 ml vody. Získalo sa 62,1 g technického atrazínu s obsahom 98,4 % 2-izopropylamino-4-etylamino-6-chlór-s-triazínu, 0,7% hmot. 2,4-dietylamino-6-chlór-s-triazínu a 0,4% hmot. 2,4-diizopropylamino-6-chlór-s-triazínu. Matečný roztok chloridu sodného obsahoval 12,8 % chloridu sodného a 125 mg/l chlorbenzénu.

P r í k l a d 2

Postupovalo sa podľa príkladu 1 s tým rozdielom, že na prípravu miesto pripraveného vodného roztoku chloridu sodného použilo 200 ml matečného roztoku chloridu sodného z príkladu 1 a miesto chlorbenzénu sa použil trichlóretylén.

Postup sa opakoval 2 razy. Prvý raz sa získalo 63,4 g technického atrazínu s obsahom 97,8 % 2-izopropylamino-4-etylamino-6-chlór-s-triazínu, druhý raz sa získalo 64,2 g technického atrazínu s obsahom 98,1 % hmot. 2-izopropylamino-4-etylamino-6-chlór-s-triazínu.

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

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob prípravy 2-izopropylamino-4-etylamino-6-chlór-s-triazínu kondenzáciou kyanurchloridu s vodnými roztokmi etylamínu, izopropylamínu, hydroxidu sodného v prostredí vodného roztoku chloridu sodného a vodonerozpustného rozpúšťadla, ktoré sa po ukončení kondenzácie z reakčnej zmesi oddelí destiláciou alebo destiláciou s vodnou parou vyznačujúci sa tým, že na prípravu vodného roztoku chloridu sodného sa použije matečný vodný roztok chloridu sodného so zvyškom vodonerozpustného rozpúšťadla z predchádzajúcej kondenzácie.